Zum Schluß seien die Prüfungsergebnisse mit solchen von den 100 ccm-Bleibadöfen, soweit solche vorliegen, verglichen. Die Übereinstimmung ist einigermaßen befriedigend.

lfd.Nr.	Kontakt	Prüfung im 1 Ltr.-Ofen bei 65% Aromaten i.Abstr.		Prüfung im 100ccm Ofen bei 65% Aromaten im Abstreifer	
		Temp. KV	%-100	Temp.KV.	%-100
24	K 7360 Faß 1577-1638	26,7	20,5	26,2	17
25	K 7935 Pd Partie 35-55	25,9	12,5	26,8	12
29	K 7360 J Nr. 977	26,5	17	27,2	18
34	K 5931 A v. 24.2.	27,5	14	27,8	14
39	K 9031	26,2	16,5	26,7	15

Rß

Gemeinsam mit:
Dr.Donath,
" Nonnenmacher,
" Rotter,

Untersuchungen:
Dr. Peters,
" Mesée
" Meier.

Tabelle 1

Prüfungen mit P 1518 Schwerbenzin und P 1400 v. 90-18

	Kontakt		K 7935 auf K 8500 Vers. 896-911	dto. n.alter Methode getränkt	K 7360 Faß 1577-1638	K 7935 Pölitz Partie 35-55
	Einbau: Ofen/Datum:		303 12.1.43	304 16.1.43	304 26.1.43	306 2.2.43
	Nr.		22	23	24	25
P 1518	27 MV 20 Atm	Gew.% Aromaten	60	59	66	62
		%-100	12	13	21	11
	27 MV 20 Atm	Aromaten	66	62,5	66,5	67
		%-100	16	12	21	16
		Ausbeute	89,0	93,0	86,0	92,2
		Rohbilanz	92,0	95,5	98,0	88,0
	28 MV 20 Atm	Arom.	74,5	68,5	68 1)	75
		%-100	21	20	22	18
		Ausb.	83,8	88,8	75	86,4
		Rohbilanz	81,9	91,3	99,4	82,2
	26 MV 20 Atm	Arom.	57,5	55,5	58 1)	65,5
		%-100	3	9,5	16	11,0
		Ausb.	95,3	95,3	91,0	94,2
		Rohbilanz	88,9	94,3	95,7	86,4
	27 MV 10 Atm	Arom.	67	63,5	67,5 1)	70,5
		%-100	13	8	17	14
		Ausb.	88,7	93,0	85,3	89,0
		Rohbilanz	91,1	91,6	94,8	90,3
	27 MV 20 Atm	Arom.	65,5	66		70,0
		%-100	15	15		20
		Ausb.	88,8	91,0		85,0
		Rohbilanz	90,0	93,5		91,7
P-1400 90-180	27 MV 25 Atm	Arom.	67,5	64,5		72,5
		%-100	23	19,5		26
		Ausb.	85,7	90,7		85,0
		Rohbilanz	92,7	95,6		91,6
	27 MV 25 Atm	Arom.	70	68		67,5
		%-100	25,5	18		21
		Ausb.	90,3	91,1		86,4
		Rohbilanz	90,7	90,6		92,9
	J.Z. bei 10 Atm		7,6	3,9	1,9 (20Atm)	6,0
				Temperaturen je 0,3 MV tiefer als angegeben infolge Heizmantoldefektes.	1) anschl. an die Dauervers.	Dauervers.

Tabelle 1

enzin und F 1400 v. 90-180 (alle Versuchsdaten beziehen sich auf DHD-Abstreifer).

7360 Fab 577-1638	K 7935 Politz Partie 35-55	K 8941 (=Nr.22+30gMoO/ Ltr. nachgetr.)	K 7935 auf K 8500 Vers. 964-997	K 7935 F. 535-574/580-654 nachgetr./135-776	K 7360 J Nr.277 auf Al_2O_3 Op. 12 to Sdg.v.9.3.	K 7360 F.1532-1569/1641-72
304	306	307	303	303	303	304
26.1.43	2.2.43	10.2.43	18.2.43	25.2.43	16.3.43	3.3.43
[redacted]	25	26	27	28	29	30
[redacted]		67	53	67	66,5	66,5
21		16	17	17	18,5	22
[redacted]	67	67	58	66	67,5	68
	16	15,5	14	14	21	20,5
86,0	92,2	87,0	91,0	89,6	83,1	82,4
98,0	88,0	92,8	94,4	95,6	98,2	95,8
68 1)	75	70	70	76	74	76
22	18	21	20	21	20	24
75	86,4	79,0	81,5	77,0	74,1	72,2
99,4	82,2	102,4	93,2	95,5	96,2	99,4
58 1)	65,5	62	61,5	65	62	66
16	11,0	10	12	14	15	22,5
91,0	94,2	92,2	93,0	88,5	88,2	81,1
95,7	86,4	92,6	95,0	96,1	96,7	100,8
67,5 1)	70,5	67	69,5	73,5	67,5	71,5
17	14	12	13,5	13	12	13
3	89,0	85,4	88,8	84,7	84,8	77,5
	90,3	98,8	97,6	95,3	93,8	104,5
[redacted]	70,0	67	65,5	69,5	68	71,5 1)
	20	16,5	18,0	19	18	23
	85,0	86,5	87,3	84,7	83,2	~82
	91,7	93,4	94,8	97,2	94,9	99,3
	72,5			69	68	
	26			17 P 1518	19	
	85,0			85,4 27 MV	88,6	
[redacted]				97,0 20 Atm	90,8	
				62,5	68,5	
				10	22,5	
				~90,5	85,2	
				86,6	95,4	
9 (20Atm	6,0	6,9	8,3	-	6,9	-
...s.	Dauervers.	Dauervers.		Dauervers.	Dauervers.	Dauervers.
...hl.an					68,5 P 1518	1) anschl. an
...uer-					19 27 MV	die Dauer-
...ve...					84,5 20 Atm	versuche
					94,6	

Tabelle 2:

Prüfungen mit P 1518 Sc

	Kontakt		K 7360 auf Al_2O_3 Me 5780 B	K 7360/80 auf Al_2O_3 Me 5780 D	K 8937 (vgl. Nr. 31)
	Einbau Ofen/Datum		307/5.5.43	9.30.4.43 303/11.5.43	Bleibadofen 306/15.5.43
	Nr.		35	36	37
P 1518 Z100	27 MV 20 Atm	Gew.%Arom.	64	70	
		%-100	19	14	
	27 MV 20 Atm	Gew.% Arom.	64,5	70	74,5
		%-100	18,5	17	20
		Ausbeute	88,5	86,0	80,9
		Rohbilanz	96,6	85,4	88,1
	28 MV 20 Atm	Gew.%Arom.	76	78	80,5
		%-100	22	12	19
		Ausbeute	76,5	80,6	71,0
		Rohbilanz	98,0	87,2	90,3
	26 MV 20 Atm	Gew.%Arom.	58,5	66	68
		%-100	13,5	15	18
		Ausbeute	90,8	90,9	~ 84
		Rohbilanz	96,1	90,9	82,5
	27 MV 10 Atm	Gew.%.Arom.	69,5	68	
		%-100	13	6	
		Ausbeute	85,8	92,5	
		Rohbilanz	96,0	79,4	
	27 MV 20 Atm	Gew.%Arom.	67,5	66	
		%-100	19	13	
		Ausbeute	87,0	88,4	
		Rohbilanz	98,5	91,9	
Anfangswerte der Dauervers.	Temp.MV		26,5	26,2	
	Gew.% Aromaten		64,5	68	
	%-100		13,0	11,0	
	Ausbeute		87,0	88,3	
	Rohbilanz		95,1	90,8	
	Temp. MV			26,2	
	Gew.% Aromaten			68	
	%-100			16	
	Ausbeute			88,4	
	Rohbilanz			92,3	
			5,2	-	-
			Dauervers.	Dauervers.	-

Tabelle 2: Fortsetzung

[redacted] 1518 Schwerbenzin. (Alle Versuchsdaten beziehen sich auf DHD-Abstreifer).

[redacted] Nr. 31) Bleibadofen 306/15.5.43	K 9076 (Xylolkontakt) 307/19.5.43	K 9031 304/20.5.43	K 7360 F.1577-1638 (Bleibadofen) 306/21.5.43	K 7935 Ausbau Fö. Ka 21 Ofen 2 v.15.4.43 oben 303/25.5.43	dto. Faß 40 unten 307/ 2.6.43
37	38	39	40	41	42
	72[1]	68,5	77	68	68
	16	17	18,5	14,5	16,5
74,5	62,5 25 MV	73	74	69	71
20	14 10 Atm	18,5	21	16	14,5
80,9	84,4	83,8	~77	88,3	87,6
88,1	96,2	95,0	90,0	92	93,3
80,5	57,5 25 MV	80,5 84	75	75,5	76
19	18 20 Atm	19,5 19,0	21	20,5	16
71,0	87,0	71,8 74,0	78,0	82,0	~80,0
90,3	102,9	103,7 97,9	94,0	86,5	92,8
68		67,0	62	65	67
18		17	19	7,0	11
~84		87,5	88,5	94,1	90,5
82,5		95,0	88,9	88,3	98,3
		75,0	74,5	70,0	68,5
		18	12,0	9,0	10,5
		82	83,3	89,0	~86,5
		95,4	89,9	90,5	96,2
		71,5 75,0	64	67,0	72,5
		21 18,0	14,5	16	16,0
		82,1 78,0	(95,5)?	87,8	86,2
		93,5 94,2	86,4	91,0	98,5
		P 1518			
	1) Vergasung etwa 50 %	82 28 MV	26,2	26,4	26,4
		17 20 Atm	67,5	65,5	65
		8 Std.	19,5	16	12
		68,5	87,1	94,6	89,7
		106,6	93,6	87,8	96,7
		25,7			
		66,5			
		16,5			
		86,5			
		93,4			
-	-	-	-	7,0	6,6
-	Xylolvers.	-	Dauervers.	Dauervers.	Dauervers.

Tabelle 2a: Fo

Prüfungen mit P 1518 Schwerbenzin. (A

	Kontakt		wie Nr. 41	K 7935 W PU 100	K 7360/J.Nr.12 (=mit 50% 7360 Abfall)	
	Einbau Ofen/Datum		306/4.6.43	303/5.6.43	304/5.6.43	
	Nr.		43	44	45	
P 1518 -> 100	27 MV 20 Atm	Gew.% Arom.	65	66	68	
		%-100	15	17	14	
	27 MV 20 Atm	Gew.%Arom.	70	70	66,5	
		%-100	15	11	15	
		Ausbeute	86,4	89,8	86,0	
		Rohbilanz	98,1	90,3	95,1	
	28 MV 20 Atm	Gew.% Arom.	77,5	77,5	72	
		%-100	18	18,0	15,5	
		Ausbeute	77,0	81,0	78,8	
		Rohbilanz	98,4	93,1	96,5	
	26 MV 20 Atm	Gew.% Arom.	71,5	61	60	
		%-100	12	13	9,0	
		Ausbeute	85,7	90,9	90,3	
		Rohbilanz	92,7	96,1	96,9	
	27 MV 10 Atm	Gew.% Arom.	68,0	65,5	65	
		%-100	6,5	8	10	
		Ausbeute	88,4	89,1	86,7	
		Rohbilanz	92,2	94,0	96,4	
	27 MV 20 Atm	Gew.% Arom.	68	65,0	68	
		%-100	13	16	14	
		Ausbeute	85,8	88,0	84,5	
		Rohbilanz	100,7	93,2	94,3	
Anfangs-werte der Dauer-vers.	Temp. MV		26,1	26,7	26,6	27,2
	Gew.% Aromaten		66	69,5	66,5	68
	%-100		13	15,5	16	16
	Ausbeute		89,3	90,3	82,9	83,5
	Rohbilanz		92,3	91,4	97,9	98,8
	Temp. MV				25,7	27,2
	Gew. % Aromaten				68	67,5
	%-100				22	13
	Ausbeute				82,8	86,0
	Rohbilanz				99,3	95,7
			9,2	6,6	4,9	
			Dauervers.	Dauervers.	Dauervers.	

[redacted] 10.2a) Fortsetzung

[redacted] Schwerbenzin. (Alle Versuchsdaten beziehen sich auf DHD-Abstreifer).

7 F6 100	K 7360/J.Nr.1247 (=mit 50% 7360 Abfall)	K 7935 J Nr.1214 (=auf K 8500 peptisiert)	K 7360 Faß 1780-1819	K 7360 Faß 1820-1901	K 7360 Faß 1902-81	K 7360 Faß 1982-2021
.6.43	304/5.6.43	307/12.6.43	304/25.6.43	304/9.7.43	306/3.9.43	306/15.9.43
44	45	46	47	48	49	50
	68	64,5	76,5	73	64	66,5
	14	21	18	17	16	14
	66,5	70	74	76	63	63,0
8	15	21,5	18	19	14	9,5
3	86,0	84,0	84,5	80 4	~87	85,7
	95,1	94,5	90,4	99 2	99,0	96,4
2	72	73	82	78 5	69,5 68,5	68,5
0	15,5	23	18	18	15 16	17,5
3	78,8	78,7	73,4	74 3	- 84,0	~80
1	96,5	100,4	100,0	95 5	- 91,8	95,3
	60	64,5	67	71 5	57,5	55
	9,0	9,5	18	18	12	8,0
	90,3	92,5	82,5	~83	94,7	~92
	96,9	96,0	93,5	92 2	96,6	93,7
		70	75	74 5		67,5
		10	13	17		8,5
	7	~88?	81,2	~80		87,2
	4	86,2	96,2	95 0		95,5
	08	67,5	77,5	79		66,5
	14	16,5	17	17		12
	84,5	87,8	78,0	79 3		85,5
	94,3	99,0	96,2	100 3		90,0
	26,6 27,2	27,0	25,9	25 8	26,5	
	66,5 68	65,5	68,5	67	62	
	16 16	16,5	18	15	9,5	
	82,9 83,5	87,6	86,8	84 4	~90	
	97,9 98,8	95,1	93,0	94 6	91,8	
	25 7 27,2				26,3 27,0	
	68 67,5				~60 66,5	
	22 13				~15 15	
	82,8 86,0				~85 87,8	
	99,3 95,7				96,8 95,4	
	4,9					
ers.	Dauervers.	Dauervers.	Dauervers.	Dauervers.	Dauervers.	-

Tabelle 3

Prüfungsergebnisse

Werte in Klamme

Nr.	Kontakt	Einbau 1943	Kontaktform	Sen
22	K 7935 auf K 8500 Vers.896-911 (J Nr. 829)	303 v. 12.1.43	Pillen	0,4
23	" " " " (n.alter Methode getr.) (J Nr. 851)	304 v. 16.1.	"	0,4
24	K 7360 Faß 1577-1638	304 v. 26.1.	Stücke	0,6
25	K 7935 Pölitz Partie 35-55	306 v. 2.2.	Pillen	0,4
26	K 8941 (= Nr. 22+30 g MoO_3/Ltr. nachgetr.) (J Nr. 915)	307 v. 10.2.	"	0,49
27	K 7935 auf K 8500 Vers. 964-997	303 v. 18.2.	"	0,49
28	K 7935 Faß 535-74+580-654 nachgetr.+735-76	" v. 24.2.	"	0,6
29	K 7360 J Nr. 977 auf Al_2O_3 Oppau m. NH_3 beh. 12 to Sendung v. 9.3.	" v. 16.3.	Stücke	0,6
30	K 7360 Faß (1532-69) + (1641-72)	304 v. 3.3.	"	0,6
31	K 8937=K 7360/80 auf Al_2O_3 Oppau 7 to Sendg. v. 20.3.	304 v. 7.4.	"	0,61
32	K 7935 Faß 695-734	306 v. 3.3.	Pillen	0,5
33	K 7935 wie Nr. 28	307 v. 6.3.	"	0,62
34	K 5931 A v. 24.2.43	307 v. 24.4.	Stücke	0,61
35	K 7360 auf Al_2O_3 Me 5780 B v. 7.4.43	307 v. 5.5.	"	0,60
36	K 7360/80 " " 5780 D v. 30.4.43	303 v. 11.5.	"	0,63
37	K 8937 wie Nr. 31 Bleibadofen	306 v. 15.5.	"	0,61
38	K 9076 (Xylolkontakt) Al_2O_3+10 SiO_2+110gMoO_3+20gNiO_3	307 v. 19.5.	"	0,72
39	K 9031 (90 Al_2O_3,10 ZnO aus Nitraten mit NaOH + NH_3 bei 90° gefällt)	304 v. 20.5.	Pillen	0,50
40	K 7360 Faß 1577-1638 Bleibadofen	306 v. 21.5.	Stücke	0,6
41	K 7935 Ausbau Pölitz Ka 21 Ofen 2 v.15.4.43 Faß 5+27	303 v. 25.5.	Pillen	0,57
42	" Faß 40	307 v. 2.6.	"	0,50
43	" wie Nr. 41	306 v. 4.6.	"	0,5
44	K 7935 (W Pö 100)	303 v. 5.6.	"	0,48
45	K 7360 J Nr. 1247 (Tonerde mit 50% 7360 Abfall)	304 v. 5.6.	Stücke	0,6
46	K 7935 J Nr. 1214 auf K 8500 mit 5% HNO_3 peptisiert	307 v. 12.6.	"	0,57
47	K 7360 Faß 1780-1819	304 v. 25.6.	Stücke	0,71
48	" 1820-1901	304 v. 9.7.	"	0,6
49	" 1902-1981	306 v. 3.9.	"	0,67
50	" 1982-2021	306 v. 15.9.	"	0,67

1) Nach Schädigung des Kontaktes (durch zu hohe Temperatur?) Temperaturnote 70,

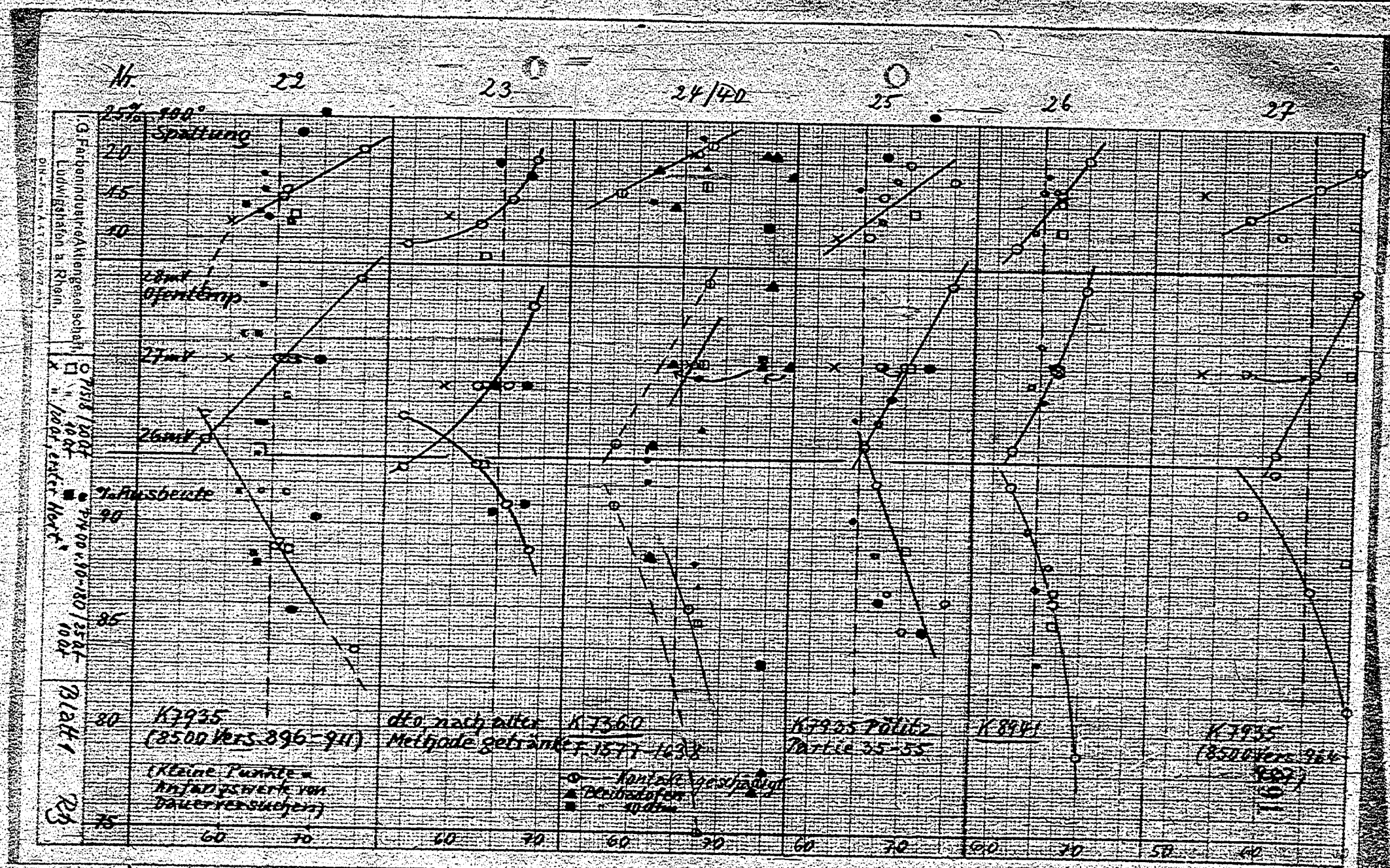
Tabelle 3

Prüfungsergebnisse.

Werte in Klammern weniger genau.

	Kontaktform	Schüttgewicht	MoO_3-Gehalt (n. Analyse)	MoO_3-Geh. (Soll.)	Abrieb Rückst. (3mm Sieb)	Prüfung mit P 1518 v. 85-175 Temp.	Ausb.	Spalt.	Prüfung mit P 1400 v. 90-180 Temp.	Ausb.	Spalt.
v. 12.1.45	Pillen	0,475	52,0g/Ltr.	55g/Ltr.	98,5	79	108	102	79	83	98
v. 16.1.	"	0,480	50,0	"	(o.Mo)	79	129	105	78	91	106
	Stücke	0,645	49,3	"	92	(82) 1)	(86) 1)	(83)	77	67	92
	Pillen	0,435	54,7	"	98	95	157	(110)	80	63	100
v. 10.2.	"	0,495	--	85g/Ltr.	5,0.	84	104	105	79	(13)	104
v. 18.2.	"	0,495	--	55g/Ltr.	98,5	80	90.	93	-	-	-
	"	0,630	71,0	63g/Ltr.	-	94	106	107	-	-	-
	e	0,680	58,2	55g/Ltr.	92,5	85	67	95	77	57	100
		0,690	52,9	"	87,5	(96)	(87)	93	-	-	-
		0,610	--	80g/Ltr.	91,2	94	80	85	-	-	-
	"	0,555	57	55g/Ltr.	98,2	89	94	104	-	-	-
	"	0,625	71,0	63g/Ltr.	-	94	106	(95?) 107	-	-	-
	Stücke	0,810	75,2	-	86	70	50-60	105	64	37	105
	"	0,800	55,5	55g/Ltr.	75,4	82	97	92			
11.5.	"	0,850	69,5	80g/Ltr.	73,4	(87)	111	106			
15.5.	"	0,615	-	80g/Ltr.	91,2	-	-	-			
	"	0,725	98,0	110g/Ltr.	-	(96)	-20	(96)			
	Pillen	0,500	59	55g/Ltr.	-	(91)	97	(96)			
	Stücke	0,680	51,9	55g/Ltr.	92	-	-	-			
20.5.	Pillen	0,570	-	55g/Ltr.	-	(85)	117	105			
	"	0,565	-	55g/Ltr.	-	100	128	116			
	"	0,535	-	55g/Ltr.	-	(82)	111	115			
	"	0,480	67	80g/Ltr.	95,5	87	105	114			
	Stücke	0,635	-	83g/Ltr.	-	84	81	110			
	"	0,575	-	55g/Ltr.	-	91	130	111			
25.6.	Stücke	0,718	?	80g/Ltr.	86,7	96	84	(92)			
9.7.	"	0,680	63,7	80g/Ltr.	85	101	63	(92)			
3.9.	"	0,675	65,2	80g/Ltr.	88,8	72	90	103			
15.9.	"	0,675	65,5	80g/Ltr.	99,5	78	72	(110)			

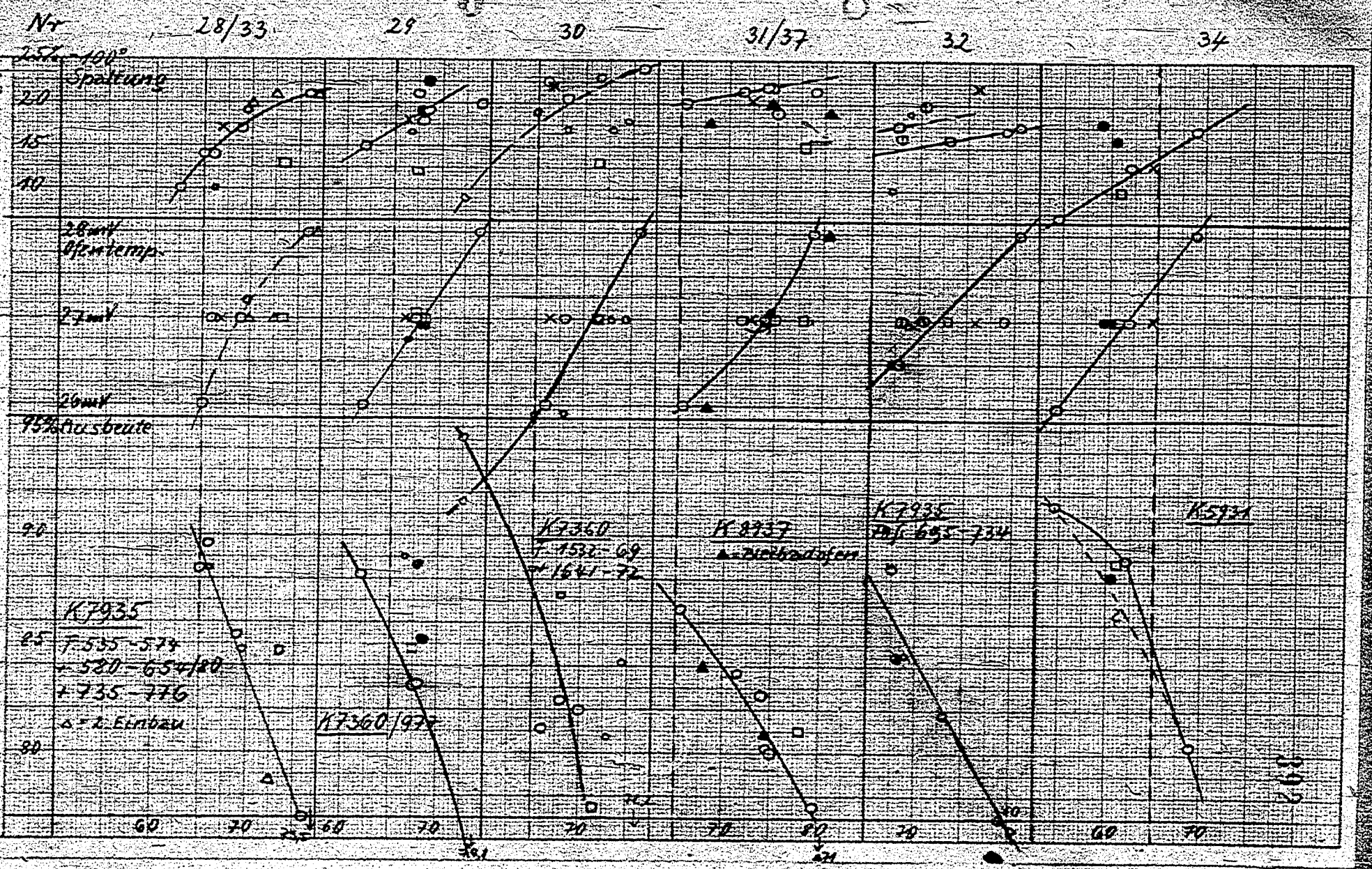
[redacted]note 70, Ausbeutenote 34.

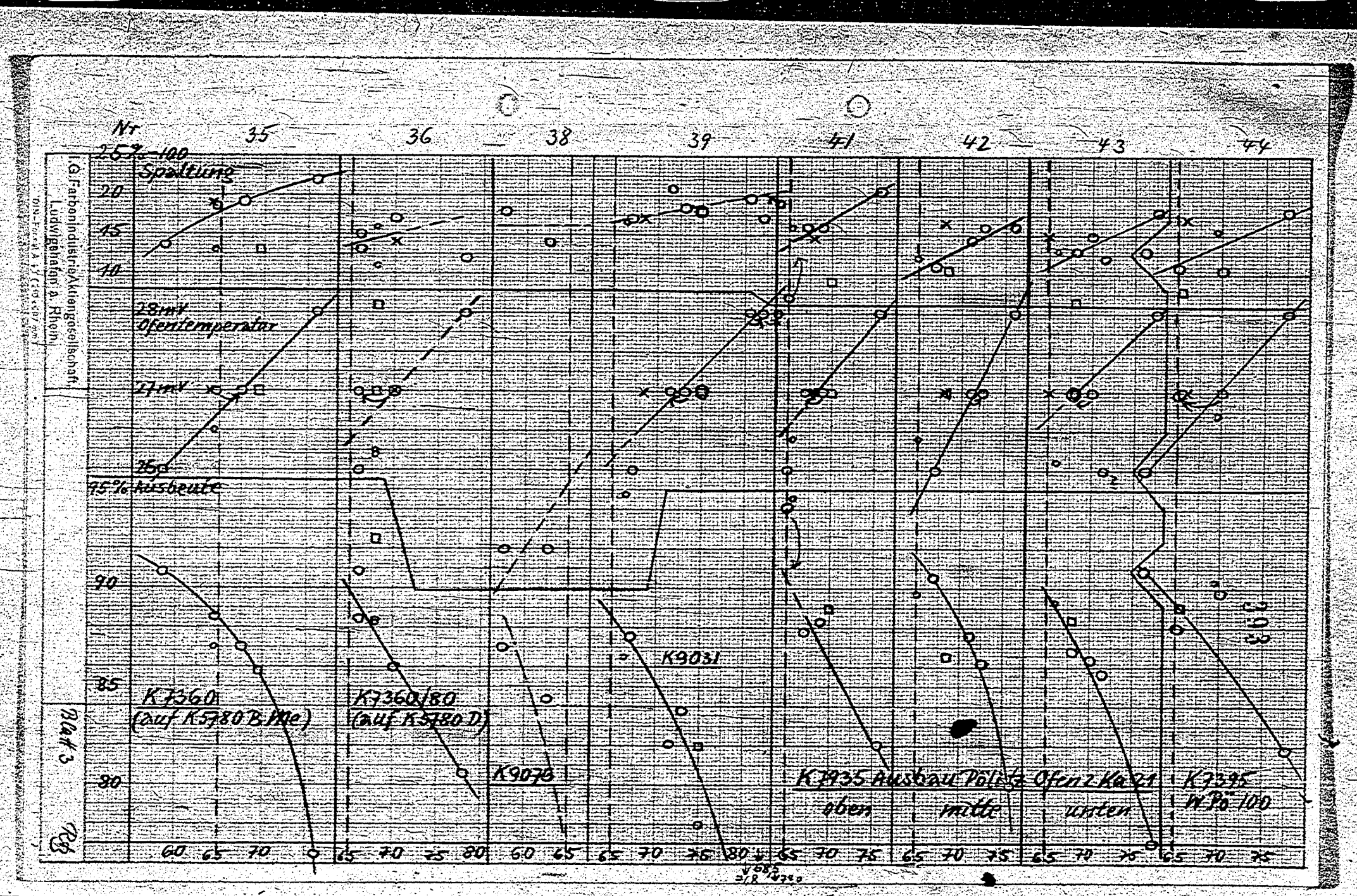


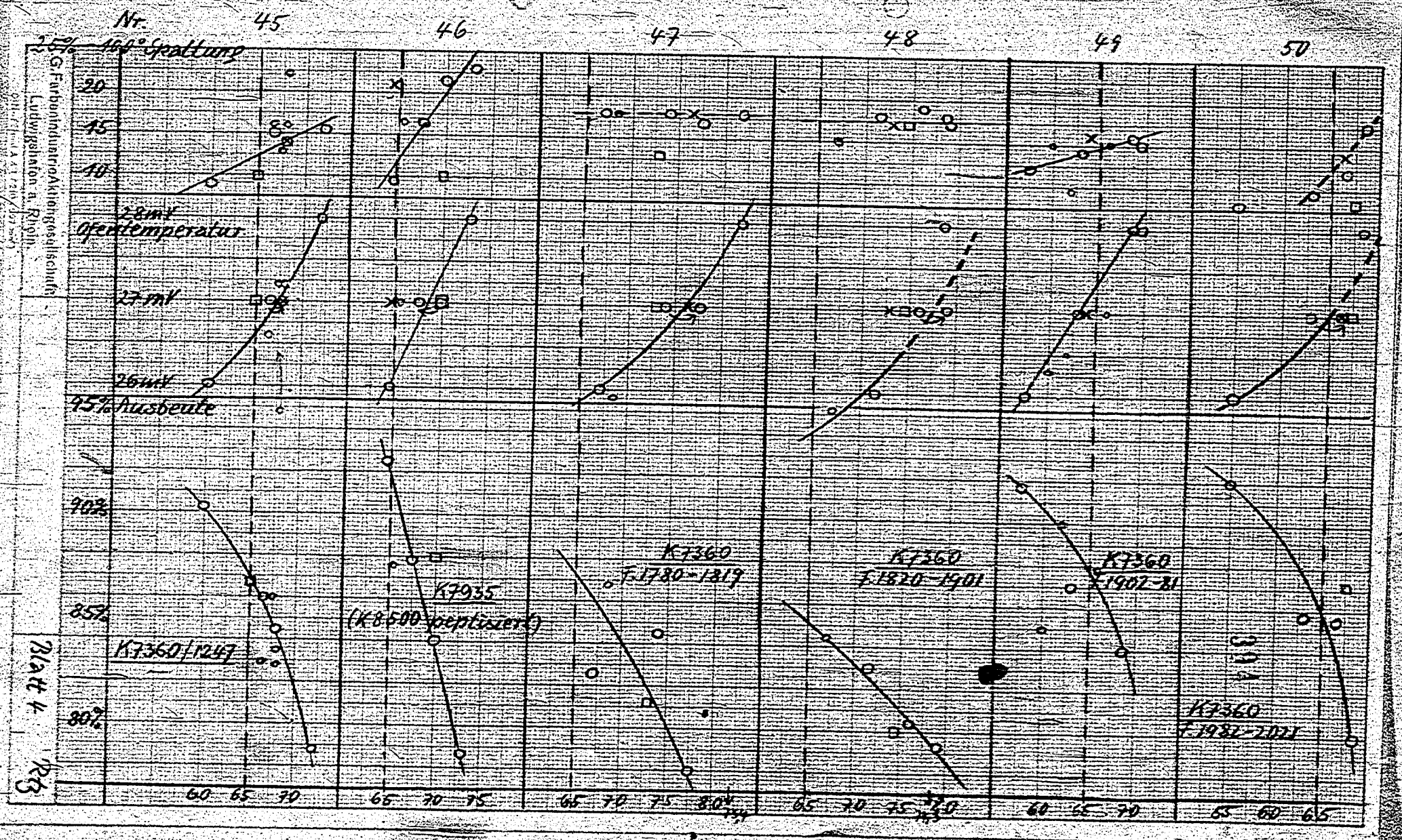
I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein

Blatt 1

R3

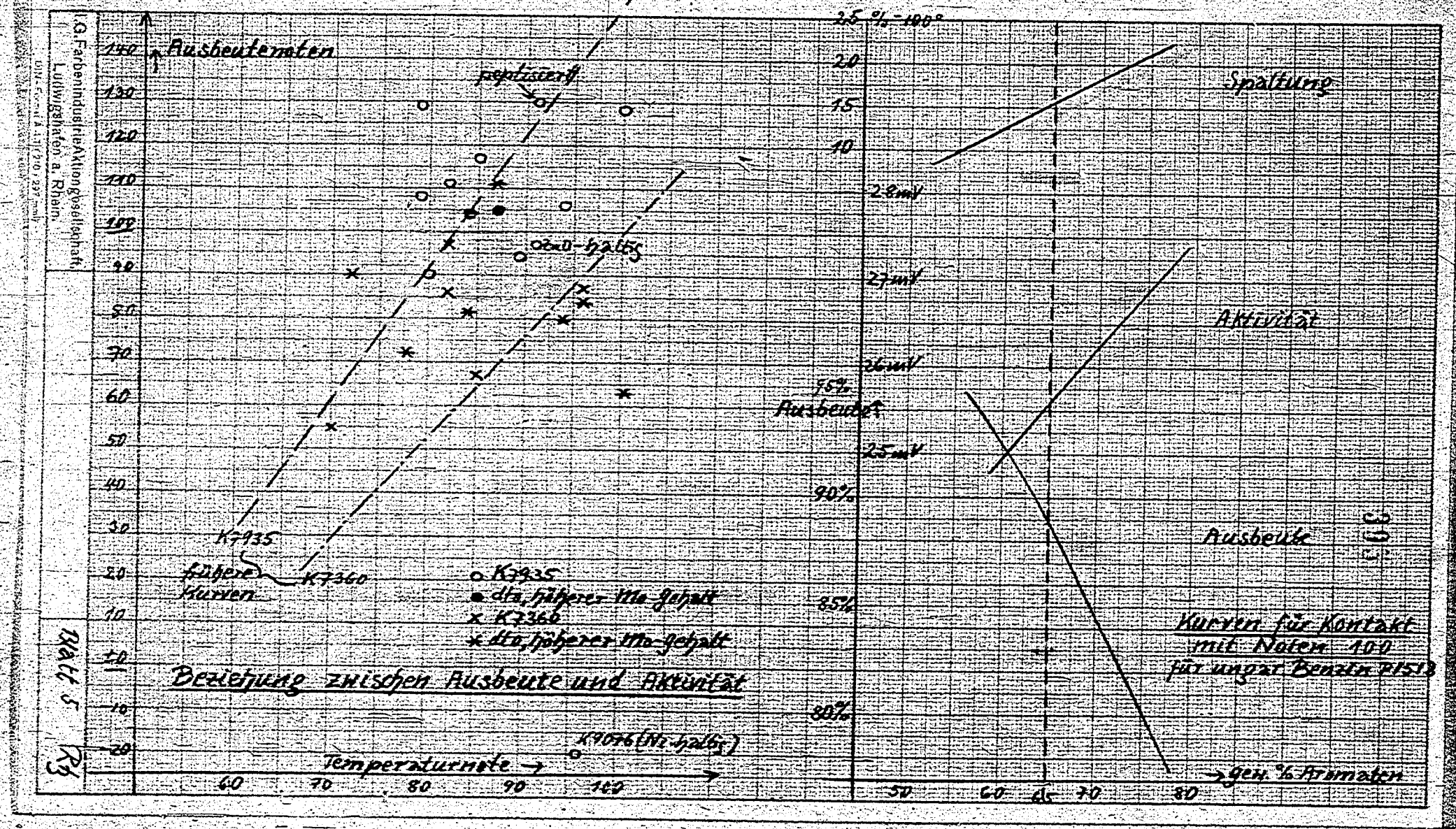

Nr
28/33
29
30
31/37
32
34
2.5K -100°
Spaltung
20
15
10
28mV
Ofentemp.
27mV
26mV
95% Ausbeute
90
85
80
K7935
F 535-574
- 520-654/20
+ 735-776
△ = 2. Einbau
K7360/977
K7360
F 1532-69
- 1641-72
K8737
▲ = Beckbadofen
K7935
F 655-734
K5931
60
70
80
Blatt 2
R3
Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein


Nr
35
36
38
39
41
42
43
44
Spaltung
28mV Ofentemperatur
27mV
75% Ausbeute
K7360 (auf K5780 B Me)
K7360/80 (auf K5780 D)
K9070
K9031
K7935 Ausbau Pöl 2 Ofen 2 Kat 1
oben
mitte
unten
K7395 W Pö 100
Blatt 3
I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft Ludwigshafen a. Rhein



Blatt 4

Prg


I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein.
Ausbeutematen
peptisiert
Spaltung
Aktivität
Ausbeute
Kurven für Kontakt mit Noten 100 für ungar. Benzin F1513
25 % = 100°
20
15
10
2,8 mV
27 mV
26 mV
25 mV
95% Ausbeute
90%
85%
80%
K7935
höhere Kurven
K7360
o K7935
● dto. höherer Mo-Gehalt
x K7360
* dto. höherer Mo-Gehalt
Beziehung zwischen Ausbeute und Aktivität
K9076 (Nr. halbs.)
Temperaturnote →
60
70
80
90
100
50
60
65
70
80
→ gew. % Aromaten
Blatt 5
R3

TITLE PAGE

16. Notiz zur Frage der Nacherhitzung von DHD Kontakten nach dem Tränken mit Ammoniummolybdat.

Note on problem of second heating of DHD catalysts after saturation with ammonium molybdate.

Frame No. 396

Hochdruckversuche
Lu 1

1. 10. 1943. Rtz/Pf.

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

Notiz zur Frage der Nacherhitzung von DHD-Kontakten nach dem Tränken mit Ammoniummolybdat.

Bei der Herstellung der DHD-Kontakte 7360 und 7935 wird die fertige stückige bezw. bereits gepillte Tonerde mit Ammoniummolybdat getränkt und anschließend mehrere Stunden bei 150° getrocknet. Ursprünglich wurde der Kontakt anschließend an die Trocknung nochmals auf ca. 350° nacherhitzt, wobei sich das Molybdat erst vollständig zersetzt und weiteres Wasser herausgeht. Der Nacherhitzung wurde u.a. ein nicht ganz sicher nachgewiesener günstiger Einfluß auf die Kontaktfestigkeit zugeschrieben.

Etwa im Mai dieses Jahres wurde in der Kontaktfabrik Lu 35 zur Vereinfachung des Herstellungsganges die Nacherhitzung fortgelassen, ebenso wurde der in Leuna hergestellte Kontakt für die DHD-Kammer 1 in Leuna nicht nacherhitzt.

Inzwischen liegen vom Anfahren dieser Kammer betriebliche Erfahrungen vor, die die Wiedereinführung der Nacherhitzung dringend wünschenswert machen. Beim Hochfahren der Kammer fielen nämlich in Leuna fast 7 to sehr stark ammoniakhaltiges Wasser an, wobei nur schätzungsweise 2 - 2,5 to Wasser aus der Isolierung der Öfen stammen konnten. Das Trockenfahren der Kammer dauerte dadurch mehrere Tage länger als normalerweise (z.B. in Scholven). Außerdem war der Kontakt durch die großen Wassermengen und wahrscheinlich noch mehr durch das NH_3 stark geschädigt, sodaß er vor der 1. und sogar noch vor der 2. Regeneration eine außerordentlich schlechte Aktivität besaß. Hierdurch konnte die Kammer in den beiden 1. Fahrperioden nur mit sehr kleinem Durchsatz gefahren werden, woraus sich also ein weiterer Zeitverlust beim Anfahren ergab.

Da die jetzigen Kontaktlieferungen hauptsächlich für die Füllung neuer Anlagen bestimmt sind und beim Anfahren erfahrungsgemäß stets genügend Schwierigkeiten auftreten, kann es nicht verantwortet werden, diese Schwierigkeiten durch eine Unsicherheit in der Kontaktaktivität während der ersten Fahrperioden noch zu erhöhen. Schwierigkeiten können ebenso entstehen, wenn in einer vorhandenen Kammer einzelne Öfen mit derartigem Kontakt gefüllt werden. Es ist daher sobald als möglich die Nacherhitzung des DHD-Kontaktes wieder einzuführen. Es muß noch darauf hingewiesen werden, daß durch das Austreiben des Wassers in der DHD-Kammer unter Druck eine irreversible Schädigung des DHD-Kontaktes nicht ausgeschlossen erscheint.

Rtz
Pf

21906

TITLE PAGE

IV. Hochdruckversuche Laboratories.
Papers on dehydrogenation.
Files of Frl. Dr. Höring.
Folder No. S32/VII-D-11.

TITLE PAGE

1. Auswachung des Schwefeldioxyds bei der Regeneration der DHD-Einheitskammern.
   Removal of sulfurdioxide for regeneration of DHD unit chambers.

Frame Nos. 397 - 403

Hochdruckversuche
Lu 558

21. Dezember 1942 Do/Pu

397 Fri. Dr. Höring

Auswaschung des Schwefeldioxyds bei der Regeneration der DHD-Einheitskammern.

Zusammenfassung

Beim DHD-Verfahren nimmt der Kontakt während der Betriebsperiode unter MoS_2-Bildung Schwefel auf, der während der Regeneration als SO_2 abgegeben wird. Ebenso binden die Apparaturwände Schwefel. SO_2 wirkt unterhalb des Taupunktes des Kreislaufgases stark korrodierend. Die Korrosionswirkung hört, unter den Bedingungen der DHD-Regeneration, nach bisherigen Beobachtungen in Lu oberhalb 140° auf, wahrscheinlich sind die Gebiete bis herab zu 100° praktisch während der ganzen Brennzeit korrosionsfrei. Dies gilt, falls kein Wasser eingespritzt wird; Wassereinspritzung kann schädlich wirken, da die Korrosion durch flüssiges Wasser in weitere Gebiete getragen werden kann. Andererseits muß das SO_2 auf jeden Fall ausgewaschen werden, um Korrosionen in kalten Leitungen, Umlaufpumpen usw. zu vermeiden. Dies ist mit Alkalilösungen (z.B. Na_2CO_3 oder NaOH) ohne weiteres möglich.

Bei der Verarbeitung schwefelarmer Benzine insbesondere z.B. von Hydrierbenzinen genügt die Anwendung ganz verdünnter Lösungen. Aber gerade bei schwefelreichen Benzinen, im Grenzfall bei völliger Sättigung der Öfen mit Schwefel, muß die Neutralisation mit Sicherheit möglich sein. Um dann die Anwendung sehr großer Laugemengen (z.B. 12 cbm) zu vermeiden, müssen etwa Lösungen, die 11 % NaOH oder 15 % Na_2CO_3 enthalten, eingespritzt werden. Bei derartigen Lösungen besteht die Gefahr der Ausscheidung von $NaHCO_3$ durch das CO_2 des Regenerationsgases, falls nicht genügend SO_2 zur Verdrängung des CO_2 vorhanden ist. Das Auskristallisieren von NaOH, Na_2CO_3, Na_2SO_4 (oder bei genügender SO_2-Lauge auch $NaHCO_3$) wird bei der vorgeschlagenen Fahrweise in einfacher Weise mit Sicherheit vermieden. Danach wird aus einem Vorratsbehälter (vgl. Anl. 2) mit einer Pumpe Wasser angesaugt, während die zweite Pumpe Na_2CO_3-Lösung fördert. Die Menge Na_2CO_3-Lösung wird nach dem laufend in einfacher Weise bestimmten oder registrierten Gehalt des Abstreiferwassers an Alkali bemessen. Hierdurch wird auch ein sparsamer Alkaliverbrauch erzielt.

Bei der Verarbeitung schwefelhaltiger Benzine nach dem DHD-Verfahren wird der Schwefel des Benzins vom Mo des Kontakts als MoS_2 gebunden. Bei der Regeneration wird dieser Schwefel (ebenso etwa gebildetes Eisensulfid) als SO_2 abgeröstet. Dieses SO_2 korrodiert beim Abkühlen unter dem Taupunkt des Kreislaufgases sehr stark und muß daher durch Sodalösung (oder $NaOH$, K_2CO_3, KOH und dergl., aber nicht NH_3, da Ammoniake stark korrodieren) vorher neutralisiert werden. Bisher wurde noch in keiner DHD-Anlage bis zur völligen Sättigung des DHD-Kontaktes mit Schwefel gefahren. Wie weiter unten berechnet wird, können der Kontakt und die heißen Rohre einer Einheitskammer rund 1,7 t Schwefel aufnehmen. Bei einer Cykluslänge von 100 Std. und 17 t Durchsatz werden je Cyklus 1700 t Benzin eingespritzt. Bei einem Schwefelgehalt von 0,1 % des Benzins sind dies ebenfalls 1,7 t Schwefel. Mit dieser Menge soll daher im folgenden als maximaler Schwefelmenge gerechnet werden.

50 cbm Kontakt enthalten

$$3750 \text{ kg } MoO_3,$$

die 1,65 t S aufnehmen können. Nimmt man außerdem 100 m² Eisenfläche, die 0,1 mm tief angegriffen wird, so sind dies weiter 40 kg Schwefel. Dies sind insgesamt 1,7 t S, die in 8 St. abgebrannt

$$210 \text{ kg S/Std} = 420 \text{ kg } SO_2\text{/Std}$$

ergeben. Zur Neutralisation mit 10 % Überschuß sind erforderlich

$$570 \text{ kg } NaOH \text{ oder } 760 \text{ kg } Na_2CO_3$$

und es entstehen dann 825 kg Na_2SO_3.

Spritzt man in den Kühler 5 t/Std Lösung ein, so muß diese ~ 11 % $NaOH$ oder ~ 15 % Na_2CO_3 enthalten, während die verbrauchte Lösung ~ 16 % Na_2SO_3 und außerdem ~ 1,5 Na_2CO_3 (bezw. 2,5 % $NaHCO_3$) enthält. Wie ein Vergleich mit den in Anl. 1 aufgetragenen Löslichkeiten zeigt, wird sogar bei 20° die Sättigung der Lösungen an Na_2CO_3, Na_2SO_3 oder gar $NaOH$ nicht erreicht. Dagegen könnte $NaHCO_3$ durch den CO_2-Gehalt des Regenerationsgases ausgefällt werden. Diese Gefahr würde erst aufhören, wenn

1) die Hauptmenge CO_3 "durch SO_3" verdrängt ist bezw.
2) wenn die ursprünglich eingespritzte Lösung statt ~ 11 % $NaOH$ bezw. ~ 15 % Na_2CO_3 nur ~ 5 bezw. ~ 7 % enthalten würde und die Temperatur der Lösung nicht unter 40° sinken würde. Eine derartige Senkung der Konzentration würde bei der eingangs berechneten maximal anfallenden S-Menge die Einspritzung von rund 12 t Lösung/Std erfordern. Da Pumpen für diese Menge nicht (bezw. bei nur wenigen Anlagen) vorhanden sind, müssen 2 Gefüsse für zwei verschieden konzentrierte Lösungen, die abwechselnd eingesetzt werden, oder beim Fahren mit zwei Pumpen für Wasser und die konzentrierte Lösung vorgesehen werden. Da stets 2 Pumpen vorhanden sind, ist die letztere Lösung vorzuziehen, da sie hinsichtlich Alkaliverbrauch und Apparatur die einfachere ist.

Es bleibt noch die Frage, ob durch Verdampfen von Wasser Salzausscheidungen bei höherer Temperatur eintreten können. Zu Grunde gelegt sei, daß 5 t Lösung rund 600 - effektiv - cbm (= 90 % des kolbendurchlaufenen Volumens einer Umlaufpumpe) Kreislaufgas je Stunde gefahren werden und die Dampfdruckerniedrigung durch gelöstes Salz bei 100° einer Temperatur-Erniedrigung von 2° und bei 120° einer solchen von 5° entspreche. Dann werden je Stunde bei 100° nur rund 400 kg = ~ 9 % und bei 120° C etwa 680 kg = ~15 % des vorhandenen Wassers verdampft. Es ergeben sich dann die Zahlen der folgenden Tabelle, denen weiter unten die Löslichkeiten lt. Anlage 1 gegenübergestellt sind:

Temp.	20°	100°	120°
Vorhanden g Salz **maximal** je 100 g Lösung			
Na OH	11,4	12,5	13,4
$Na_2 CO_3$	15,1	16,6	17,8
Na H CO_3	24,0	26,3	28,2
$Na_2 SO_3$	16,2	17,8	19,1
Zum Vergleich Löslichkeit (nach Anlage 1)			
Na OH	>40	>40	>40
$Na_2 CO_3$	16	29,6	28,6
Na H CO_3	8,7	19	22,0
$Na_2 SO_3$	21	23,3	~25

Demnach besteht auch bei erhöhter Temperatur bis 120° (selbst bei verdoppelter Gasmenge) und bei 30 000 cbm oder weniger Gas bis 140° und wahrscheinlich noch etwas darüber nur bei Na H CO_3 die Gefahr von Salzabscheidungen. Bei weniger Kreislaufgas könnte die Temperatur noch höher sein. Zur Temperatur von 120°C ist noch zu bemerken, daß es die Mischtemperatur von Gas und Flüssigkeit ist. Im folgenden wird überschlägig berechnet, wie hoch die Gastemperatur gewählt werden kann, damit sich 120° Gemischtemperatur bei 30° Temperatur der Na CO_3-Lösung einstellen:

5 t Lösung 30 → 120 °C	= 5000 . 90 . 1,0	= - 450 000 WE
680 kg Wasser verdampft	= 680 . 500	= - 340 000 WE
Lösungswärme für 420 kg SO_2	= 420 . 120	= + 50 000
Umsetzungswärme $Na_2CO_3 \rightarrow Na_2SO_3$	= 420 . 156	= + 65 000
Gesamt		- 675 000

Das Kreislaufgas in Menge von 30 000 cbm (gerechnet mit 50 atm Druck) bei einer Umlaufpumpen mit einer spez. Wärme von 0,35 WE/cbm braucht je 1°C somit 0,35 . 30 000 = 10 500 WE.

Um 120 °C Mischtemperatur nicht zu überschreiten, kann die Temperatur des Kreislaufgases bei 30 000 cbm Gas bis mindestens 184 °C ($\frac{675\,000}{10\,500}$ = 64 ° Δ T) und bei 60 000 cbm auch noch bis mindestens 168 °C ($\frac{1\,010\,000}{21\,000}$ = 48 ° Δ T) betragen, bevor die Gefahr von Salzabscheidungen außer $NaHCO_3$ besteht. Spritzt man 7 t statt 5 t Lösung ein, so erhöhen sich diese Temperaturen auf 202 bezw. 177 °C. Die Gefahr der Abscheidung von $NaHCO_3$ ist bei 100 und 120 °C kleiner als bei 20°, sodaß die zur Vermeidung von $NaHCO_3$-Abscheidungen bei gewöhnlicher Temperatur beschriebenen Maßnahmen hier erst recht ausreichen.

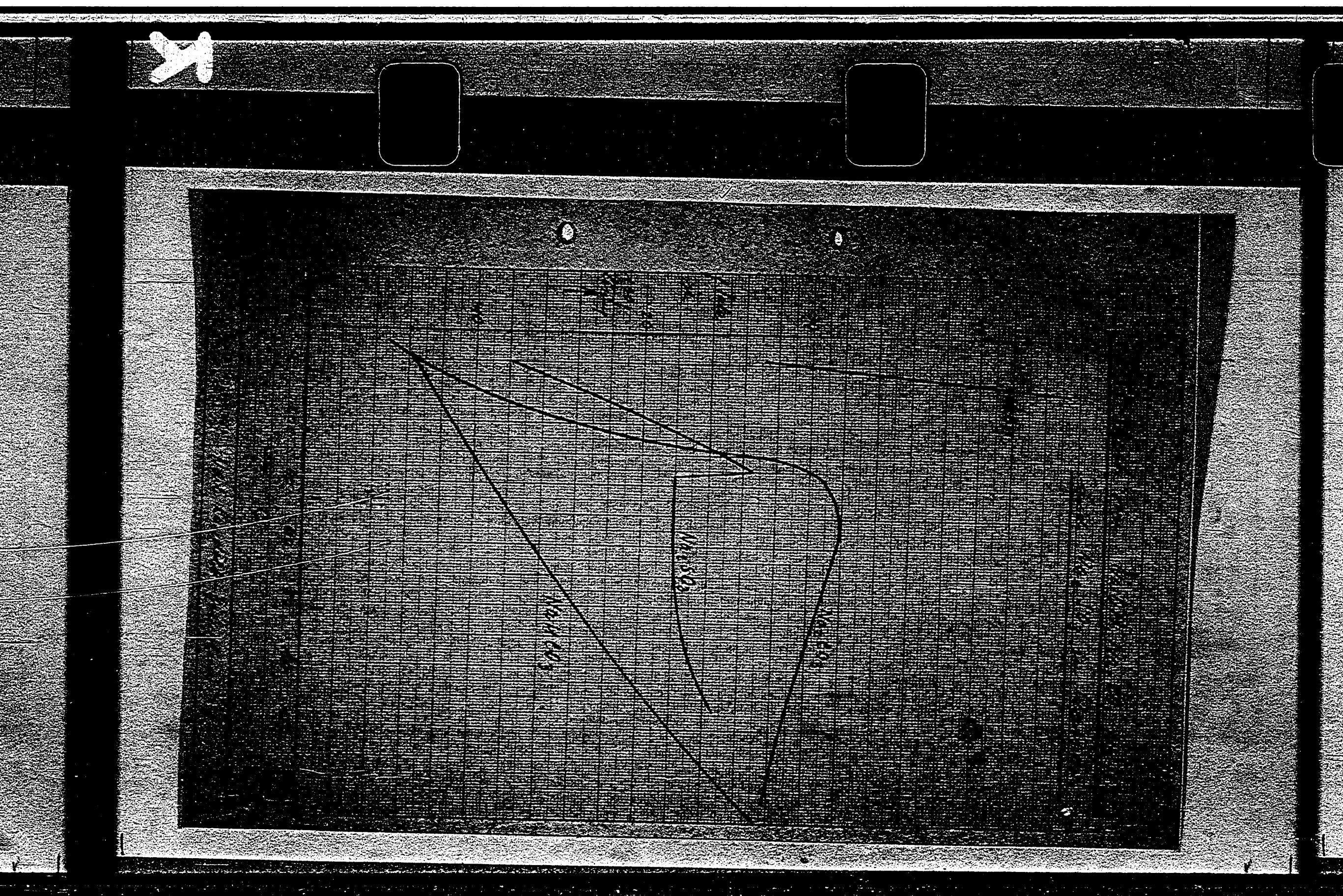
Schlußfolgerungen.

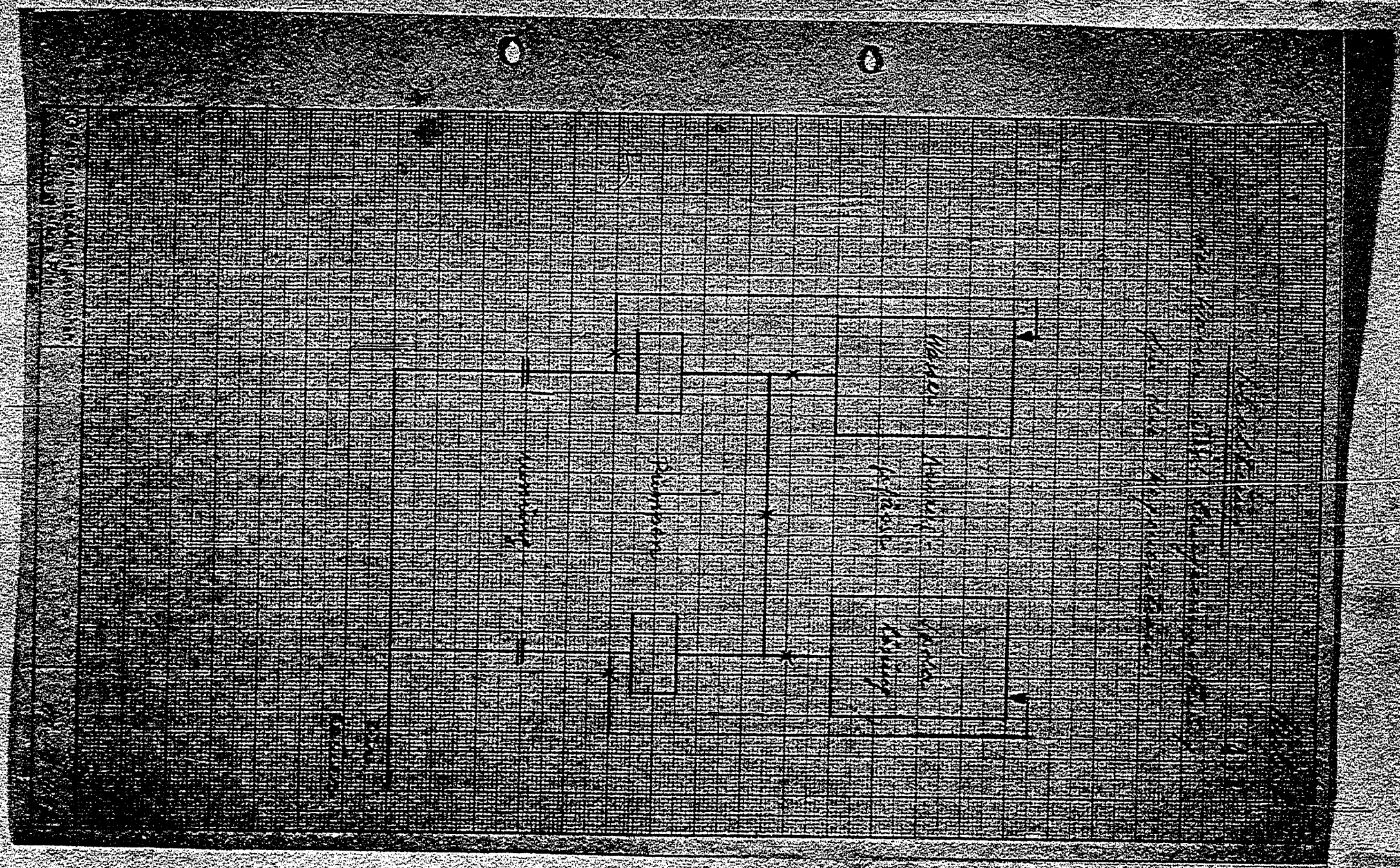
Auf Grund dieser Berechnungen ergibt sich für die Neutralisation das in Anlage 2 gezeichnete Schema für die Schaltung der Wasser- (bezw. Lauge-) Pumpen während der Regeneration. Diese Schaltung ermöglicht selbst die Beherrschung der maximalen Schwefelmenge (wie sie bisher bei weitem nicht erreicht wurde) bei sparsamsten Lauge- (Soda) Verbrauch. Die Arbeitsweise ist wie folgt:

Zu Beginn der Regeneration wird aus dem Wassergefäß Wasser (z.B. 2,5 - 3,5 cbm) oder ganz verdünnte, z.B. 0,5 % Sodalösung eingespritzt. Durch Titration wird der Gehalt des Abstreifers an nicht an SO_2 gebundenem Alkali festgestellt. Herr Dr. Wittmann arbeitet hierfür die beste, d.h. einfachste Methode aus, wahrscheinlich wird sich der Gehalt an freiem Alkali sogar mit einem einfachen Gerät

registrieren lassen. Danach wird die Menge der etwa 12 - 15%igen Na_2CO_3-Lösung mit der zweiten Pumpe gefahren. Gegebenenfalls muß die Sodalösung mit beiden Pumpen gefahren werden. Gegen Ende der Regeneration wird mit dem Zurückgehen der SO_2-Menge auch die Laugenmenge zurückgenommen und am Schluß kann mit reinem Wasser nachgespült werden. Das Verfahren dürfte sich, da Na_2CO_3- oder Na OH-Lösungen beliebiger Konzentration aufgewandt werden können, dem Schwefelgehalt verschiedener Benzine sehr gut anpassen lassen. Für Anlagen, die nur schwefelarme Benzine, z.B. Hydrierbenzine verarbeiten (oder größere Spülpumpen haben), genügt wohl die Anwendung einer einzigen verdünnten Sodalösung, wie sie bisher vorgeschlagen war.

gez. Donath


Ma 503
Ma 503
Ma 503



TITLE PAGE

2. DHD-Benzin, Qualitaet und Ausbeute,
Ka. 807 Lu.
DHD gasoline, quality and yield,
Ka. 807 Lu.

Frame Nos. 404 - 409

Fri. Dr. Höring

Kohlenwasserstoffe
Ka. 390.

18. Februar 1942. Do/Le.

404

DHD-Benzin, Qualität und Ausbeute, Ka. 390, Ka.

Zusammenfassung.

Auf Grund von 3 Berichten vom 5.2. und 25.7.1941 kann Qualität und Ausbeute für das im Januar verwendete Ausgangsmaterial der DHD-Anlage Ka (Ka. 301), das Anilinpunkt ca. 45,5 und Oktanzahl 61,5 hatte, angegeben werden.

Für die Qualität ergibt sich an eine Theriakekurve, die bei $\lambda = 1,1$ um 0,8 bis 0,4 atm über der der CV_3 liegt. Die Übereinstimmung mit den tatsächlich erhaltenen Theriakekurven, die bei $\lambda = 1,1$ etwa 0 bis 1 atm über CV_3 b RHM. liegen, ist gut. Im Vergleich hierzu ergab ein 40-Ktr.-Ofen ein rumänisches Benzin etwa aus Zohl 0 mit Anilinpunkt 48,4 und Oktanzahl 59 ein DHD-Benzin, das im Minimum etwa 2 atm über CV_3 RHM lag (vgl. Bericht vom 20.8.1941 Ke.10491).

Für die Ausbeute errechnen sich Werte von 70,4 bis 77,8 %, die etwas höher liegen als die im Januar erhaltene Ausbeute von 75 %. Eine Verbesserung der Ausbeute in Ka. 301 im Laufe des Betriebes ist daher noch zu erwarten.

Angaben über Qualität und Ausbeute am DHD-Benzin aus rumänischem Benzin enthalten die Zusammenstellungen „Flugbenzine und Hochleistungskraftstoffe aus rumänischem Öl" (Do. 3.3.41 Ke.16841) und „Herstellung von Hochleistungskraftstoffen nach dem DHD-Verfahren" (Do. 25.7.41 Ke. 19041).

1. Qualität.

Das Ausgangsmaterial der Kammer 301 bestand im Januar nach Mitteilung von Dr. Hirschberger aus

I. (22,5 %)	20 - 25 %	Schwerbenzin aromatisch	O.S. ca. 64
II.	40 %	" etwas besser als O. (halb paraffinisch)	O.S. " 60
III. (37,5 %)	35 - 40 %	Leichtbenzin D (paraffinisch)	O.S. " 52
		mittlere Oktanzahl	ca. 61,5

Die analytischen Daten der als Einspritzpr. zu verwendenden Schwerbenzinmischung sind nach Angabe von Dr. Steuenauer:

Spez. Gewicht	0,790
Anilinpunkt I/II	45,5/40
Siedebeginn	100°
+180°	50 %
+190°	80 %
Endpunkt	165°
Aromaten	10 %
Naphthene	27 %
Paraffine	55,5 %.
Olefine	0,5 %.

Setzt man ein, dass aus dem Leichtbenzin der Qualität D auf gesamtes Einspritzprodukt 15 % leichte Anteile abgetrennt würden, so ergibt sich, dass von gesamten DHD-Benzin 82,5 % aus X (oktanisch), 37,5 % aus II (etwas besser als G) und 41 % aus III (D) stammen, während es beim Restbenzin 16 % I, 27 % II und 57 % III sind.

Eine Berechnung der Restbenzinoktanzahl des DHD-Benzins ist an Hand der Abb. vor Seite 8 des Berichtes vom 25.7.1941 auf zwei Wegen, die im Anhang 1 näher ausgeführt sind, möglich. Der erste Weg beruht darauf, dass man dieser Abbildung die dort angegebenen Restbenzinoktanzahlen für die drei Rohstoffe entnimmt und mit dem Anteil der drei Benzinsorten am Restbenzin multipliziert. Der zweite, wahrscheinlich genauere Weg beruht darauf, dass man die Oktanzahl des Ausgangsmaterials auf 10 % Aromaten + Olefine und ca. 50 % +100° umrechnet. Der erste Weg gibt eine DHD-Restbenzin-Oktanzahl von 64,9 bzw. 65,9[1]), der zweite eine solche von 65,5. Die Übereinstimmung der beiden Berechnungsarten ist recht gut. Demgegenüber hat CV_g eine Restbenzin-Oktanzahl von 64.

Im folgenden wird die Grösse der Abweichung noch in atü Pmz im Minimum der Überladekurve ausgedrückt. Die Differenz zwischen Restbenzin-Oktanzahl 64 und 74 gleich 1R (vgl. den Bericht vom 25.7.1941, Abb. vor S. 8), entsprechend CV_g und DHD-Steinkohle

1) Die erste Zahl ergibt sich, wenn man von der Zusammensetzung des Restbenzins, die zweite, wenn man von der des gesamten DHD-Benzins ausgeht.

entspricht bei $\lambda \sim 1,1$ einer Differenz von ca. 2,7 atm P_{me} der Überladekurve, 1 Oktanzahl Änderung im Rostbenzin entspricht somit $\frac{2,7}{1,1} = 0,245$ atm P_{me} bei $\lambda \sim 1,1$. Für die obigen Rostbenzin-Oktanzahlen ergeben sich somit folgende Werte:

Rostbenzin O.Z.	Differenz gegen OV_g^{b+} Rohbenzin	atm P_{me} bei $\lambda \sim 1,1$ über OV_g^{b+}
64,9	0,9	0,2
65,7	1,7	0,4
65,8	1,8	0,4

Nach den eingangs erwähnten Berichten ist somit eine Überladekurve zu erwarten, die bei $\lambda \sim 1,1$ um 0,2 bis 0,4 atm über OV_g^{b+} liegt. Die tatsächlich erhaltenen Überladekurven liegen 0 - 1 atm über OV_g^{b+} RHM. Die Übereinstimmung ist also sehr gut.

E. Ausbeute.

Für die Berechnung der Ausbeute können ebenfalls zwei Wege beschritten werden. In dem Bericht vom 3.3.1941, S. 1 ist angegeben, dass die DHD-Benzin-Ausbeute bei rumänischem Destillat-Benzin aus ostmärkischem Rohöl 78 %, bei 51 C 76 und bei 51 D 74 % beträgt. Mit der oben gegebenen Zusammensetzung des Ausgangsmaterials unter Berücksichtigung der ungleichen Verteilung der Leichtbenzine errechnet sich (Vgl. Anlage 2) eine mittlere Ausbeute von 75,4 % DHD-Benzin mit 50 Vol.% Aromaten.

Der zweite Weg beruht auf der Benutzung der Abbildung 2 (vgl. S. 3) des Berichtes vom 23.7.1941, die eine Relation zwischen dem Anilinpunkt des verarbeiteten Schwerbenzins, auf etwa 10 % Aromaten bezogen, und der DHD-Benzinausbeute gibt. Der Anilinpunkt des Schwerbenzins ist 43,5 bei 10 % Aromaten. Ein solches Benzin verhält sich wie ein Benzin mit Anilinpunkt 48° und 10 % Aromaten. Für diesen Anilinpunkt gibt die erwähnte Abbildung eine DHD-Benzinausbeute von 77,2 %.

Im Monat Januar wurde in Kammer 601 eine Benzinausbeute von 75 Gew.% erhalten. Diese Zahl liegt gegenüber den auf Grund des bisherigen Materials berechneten Zahlen von 75,4 bezw. 77,2 % noch zu tief. Es ist zu erwarten, dass die Ausbeute der Kammer 601

[redacted]

noch völliger Inbetriebnahme die Destillation und Stabilisation
im Oppau wieder noch verbessert.

ges. Donath.

[redacted]

Anlage 2.

Berechnung der Restbenzinoktanzahl.

1) Die Restbenzin-Oktanzahl für DHD-Benzin aus paraffinbasem Benzin ist 62,5, aus halbparaffinbasem 64,6 und aus ostmaschem 75,8. (Vergl. Abb. V. S.8, Bericht vom 25.7.1941).
Mit den Anteilzahlen im Restbenzin bezw. in Klammer am DHD-Benzin (vgl. Bericht) ergibt sich:

62,5 . 0,57 (0,41) = 35,7 (25,6)
64,6 . 0,27 (0,575) = 17,4 (24,8)
75,8 . 0,16 (0,015) = 11,8 (1,0)

Oktanzahl des DHD-Restbenzins = 64,9 (65,7)

2) Das Benzin wird durch Entfernung von ca. 9 % Aromaten (Oktanzahl 90) und Zufügung von 20 Teilen Anteile -100° auf rund 10 % Aromaten und 50 % -100° gebracht:

	Fraktion Anteil	Fraktion Oktanzahl	Oktanzahl x Anteil / 100
Ausgangsmaterial	100	61,5	61,5
Aromaten	-9	90	- 8,1
Leichtbenzin -100°	+20	74	+14,8
Benzin 50 % -100° Endpunkt 150°, 10 % Aromaten	111	61,4	68,2

Der Oktanzahl 61,4 entspricht eine Restbenzin-Oktanzahl des DHD-Benzins nach Bericht vom 25.7.1941 Abb. 1 von 65,8.

Anlage 3.

Das Ausgangsmaterial besteht (vergl. diesen Bericht S. 2) aus 25,5 % Schwerbenzin oktanisch, 40 % Schwerbenzin C und 37,5 % Leichtbenzin D. Da nur das letztere Produkt leichte Anteile (ca. 15 %) enthält, geht in die Kammer ein Einspritzprodukt, das sich wie folgt zusammensetzt:

25,5	% Okt. Schwerbenzin	=	25,5 %
40	% Schwerbenzin C	=	40,0 %
34,5	% " D	=	34,5 %
85,0	%	=	100 %

Mit diesen Zahlen errechnet sich folgende Ausbeute:

25,5	x 0,75	=	20,7
40	x 0,75	=	35,5
34,5	x 0,75	=	19,4
DKW-Benzin-Ausbeute			75,4 %

Rechnet man direkt mit der Zusammensetzung der Ausgangsmischung ohne Berücksichtigung, dass nur D-Benzin mit leichten Anteilen vorhanden ist, so ergibt sich eine Ausbeute von 74,9 %.

Frl. Dr. Höring

Kohlenstoffversuche!!

4.Februar 1942 Do/Rb

Nr. 319

DHD-Kontakt-Aktivität.

Die DHD-Kontakte müssen in Anbetracht der Ungleichmäßigkeit der Tonerdequalität in 3 Gruppen geteilt werden (vgl. Bespr. v. 16.1.42). Hierfür sind folgende Bezeichnungen vorgesehen:

C (= Cyclisierungs-Kontakt)
D (= Dehydrierungs- ")
R (= Raffinations- ")

Diese Bezeichnungen sollen intern bleiben. Für die Füllung einer Einheitskammer mit rund 50 ohm Kontakt sind erforderlich

mindestens 20 ohm Kontakt C
(möglichst 30 " " C)
höchstens 9 " " R
Rest d.h. 11-Siebm " D

Kontakt R kann durch C oder D ohne Nachteil ersetzt werden.

Kontakt D kann Kontakt C nur unter mehr oder weniger großen Ausbeute- und Durchsatzverlust ersetzen.

Kontakt C kann Kontakt D in den meisten Fällen ohne Nachteil ersetzen.

799 Akt

- 2 -

Für die bisher hier vorhandenen DHD-Kontakte ergibt sich folgende Aufteilung:

Kontaktbezeichnung	Charge	Versand Nr.

Für die bisher hier vorhandenen DHD-Kontakte ergibt sich folgende Aufteilung:

Kontaktbezeichnung	Gruppe	Verbund No.
7360 Fam 803-882	Q	04401-04443 Reg 846-882 Kammer 801
" " 883-962	D	06446-06473, 05254-05280 Reg Kammer 801
" " 963-1042	Q	04708-04787
" " 1043-1122	D	04788-04797, 05281-05343, 05399-05405
" " 1123-1162	D	05406-05445
" " 1163-1242	R	05446-05480, 05569-05625
" " 1243-1282	R	05626-05664, 05943-05984
" " 1283-1322	R	05664-05677, 05905-05932
" " 1376-1455	R	05985-05988, 06474-06515, 06370-06403
" " 1456-1531	D	06403-06445, 06516-06530
" " 1532-1576	R	keine
7985 Fam 30- 69	R	
" " 70-110	D (notf.a)	
" " 122-134	D (notf.a)	
7380 " 1- 56	Q	1005-1044, 1069-1084
" " 57- 87	Q	1173-1203
" " 87-172	D (notf.a)	1203-1252, 1476-1510
" " 137-216	Q	1476-15[illegible]
" " 217-256	D	1751-1795
" " 257-286	D	1914-1945
" " 287-331	R	2164-2208
" " 332-376	D	02484-02528
" " 377-401	R	02529-02553
" " 402-481	R	03489-03564
" " 482-522	Q	03859-03898
" " 522-561	R	03899-03938
" " 562-601	Q	04064-04107
" " 602-682	Q	04108-04187
" " 683-762	R	04187-04226, 04316-04356
" " 763-800	Q	04356-04395

Die Anlage enthält die Kontaktsendungen, die nach Mitteilung von Dr. V. Filner nach Pfäffe und Scholven gegangen sind.

gez. Donath

" Hommermacher

Anlage.

7350 - Lieferungen für Werke mit DHD-Anlagen.

Werk	Datum d. Liefg.	Verw. Nr.	Gruppe	Bemerkung
Scholven	31.10.40	1005-1044 1069-1084	C	für Qv_2 b eingesetzt.
"	12.3.41.	02529-02553	R	" Qv_2 b eingesetzt.
"	14.12.41.	5905-5988 (84 P)	R	
	24.12.41.	5588-5677 (90 P)	R	
	8.1.42.	6370-6445	bis 6403R ab 6404D	40 P
	19.1.42.	6446-6530	R	
Pölitzer	13.11.40.	1173-1252	D bis C	
	5.1.41.	1476-1555	C	
	23.1.41.	1756-1795	D	
	30.1.41.	1914-1943	D	7 cbm Kammer 21, 4cbm frei
	29.5.41.	3485-3564	D	
	19.6.41.	3859-3938	D	8cbm (3859-3898) frei. 8cbm Kammer 21
	4.7.41.	4069-4149	40FP/40FQ	8cbm Kammer 21, 6cbm frei (4069-4108). 8cbm (4109-4149) Kam. 21
	10.7.41.	4150-4228	40FQ/40FD	(4150-4189) 8cbm Kammer 21 Rest 8 cbm frei
	28.7.41.	4316-4395	40FD/40FP	16 cbm frei

Hochdruckversuche
Zu 750

Ber 25. Juli 1943 Da/Ty

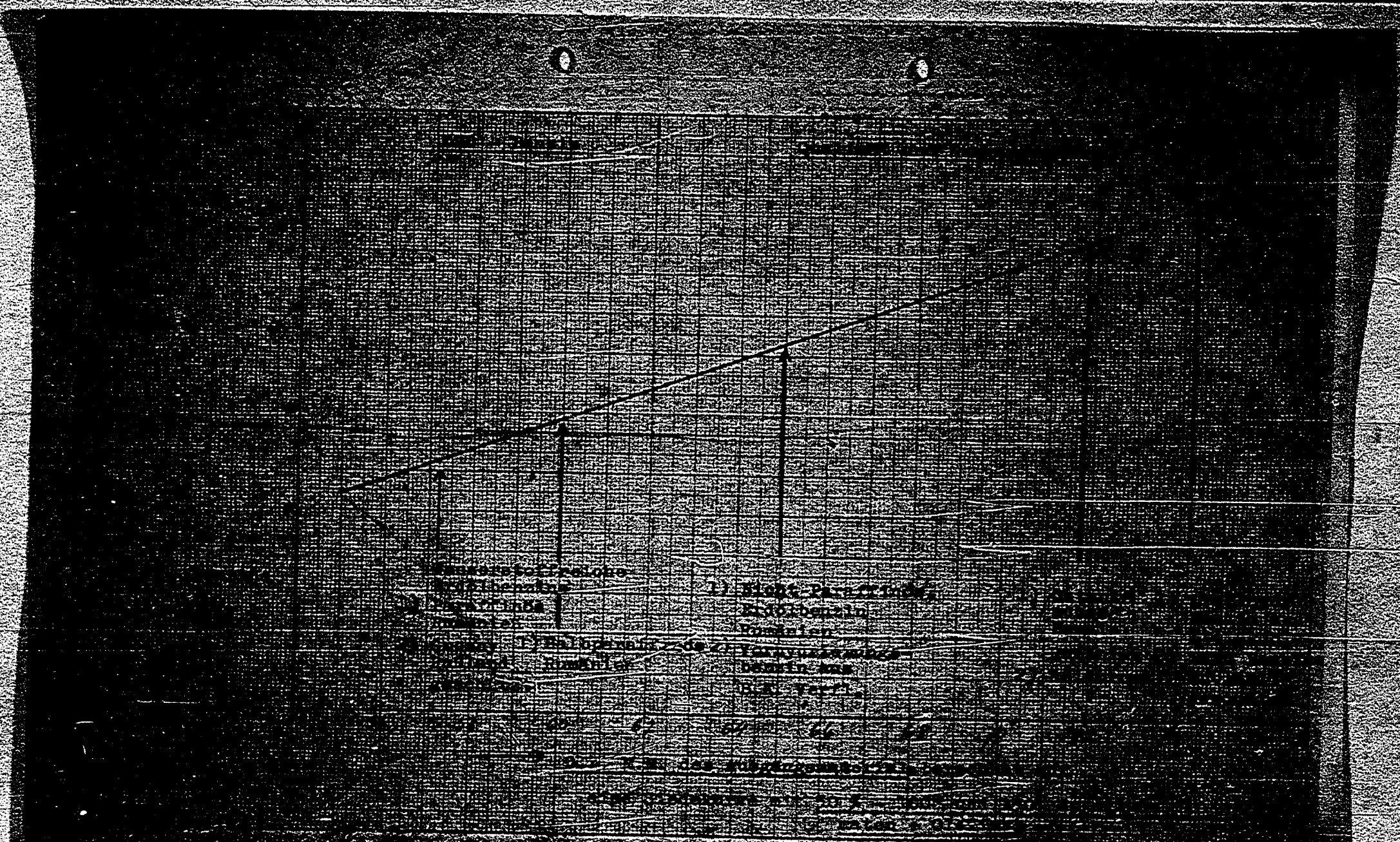
Herstellung von Hochleistungskraftstoffen nach dem DHD-Verfahren.

Die Herstellung von aromatenreichen Hochleistungsbenzinen nach dem DHD-Verfahren soll nach dem neuen Göring-Plan in verstärktem Maße erfolgen. Die technische Anwendbarkeit des Verfahrens ist inzwischen durch den erfolgreichen Betrieb einer DHD-Kammer in Pölitz seit März dieses Jahres erwiesen. Diese Kammer wurde zwecks schneller Gewinnung von grosstechnischen Erfahrungen bis zu einem gewissen Grade behelfsmässig eingerichtet. Sie hat eine Einspritzung von 7-8 t/Std., während für die neuen Anlagen Kammern mit einer Einspritzung von 17-20 t/Std. vorgesehen sind. Die bisherigen Ergebnisse dieser Pölitzer DHD-Kammer entsprechen bisher weitgehend den nach klein- und halbtechnischen Versuchen erwarteten.

Für den Bau und die Rohstoffversorgung der neuen Anlagen müssen die Qualität und die Ausbeute des erzeugten DHD-Benzins sowie die optimalen Arbeitsbedingungen für einen möglichst weiten Rohstoffbereich bekannt sein. Im folgenden werden hierfür Unterlagen auf Grund von Versuchen in einer halbtechnischen Apparatur von 1000 Ltr. Kontaktvolumen und von Kleinversuchen an 30 bis 100 und zum Teil auch 1 Ltr.-Öfen gegeben.

Die Qualität (Überladeleistung) der DHD-Benzine hängt vom Gehalt an Aromaten und der Klopffestigkeit des Restbenzins ab. Während der Gehalt an Aromaten sich weitgehend (unter entsprechender Veränderung der Ausbeute) durch die Arbeitsbedingungen einstellen lässt, hängt die Qualität des Restbenzins in erster Linie vom Ausgangsmaterial ab. Je klopffester dieses ist, umso klopffester ist auch das DHD-Benzin bei gleichem Aromatengehalt und umso höher ist seine Überladeleistung.

Einen Anhaltspunkt für die Abschätzung der Qualität der DHD-Benzine gibt die beiliegende Abbildung 1. Es wurde, um Vergleichbarkeit zu erhalten, angenommen, dass stets auf ein DHD-Benzin mit 50 Vol.% Aromaten gearbeitet wird. Die Qualität wurde durch die Überladeleistung nach der derzeitigen Bestimmungsmethode bei 130°C ausgedrückt und zum Vergleich die Überladeleistung der Bestandteile


1) Licht-Permeabilität
Rhodibenzolin
Benzolen
2) Verunreinigungen
benzolin aus
B.A. Verfl.
Benzolfraktion
Rhodibenzolin
Benzolen
1) Schlagprobe
Benzolen

TITLE PAGE

3. Dehydrierung bei 50 und 15 atm.
Kostenvergleich.
Dehydration at 50 and 15 atm.
Comparison of costs.

Frame Nos. 410 - 421

Hochdruckversuche
Lu 558

16.Oktober 1940 Do/Pz

(11)

Frl. Dr. Höring

Dehydrierung bei 50 und 15 atm.Kostenvergleich.

Im 100 Liter-Ofen (vgl. Bericht Donath vom 19.8.1940,172331)[1] wurde über Vergleichsversuche zur Dehydrierung von Schwerbenzinen vom Anilinpunkt 41,8 -53,6°C bei 50 und 15 bezw. 20 atm Gesamtdruck berichtet. Die wichtigsten Ergebnisse dieser Versuche auf ein Produkt mit 62 % Aromaten umgeschätzt enthält Anlage 1. Danach sind die Produktausbeuten bei 50 und 15 atm gleich, das 50 atm-Produkt enthält jedoch mehr Niedrigsiedendes, d.h. weniger Destillationsrückstand und ist etwas klopffester. Ausserdem ist bei 50 atm diem Gasbildung grösser und entsprechend die Koksbildung kleiner, was längere Cyklen ermöglicht. Das 50 atm-Produkt ist gesättigt und erfordert keine Raffination mehr, während das 15 atm-Produkt noch eine H_2SO_4-Raffination mit geschätzt 2 % Verlust erfordert.

In Anlage 2 sind die Kosten der Dehydrierung bei 50 und 15 atm für eine Anlage mit 160 000 t/Jahr Durchsatz berechnet. Diese Zahlen sind vielleicht in ihrer absoluten Höhe nicht ganz richtig, ermöglichen jedoch einen Vergleich der beiden Drucke. Danach sind bei 50 atm die Spesen kleiner, dies liegt trotz etwas höherer Anlagekosten an einem kleineren Energieverbrauch (weniger Koks und daher weniger Luft für die Regeneration) und an niedrigerem Kontakt- und Chemikalien-Verbrauch (kürzere Regenerationszeit und keine H_2SO_4-Raffination).

Kombiniert man die Ausbeuten der Anlage 1 mit den Spesen der Anlage 2 so erhält man die Zahlen der folgenden Tabelle:

1) Ferner vom 28.8.1940 (172621) und vom 12.9.1940 (173001).

AF-841

Schwerbensin	5058 Me AP 42°		6434 Me AP 48,5°		Erdöl Ost-Texas AP 540	
Arbeitsdruck atm	50	15	50	15	50	50
Gew.% Ausbeute (vgl. Anl. 1)						
Benzin	79,8	79,4	75,0	72,7	74,1	71,7
Redest. Rückst.	4,2	4,6	4,0	6,3	3,9	6,3
Gas	15,6	14,4	20,6	18,7	21,8	21,5
Koks	0,4	1,6	0,4	2,3	0,2	0,5
Kosten je t Ausgangsmaterial						
Ausgangsmaterial à 200.-RM	200.-	200.-	200.-	200.-	200.-	200.-
Spesen (vgl. Anl. 2)	20,60	21,45	20,60	21,45	20,60	21,45
Summe	220,60	221,45	220,60	221,45	220,60	221,45
Gutschrift:						
Gas à 0,4 Pfg/ 1000 WE	6.90	6.40	9.-	8.20	9.60	9.50
Redest. Rückstand 150.-RM/t	6.30	6.90	6.-	9.45	5.85	9.45
Summe	13.20	13.30.-	15.-	17.65	15.45	18.95
Gesamt RM/ t Ausgangsmaterial	207,40	208,15	205,60	203,80	205,15	202,50
Gesamt RM/t DHD-Benzin	259,50	262.-	274.-	280.-	277.-	282,50
2% Raffinations-verlust bei 15 atm eingesetzt: RM/t Fertigbenzin	259,50	267.-	274.-	285.-	277.-	288.-

Demnach ist das von vornherein bei 50 atm gesättigt anfallende dehydrierte Benzin, wenn man den Verlust bei der Raffination des 15 atm-Produktes mit H_2SO_4 nicht einsetzt, um 2,50 bis 6.- RM billiger als das 15 atm-Benzin; die entsprechenden Zahlen bei 2 % Raffinationsverlust mit H_2SO_4 für das 15 atm-Benzin sind 7,50 bis 11.-RM/ t dehydriertes Benzin.

Auch für wasserstoffärmere Benzine, z.B. aus der Aromatisierung werden sich ähnliche Zahlen ergeben. Bei wasserstoffreicheren Benzinen, z.B. vom Anilinpunkt über 50-55° könnte in manchen Fällen (Benzine mit viel Anteilen -100°C) die stärkere Spaltung bei 50 atm zu höheren Gas- bezw. Stabilisierungsverlusten mit Rücksicht auf den Dampfdruck führen.

Bei Krackbenzinen wird das 50 atm-Verfahren ebenfalls überlegen sein, da durch einen unmittelbar vorgeschalteten Kontakt eine Aufhydrierung ohne besondere Kosten (abgesehen von einem vielleicht eintretenden Wasserstoffverbrauch) erfolgen kann.

Zusammenfassend ergibt sich nach dem bisher vorliegenden Material eine Überlegenheit der Dehydrierung bei 50 atm gegenüber der bei 15 atm bezw. 20 atm hinsichtlich Kosten, Benzinausbeute und Produktqualität. Lediglich in manchen Fällen bei sehr wasserstoffreichen Benzinen mit hohem Gehalt an leichten Anteilen könnte möglicherweise ein Arbeiten bei niedrigerem Druck vorteilhaft sein.

gez. Donath

2 Anlagen.

Dehydrierung von Schwerbenzinen bei 50 und 15 bezw. 20 atm.

Schwerbenzin	5058 Me		6434 Me		OstTexas Benzin	
Ausgangsmaterial						
Spez. Gewicht	0,786		0,799		0,767	
Anilinpunkt °C	41,8		48,5		53,6	
Siedebeginn °C	86		100		110	
% -150°C	56,5		38,0		53,5	
% -180°C	83,5		83		78,2	
Endpunkt °C	204		200 1)		235	
Gesamtdruck atm	50	15	50	15	50	20
Durchsatz	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Cyklusdauer	36	8	36	8	30 2)	8
Ausbeute Gew.%						
Produkt C_4	84	84	79	79	78	78
H_2-C 1-4	15,6	14,4	20,6	18,7	21,8	21,5
Koks	0,4	1,6	0,4	2,3	0,2	0,5
Produkt:						
Spez. Gewicht	0,802	0,814	0,802	0,812	0,790	0,792 1)
% -100°C	27	22	21	15	18(?)	20
Endpunkt °C	250	250	235	260	245	253
% Aromaten	62	62	62	62	62	62
% Redest. Ausbeute ca.	95	94,5	95 1)	92 1)	95 1)	92 1)
davon spez. Gew.	0,794	0,805	0,784	0,790	ca 0,775	0,786
Anilinpunkt °C	-5	-6	1,5	4	-2	+1,5
% -100°C	34,5	28,0	24	18	30	20,0
% -150°C	81,0	69	75	70	86,5	73,5
% -180°C	93,0	89,0	94	94	95,0	93,5
Endpunkt °C	(200)	(207)	ca 200	ca 200	200	200
% Aromaten	62,0	62	ca 60 1)	ca 60 1)	61	61
Jodzahl	1,7	4,5	1,5	6,0	1,5 1) (6,8) 3)	6,0 1) (12,9) 3)
O.Z. Research	96	ca. 93	96	94	ca. 93	92
Motor	82	ca. 80	81,5	81	ca. 82	81,5
"+0,12 Pb	91,5	ca. 90	90	89	ca. 92,5	92,5

1) ungeschätzt
2) geschätzt nach Koksmenge
3) In Klammer ohne Raff. Ofen.

Anlage 2

Vergleich der Kosten der Dehydrierung bei 50 und 15 atm.

Nach Bilanzen vom 14.8.1940 für 5058-Schwerbenzin Me AP 42° und Anlage- und Energiekostenschätzungen (Hübner 20.8., 9.9. und 16.9.1940) ergeben sich für eine Anlage für 150 000 t/Jahr Schwerbenzin-Durchsatz folgende Zahlen[1]:

Gesamtdruck atm	50		15	
Anlagekosten RM	7 200 000.-		6 400 000.-	8,9
Spesen RM/Std.				
NDD 5 t/Std. à 1,50	7,50		7,50	
HDD 12,5 t/Std. à 2,50	31,20		31,20	
Strom 3550 bezw. 4600 KWh à 1,5	53,20		69,00	
Heizgas 8,5.10⁶ WE à 0,4/1000 WE	34.-		34.-	
Kühlwasser 650 cbm à 1,0	6,50	132,40	6,50	148,20
Kontakt 72 bezw. 80 cbm à 6000.-RM 1 Jahr	54.-		60.-	
Raffination mit H_2SO_4 0 bezw. 0,16 t/Std.+ 0,1 % NaOH	2,40		18,40	
Löhne: 25 Mann/Schicht à 1.-	25.-		25.-	
70% Zuschlag Gehälter etc.	17,50	98,90	17,50	120,90
Amortisation+Reparaturen + Verzinsung 20%	180.-	180.-	160.-	160.-
Summe RM/Std.		411,30		429,10
RM/t Durchsatz		20,60		21,45

1) Die Zahlen dienen nicht zur Berechnung der absoluten Betriebskosten, sondern zum Vergleich der beiden Drucke.

Vergleich der Energien für eine Dehydrierung von 160 000 t Jahr Schwerbenzin bei 50 bezw. 15 atm Betriebsdruck (Vorarbeitungsgang vom 14. 8. 40, Anlagekostenschätzung vom 20. 8. 1940)

a) Energien für die gesamte Anlage, d.h. Vordestillation, Maschinenhaus, Kammeranlage, Redestillation, Raffination, Stabilisierung und Tanklager.

		50 atm	15 atm
ND-Dampf	t/h	1-8	1-8
HD-Dampf	t/h	10-15	10-15
Elektr. Energie	H-Sp kW	2300-3800	3500-5000
" "	N-Sp kW	400- 600	250- 400
Heizgas	Kcal/h	$7-10 \cdot 10^6$	$7-10 \cdot 10^6$
Kühlwasser	m^3/h	550-700	550-700

b) Energien nur für Maschinenhaus und Kammeranlage

ND-Dampf	t/h	1-4	1-4
HD-Dampf	t/h	-	-
Elektr. Energie	H-Sp kW	2300-2800	3500-5000
" "	N-Sp kW	300- 400	150- 250
Heizgas	Kcal/h	$7-10 \cdot 10^6$	$7-10 \cdot 10^6$
Kühlwasser	m^3/h	200-250	200-250

HOCHDRUCKVERSUCHE
Lu 558

9. September 1940 Fe/11

Vergleich der Anlagekosten für eine Dehydrierung von 160 000 t pro Jahr Schwerbenzin bei 50 bezw. 15 atm Betriebsdruck und für die DHF-Anlage zur Verarbeitung von 80 000 t pro Jahr rumänischen Benzins in Moosbierbaum bei einem Betriebsdruck von 35 atü.

(Siehe Aktennotiz vom 20. 8. 40 und Programm Me 79 177 A)

	Dehydrierung 50 atü		Dehydrierung 15 atü		DHF-Anlage 35 atü
Vordestillation	28 t/h	600 000	28 t/h	600 000	14 t/h 250 000
Maschinenhaus		1 450 000		1 300 000	1 350 000*
Kammeranlage	36 cbm	3 150 000	40 cbm	2 300 000	42 cbm 2 000 000
Redestillation	16,8 t/h	500 000	16,8 t/h	500 000	12 t/h nicht geschätzt
Raffination		-	16,5 t/h	200 000	12 t/h nicht geschätzt
Stabilisation	16,5 t/h	450 000	16,5 t/h	450 000	16,5 t/h 450 000**
Tanklager		500 000		500 000	580 000**
Rohrleitungen		550 000		550 000	-***
Elektrische Installation, Meßinstrumente		-***		-***	460 000
Unvorherges.					
Leichtbenzin-Stabilisation		-		-	50 000
Pumpenhaus mit Leitungen zur Donau		-		-	170 000
Geländeaufschluß		-		-	150 000
Gasometer		-		-	400 000

* = einschließlich Kreislaufgaswäsche
** = anscheinend gleich für die Erweiterung ausgelegt
*** = in den anderen Posten mitenthalten

N 1268

HOCHDRUCKVERSUCHE
Lu 558

20. August 1940 Fe$_{11}$

(41)

Vergleich der Anlagekosten für eine Dehydrierung von 160 000 t pro Jahr Schwerbenzin bei 50 bzw. 15 atm Betriebsdruck.

(Verarbeitungsgang vom 14. August 1940)

	Betriebsdruck 50 atm	Betriebsdruck 15 atm
1. Vordestillation (Herausschneiden der Fraktion 90-180°)	600 000	600 000
2. Maschinenhaus		
Baulicher Teil	320 000	320 000
Kran	35 000	35 000
Einspritzpumpen einschl. Motor Wasserpumpe, Behälter usw.	110 000 (2+1 à 20-24 t/h)	50 000 (2+1 à 50 t/h)
Gasumlaufpumpen einschl. Motor	340 000 (2 + 1 à 26 000 m³/h)	290 000 (2 + 1 à 26 000 m³/h)
Luftkompressor einschl. Motor	280 000 (2 à 1600 m³/h)	300 000 (2 à 6000 m³/h)
Verschiedene Behälter	15 000	15 000
HD-, ND-Leitungen	130 000	90 000
Betriebskontrolle	90 000	90 000
Elektrische Installation	50 000	50 000
Unvorhergesehenes	80 000	60 000
	1 450 000	1 300 000

17209r

	Betriebsdruck 30 atm	15 atm
3. Kammeranlage (2 Kammern)		
Baulicher Teil	240 000	240 000
Öfen	635 000 (8 à 9 m3)	350 000 (6 à 13,3 m3)
Regeneratoren	355 000 (4 à 200 m2)	180 000 (4 à 200 m2)
Kühler	130 000 (2 à 200 m2)	80 000
Abstreifer	55 000	40 000
Gasvorheizer	800 000	600 000
Gebläse	185 000	150 000
Abscheider f. Umlaufp.	100 000	80 000
Speicherbehälter	95 000 (4 à 10 m3)	100 000 (4 à 20 m3)
Betriebskontrolle	40 000	40 000
HD-, ND-Leitungen	340 000	300 000
Elektrische Installation	20 000	20 000
Unvorhergesehenes	155 000	120 000
	3 150 000	2 300 000
4. Redestillation	500 000	500 000
5. Raffination Waschung mit H_2SO_4 u. H_2O	-	200 000
6. Stabilisierung	450 000	450 000
7. Tanklager	500 000	500 000
8. Rohrleitungen	550 000	550 000

Zusammenstellung:

	Betriebsdruck 50 atm	Betriebsdruck 12 atm
1. Vordestillation	600 000	600 000
2. Maschinenhaus	1 450 000	1 300 000
3. Kammeranlagen	3 150 000	2 300 000
4. Redestillation	500 000	500 000
5. Raffination	-	200 000
6. Stabilisierung	450 000	450 000
7. Tanklager	500 000	500 000
8. Rohrleitungen	550 000	550 000
	7 200 000	6 400 000

Hochdruckversuche
Lu 558

Frl. Dr. Häring
14.8.40. Do/Pf. 420

Dehydrierung von Schwerbenzin

Vergleich von 50 und 15 atm Gesamtdruck [1)]

Die folgenden Zahlen sollen als Grundlage für eine vergleichende Anlagekostenschätzung dienen.

Arbeitsdruck atm	50	15
Schwerbenzin Durchsatz Jatos	160 000	160 000
Betriebsperiode		
Dauer St.	36	8
Temp. Ofen Eintritt °C	ca. 540°	ca. 540°
max. Temp.-Abfall	30°	30°
Temp. Raff.-Ofen °C	ca. 300	--
Wärmetönung WE/kg D'sts	- 40	- 70
% Koks/Einspritzung	0,4	1,6
cbm Kreislaufgas je kg Einspritzung	0,85	0,55
Je 1 Stuto Einspritzung (nur Betriebsperiode)		
cbm DHD Kat.	2,0	2,0
" Raff. "	0,67	0,0
	2,67	2,0
Produktanfall Jatos	134 000	134 000
Raff. Verlust bei Raff. mit 1 % konz. H_2SO_4 Jatos (Nachwaschung mit H_2O-Lauge)	nicht nötig	1 300 t
Redestillation und Stabilisierung Jatos	134 000	132 700
Redest.-Rückstand Jatos	7 000	8 700
Fertigbenzin (62 % Aromaten) Jatos	127 000	124 000
Regenerationsperiode		
Eintrittstemp.	400°	400°
Endtemperatur	570° (evtl. mehr)	570 (evtl. mehr)
Luftbedarf cbm je 1 Tonne durchgesetztes Produkt	45	180

17179

1) Nach Versuchen im 100 Ltr.-Ofen vom 3.-22.6.40 mit P 1424.

Setzt man ein, daß die Regeneration bei 50 atm in 12 Stunden [1] beendet ist und nimmt an, daß sie sich bei 15 atm in 8 Stunden (das ist hinsichtlich Druckdifferenz nachzuprüfen) durchführen läßt, wobei jeweils 50 % der Anlage in Betrieb und 50 % in Reg. ist, so ergeben sich folgende Zahlen, wobei in beiden Fällen angenommen wurde, daß die Anlage aus 2 Kammern besteht.

Arbeitsdruck	50 atm	15 atm
Zahl der Kammern	2	2
Durchsatz/Kammer t/Std.	13,5	20,0
Max. Durchsatz der Anlage %/Std.	27,0	20,0 (40)[2]
Kreislaufgas/Kammer cbm/Std.	11 500	11 000
Max. Kreislaufgas der Anlage cbm/Std.	23 000	11 000 (22 000)[2]
Katvol. je Kammer		
a) für Dehydrierung cbm	27	40
b) " Raff. b. 300° cbm	9	--
	36	40
Zwischenaufheizung	2 mal (vor Ofen 2 u. 3)	zu bestimmen
Gesamtluftbedarf je Reg.-Periode u. Kammer	21 500	19 500

gez. Donath

1) Vgl. Schema N 3669 d 8 v. 22.7.40 für DHD Pölitz

2) Die Klammerzahlen werden benötigt, falls beide Kammern teilweise auch gleichzeitig in Betrieb sein sollen.

TITLE PAGE

4. Fliegerbenzin aus estnischem Schieferoel.
Aviation spirit from Estonian shale oil.

Frame Nos. 422 - 426

Hochdruckversuche
Do/Lu 558

28. Nov. 1939. Pf.

Fliegerbenzin aus estnischem Schieferöl.

Bilanz mit 7360-Dehydrierung.

422

Nachstehend ist unter 1. eine Bilanz für die Benzinierung von estnischem a + s-Mittelöl mit K 6719/6434 und unter 2. eine Bilanz mit eingeschalteter Dehydrierung bei 15 atm H_2-Druck (= etwa 30 atm Gesamtdruck) gegeben. Die Dehydrierungsbilanz basiert auf Versuchen in 1-Ltr.-Öfen [1]. Die beiliegende Abbildung bringt ein Fliessschema beider Arbeitsweisen. Die Hauptzahlen der Bilanzen enthält folgende Tabelle:

Arbeitsweise	6719/6434-Benzinierung	6719/6434-Benzinierung + 7360 Dehydrierung
Auf 1 t a + s-Mittelöl:		
kg Fliegerbenzin	805	775
cbm H_2	570	540
WE Hydgas	$2,0 \cdot 10^6$	$2,2 \cdot 10^6$
Je 1 Stuto a + s-M'öl		
cbm 6719 Katvolum (300 atm)	1,0	1,0
cbm 6434 " " "	1,2	0,7
cbm 7360 " (30 atm)	--	1,6
Benzineigenschaften:		
Spez. Gewicht	0,715	0,78
% - 100° C	60	40
Ep. ° C	150	170 - 180
% Aromaten	10	50
% Olefine	1	2
O.Z. Res.-Meth.	69	87
Mot.-Meth.	68	78
" " + 0,09 PB	85	89

1) Hauptsächliche Abweichung dürfte der fehlende Gaskreislauf sein, dadurch dürften aber keine grossen Änderungen entstehen beim Übergang zum technischen Arbeiten.

Die Verbesserung des Benzins durch Dehydrierung hinsichtlich O.Z. und Aromatengehalt zeigt die Tabelle.

Zu dem Kat.-Volum der 7360-Dehydrierung ist zu bemerken, dass es sich auf Arbeiten im Schleusenofen bezieht, bei Regeneration im Ofen sind 2 Öfen je 1,6 cbm erforderlich. Der Durchsatz bei der Dehydrierung wurde mit 0,5 eingesetzt.

Neuere Versuche zeigten, dass man bei höherer Temperatur (es wurde bei 502° gearbeitet) ohne weiteres Durchsatz 1,0 anwenden kann. Setzt man dies ein, so ist nur die Hälfte des oben eingesetzten Ofenvolumens erforderlich.

Auf Kosten der Ausbeute kann naturgemäss der Aromatengehalt im Anfallprodukt noch höher getrieben werden.

In den oberen Fraktionen des dehydrierten Produktes ist der Aromatengehalt ebenfalls höher, z.B. haben von dem 577 kg Dehydrierungsprodukt -170° (vgl. Bilanz 2) die oberen 60 % die von 100 - 170° sieden einen Aromatengehalt von ca. 65 % und die oberhalb 140° bis 170° siedenden etwa 30 % einen Aromatengehalt von etwa 80 %.

Beim Verarbeiten von Steinkohleverflüssigungs-Mittelöl der Sumpfphase wird der Verarbeitungsgang und die Ausbeute in beiden Fällen ähnlich. Das bei der Benzinierung erhaltene Benzin hat O.Z. R.M. 75, M.M. 73 und M.M. mit 0,09 Pb 86. Bei ausgiebiger Dehydrierung des Schwerbenzins mit K 7360 wird roh geschätzt der Aromatengehalt des gesamten Benzins -170° etwa 60 % rein und die O.Z. R.M. 92, M.M. 83 und M.M. + 0,09 Pb 91 sein.

gez. Donath

1) Vgl. Abb. 2

1) Benzinierung 6719/6434 auf L Bi - 150°.

1 000 kg a + s-Mittelöl

↓ Vorhydrierung 6719 Durchsatz 1,0

965 kg Abstreifer

Dest.

3 Dest. Verl.

200 Benzin -150

762 M'Öl > 150

(1165 kg Kinspritzung)

↓ 6434 + Dest. auf Bi 150° 20 % Vorh., Leistung 0,5
60 % Konc.

(1010 kg Abstreifer)

2 kg Verl.

605 kg Benzin -150°

(403) kg b-M'Öl

805 kg Gesamtbi Spez. Gew. 0,7[illegible], 60 % - 100°,
O.Z. M.K. 68 mit Pb 85

H_2 - Verbrauch 570 cbm / t a + s-M'Öl (davon 340 cbm in Vorhydrierung)

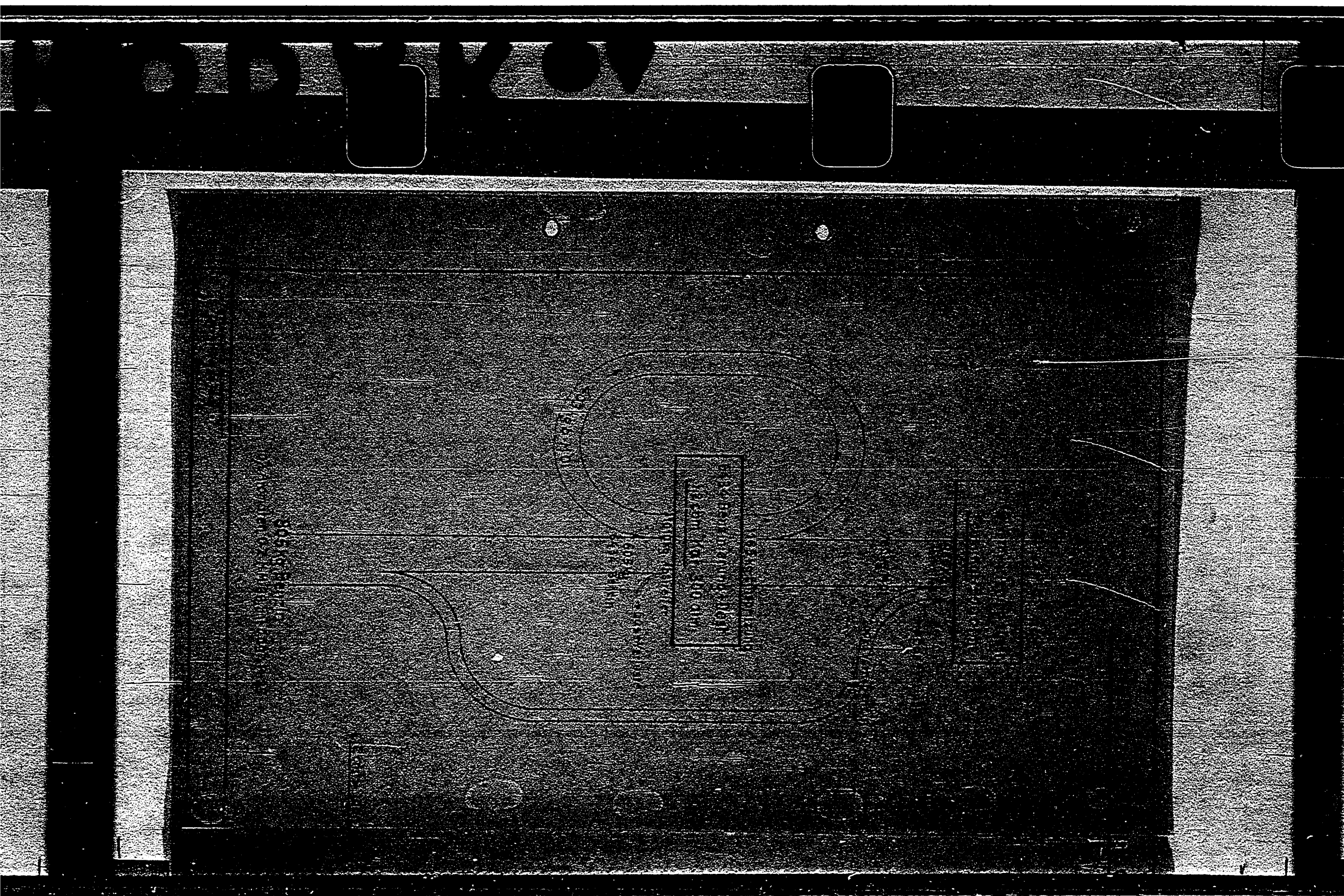
Hyngas 2,0 · 10^6 WE / " "

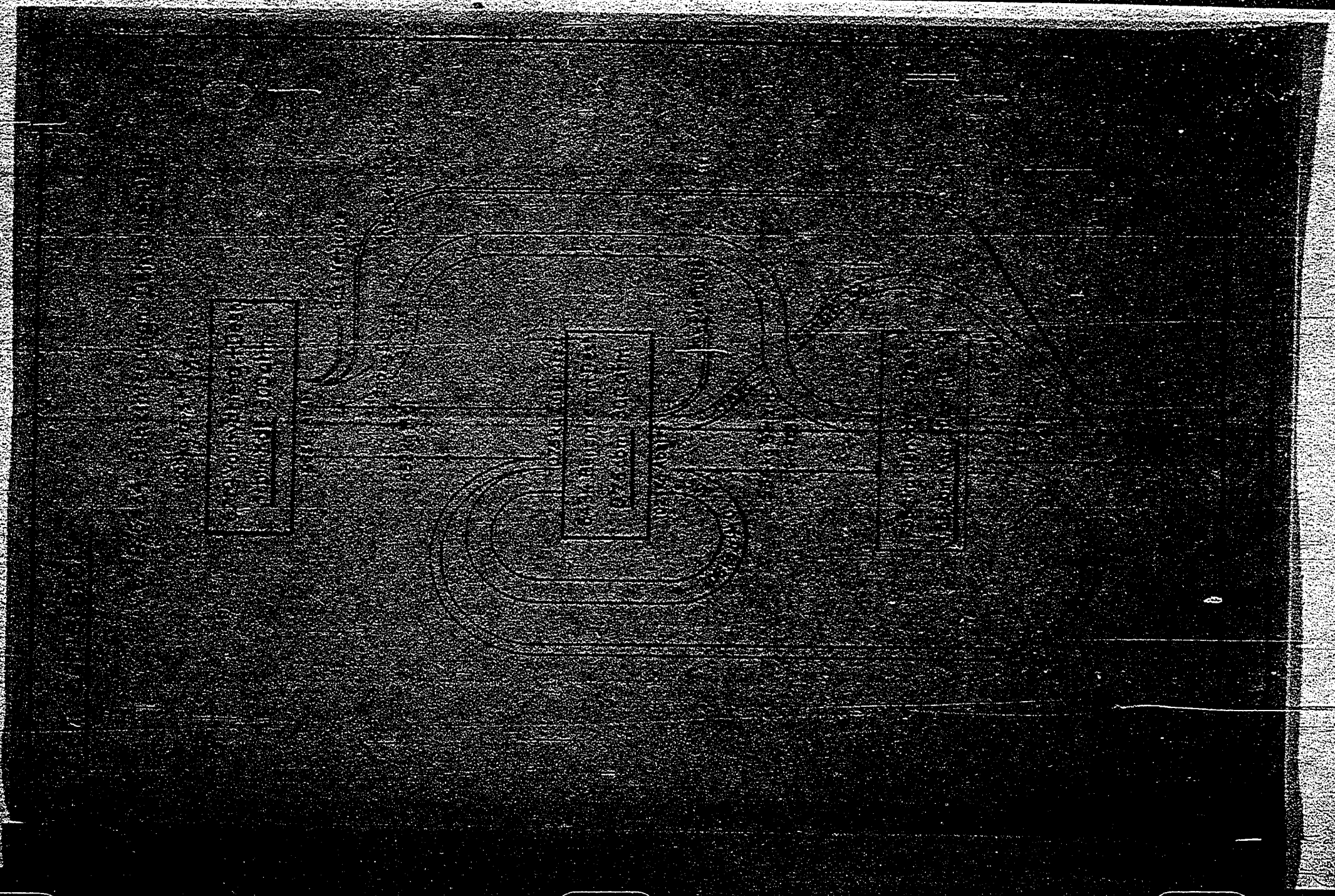
2) Schätzung für I-Benzin -170° mit etwa 50 % Aromaten mit Dehydrierung von Schwerbenzin über K 7360 bei 15 atm H_2-Druck = etwa 30 atm Gesamtdruck

1 000	kg	a + s-Mittelöl
		Vorhydrierung S.S. 3
965	kg	Abstreifer
		Dest.
3	kg	Dest. Verl.
80	kg	-90°
290	kg	Benzin 90-205°
552	kg	Mittelöl / 205°
769	kg	Dehydrierungs-Schwerbenzin > 170°
306	kg	b-Mittelöl
1075	kg	Einspritzung
		K 6434 auf Benzin -205°, Leistung 1,0
		70 % Konz., 7 % Vergas., 30 % -100°, 25% -90°
		(54 kg Vergas)
1021	kg	Abstreifer
		Dest.
3	kg	Verl.
178	kg	Benzin -90 (spez. Gew. 0,69, O.Z. R. 80, M. 78, M + Pb 92)
534	kg	" 90 - 205°
306	kg	Mittelöl / 205°
290	kg	Vorhydrierungs-Schwerbenzin 90-205°
534	kg	6434 " " "
824	kg	Schwerbenzin 90 - 205°
		Dehydrierung 15 atm H_2-Druck = ~30 atm Gesamtdruck + Abstr. Dest.
		Durchsatz 0,5 kg/l u. Std., 0,6 cbm Gas/kg Einspritzung, Cyclusdauer 8 St., dann 8 St. regenerieren. 14,6 % Gas, 0,6 % Koks im Kat.
5	kg	Verlust
577	kg	Benzin -170°
117	kg	Schwerbenzin >170° f. 6434
120	kg	Gas
5	kg	Koks
775	kg	Gesamtbenzin -170°, spez. Gew. 0,78, 40% -100°, Ep. 170-180°, 50 % Aromaten, 2 % Olefine, O.Z. R.M. 87, M.M. 78, M + 0,09 Pb 89

H_2-Verbrauch 540 cbm H_2 / t a + s-Mittelöl

Hyabgas 2,2 · 10^6 WE / t a + s-Mittelöl





TITLE PAGE

5. Aufhydrieren und katalytisches Kracken von katalytisch gekracktem Erdoel-Gasoel.

Hydrogenation and catalytic cracking of petroleum-gasoil catalytically cracked.

Frame Nos. 427 - 433

Hochdruck - Dirl.

Hochdruckversuche
Hohn/Lu.558

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

20.Oktober 1939/k

427

Frl. Dr. Hörlng

Aufhydrieren und katalytisches Kracken von katalytisch gekrack-tem Erdöl-Gasöl.

Beim katalytischen Kracken von West Texas Gasöl erhaltenen Mittelöl wurde bei 16 MV über 5058 aufhydriert. Dabei fielen 10 % Benzin und ca. 2 % Vergasung an.

Das Mittelöl zeigte folgende Änderungen:

	ursprüngliches West Texas Gasöl	Krackmittelöl vor der Hydrierung	Aufhydriertes Öl über 200°C
spez.Gewicht	0,862	0,860	0,826
Anilinpunkt °C	68,2	59	78
Siedebeginn °C/%	230	200/1	210
Siedeende °C/%	390	360/95,5	357/98,8

Dieses sehr weit aufhydrierte Öl erwies sich zum katalytischen Kracken als ausserordentlich geeignet. Es wurden im geraden Durchgang 43,5 % Benzin (-190°C) bei einer Ölausbeute von 88 % erhalten.

Das Benzin hat 48 % -100° und folgende Klopfwerte: Mot.Meth. 76, mit 0,09 % Pb 86,5; Res.Meth. 86.

Das Krackmittelöl über 190° aus der zweiten Krackstufe hat etwa dieselben Eigenschaften wie das Krackmittelöl der ersten Krackstufe.

-2-

A5178

	Krackmittelöl der ersten Stufe	Krackmittelöl nach Aufhydrieren und Wiederkracken (2.Stufe)
spez.Gewicht	0,860	0,840
Anilinpunkt °C	59	57
Siedebeginn °C/%	200/1	209
Siedeende °C/%	360/95,5	320/98,8

Man kann daher bei Rückführung des Krackmittelöls der zweiten Stufe in die Hydrierstufe dieselben Ausbeuten wie aus dem Krackmittelöl der ersten Stufe erwarten.

Eine Übersicht über die Verarbeitung durch Kombination von Kracken und Aufhydrieren wird in folgender Weise gewonnen:

1) Zunächst wird die Hydrierstufe mit der zweiten Krackstufe zusammengefasst (siehe Verarbeitungsbilanz). Man erhält aus 100 kg kat.gekrackten Mittelöl

50,3 kg Benzin, Oktanzahl Mot. 72, mit 0,09 % Pb 91 und 43 % -100° und

41,5 kg Mittelöl

Ölausbeute 91,8 %.

2) Nimmt man Rückführung des Mittelöls in die Hydrierstufe dazu, so erhält man aus 100 kg kat.gekracktem Mittelöl 86 kg Benzin mit denselben Eigenschaften wie in Fall 1). In beiden Fällen wird die Oktanzahl des Benzins beeinträchtigt durch die geringe Oktanzahl des bei der Hydrierung gebildeten Benzins. Es ist daher anzustreben, bei der Aufhydrierung so wenig Benzin als möglich zu bilden.

3) Für die Berechnung der Ausbeute aus dem ursprünglichen Öl ist zu berücksichtigen, dass das Öl in der ersten Stufe vorwiegend über Superfiltrol gekrackt worden war, wofür als Ausbeuten[1] 15,2 % Benzin und 78,6 % Mittelöl einzusetzen sind. Man erhält danach aus dem ursprünglichen Erdölmittelöl durch Kracken (erste Stufe), Aufhydrieren, Kracken (zweite Stufe) und Rückführung des Mittelöls in die Hydrierstufe 83 kg Benzin bez. auf 100 kg ursprüngliches Öl.
Das Benzin hat Oktanzahl Mot. 75, mit 0,09 % Pb 83, sowie 41,5 % -100°C.

Die in den vorliegenden Versuchen vorhandene Teilung in zwei Krackstufen ist wahrscheinlich überflüssig. Es steht nich nichts im Wege, das aufhydrierte Öl zusammen mit dem ursprünglichen Öl zu kracken.

gez. Schneider.

Gemeinsam mit: Dr.v.Hartmann
Dr.Fürst

Anlagen!

1) nach Bericht Dr.Frese vom 20.12.1938.

Verarbeitungsbilanzen.

1) Zusammenfassung von Hydrierer und Krackstufe.

100 kg gekracktes Mittelöl

aufhydrieren/
5 kg H_2

95 kg aufhydr.Öl+10 kg Benzin (OZ Mot.56/72,5, 9,0 % -100°)

kracken
(2.Stufe)

41,5 kg Mittelöl+40,3 kg Benzin (OZ Mot.76/86,5, 8,0 % -100°)

Man erhält aus einmal gekrackten Mittelöl

50,3 % Benzin } Ölausbeute 91,8 %
41,5 % Mittelöl }

Das Benzin hat Oktanzahl Mot. 72, mit Pb 84 und 40,3 % -100°C.

2) Hydrieren und Kracken mit Rückführung.

Da das Krackmittelöl der zweiten Stufe dem Krackmittelöl der ersten Stufe sehr ähnlich ist, wird angenommen, dass es mit derselben Wirkung wieder aufhydriert und gekrackt werden kann:

100 kg einmal gekracktes Mittelöl

→ 71 kg Rückführöl

171

aufhydrieren
(8,5 kg H_2)

159 kg aufhydriertes Öl + 17 kg Benzin

kracken
(2.Stufe)

71 kg Mittelöl + 69 kg Benzin

Man erhält insgesamt 86 kg Benzin.

3) Krackstufe I, Hydrieren, Krackstufe II und Rückführung in die Hydrierstufe.

Das vorliegende Krackmittelöl war vorwiegend über Superfiltrol gekrackt worden, sodass folgende Werte einzusetzen sind

100 kg West Texas Gasöl

Kracken I (1.Stufe)

78,6 kg Mittelöl + 15,2 kg Benzin

Verarbeiten nach Punkt 2 (Hydrieren+Kracken +Rückführung)

67,8 kg Benzin

Man erhält insgesamt 83 kg Benzin.

Das Benzin der ersten Krackstufe hat Oktanzahl Motor 75, mit 0,09 % Pb 80. Das Benzin aus Hydrierstufe und zweiter Krackstufe hat OZ Mot.72 mit 0,09 % Pb 84. Die vergleichsweise schlechte Bleiempfindlichkeit des Benzins der ersten Stufe ist auf den Superfiltrolkontakt zurückzuführen, dem der Mg-Silikatkontakt auch hierin überlegen ist. Für das Gesamtbenzin ergibt sich Oktanzahl Mot. 73 mit 0,09 % Pb 83.

Rodebud - Dr.

Tabellen:

1) Eigenschaften der Mittelöle.

	P 1313 ursprüngliches Erdöl-Gasöl	Krackmittelöl der Verkokungsstufe I	Vorhydriertes Mittelöl	Krackmittelöl der Verkokungsstufe II
spez.Gewicht	0,862	0,860	0,826	0,840
Anilinpunkt °C	68,2	59	78	57
Siedebeginn °C/%	230	200/1	210	209
% -250°C	22	26,0	36,5	61,0
% -300°C	57	67,0	77,0	96,0
Siedende °C/%	390	360/95,5	357/98,5	320/98,6

2) Ausbeuten:

Kontakt	Superfiltrol[1]	Mg-Silikat
	Krackstufe I ursprüngliches Öl	Krackstufe II vorhydriertes Mittelöl
Benzin Gew.%	15,2	43,3
Flüssiggas Gew.%	1,8	6,1
Gas "	0,8	2,1
Koks + Verlust	3,5	4,0
Ölausbeute (Benzin+Mittelöl) %	93,8	87,8
Öl-Verlust[2]		
Benzin+Ölverlust %	29	22
Versuchsbedingungen:		
Ofen	3 Ltr.	2,5 Ltr.
Durchsatz Vol.	1	1,2
Dauer	1 Std.	1 Std.
Temperatur	460°C	455°C

1) Nach Bericht Dr. Prue v.20.12.1938.
2) Verlust umfasst: (Gas+Flüssiggas+Koks)

2) Eigenschaften der Benzine.

	Benzin der Krackstufe I	Beim Aufhydrieren gebildetes Benzin	Benzin der Krackstufe II
spez.Gewicht	0,748	0,774	0,732
Anilinpunkt °C	53,5	54	43,5
Siedebeginn °C	33	61	28
Siedekurve:			
% -100°C	34	9,0	48,0
% -150°C	63	51,0	77,0
% -180°C		76,5	88,0
% -200°C		86,0	
Siedende °C/%	ca. 200	235/98,5	191/91,0
Jodzahl	106	gesch. %	54,5
OZ Mot.	75	56	76
OZ Mot.+0,09 % Pb	80	73	86,5
OZ Res.	-	53	86

TITLE PAGE

V. Hochdruckversuche Laboratories.
Papers on dehydrogenation.
Files of Frl. Dr. Höring.
Folder No. S33/I-D-1.

TITLE PAGE

1. Ueber die Ni-W-Dehydrierung naphthenreicher Benzine.
   On Ni-W-dehydrogenation of gasolines rich in naphthene.

Frame Nos. 434 - 441

Fil. Dr. Hörnoh
1. Jahrg.

Hochdruckversuche
OHB/Ia.558

18. März 1940/E

434

Über die Ni-W-Dehydrierung naphthenreicher Benzine.

Einfluss von CO_2-, CO- und SO_2-Zusatz.

Die normale Fahrweise der Dehydrierung war bis zum Oktober 1939 etwa folgende:

Kontakt	6718
Druck	50 Atm.
Durchsatz	0,5
cbm Gas/kg Öl	12 (ab März 1939 3 oder 2)
Produktpartialdruck Atm.	0,7 (ab März 1939 3 oder 4)
Zusätze zum Gas	keine
Zusätze zum Produkt	keine, insbesondere kein S.

Unter diesen Bedingungen wurden ohne merklichen Abklingen dehydriert:

1.) 7019-Benzin bis 180°C aus Verflüssigung (Aromaten von 49 auf 67)

2.) 7019-Benzin bis 160°C aus Verflüssigung (Aromaten von 42 auf 65)

3.) Restbenzin aus 2.) (Aromaten von 3 auf 49).

In der Folge zeigten sich dann Schwierigkeiten.

a) Die Reaktion ist in einem Ausmass endotherm, dass ihrer Übertragung in die Grosstechnik erhebliche Schwierigkeiten gegenüberstehen, auch bei hohem Produktpartialdruck.

b) Bei naphthenischen 6434-Benzinen arbeitete der Kontakt unter obigen Bedingungen nicht ohne Abklingen. Der Kontakt ist auch nicht regenerierbar.

-1-

12256

Zu a). Ein Teil der Wärmetönung für die endotherme Dehydrierreaktion kann durch eine gleichzeitig ablaufende exotherme Reaktion, den, z.B. durch die Reaktion zwischen CO und H_2 oder zwischen SO_2 und H_2 aufgebracht werden. Hierbei zeigte sich, dass die Reaktion zwischen CO und H_2 die gleichzeitig verlaufende Dehydrierreaktion nicht stört und auch die Dehydrieraktivität des Kontaktes nicht beeinflusst. Bei SO_2 ist dies nicht ganz klar.

Zu b). Das Abklingen der Kontaktaktivität kann durch Schwefelzusatz weitgehend verhindert werden. Es kann auch CO und CS_2 zur gleichen Zeit ohne Kontaktschädigung gefahren werden.[1)]

Die im folgenden beschriebenen Versuche wurden sämtlich mit einem über 6719/6434 aus I.G.-I-Mittelöl (Steinkohlenteer-a-Mittelöl) hergestellten Benzin durchgeführt. Es ist anzunehmen, dass mit 5058/6434- bzw. 6719/6434-Benzin aus Steinkohleverflüssigung der CO-, CS_2- und SO_2-Einfluss grundsätzlich nicht anders sein wird. Zur Klärung der vorstehenden Fragen a und b wurden folgende Versuche durchgeführt:

-3-

1) Dr.Kaufmann, Leuna, ist anderer Meinung; s.Besprechungsbericht 15 5541, Seite 3 unten.

Dehydrierung eines naphthenischen Gasphase-Benzins bei 50 Atm. mit Ni-W-Kontakt.

1.) in reiner H_2-Atmosphäre (2% N_2 im Gas) Blatt 2995
2.) mit Zusatz von 0,75% CS_2 zum Benzin " 3038
3.) mit Zusatz von ca. 6% CO zum Gas " 2997
4.) mit Zusatz von 0,75% CS_2 zum Benzin und ca. 6% CO zum Gas Blatt 3056
5.) mit Zusatz von ca. 6% SO_2 zum Gas " 2996.

Die Ergebnisse der Versuche sind in Tabelle I aufgeführt. Fernerhin ist der Verlauf der Versuche (nur die Aromatenkonzentration im Anfall-Benzin) auf Kurvenblatt 1 wiedergegeben. Die Versuchsdauer betrug im Durchschnitt einen Monat.

Bei dem Versuch 5 mit SO_2 wurde starkes Kontaktabklingen beobachtet. Der Einfluss des CO ist soweit geklärt, dass 6% CO-Zusatz zum Gas kein stärkeres Kontaktabklingen bewirken, als es auch ohne CO-Zusatz stattfindet. Noch nicht gänzlich klar ist der Einfluss von Schwefel (als CS_2 zum Produkt zugegeben).

Während bei den zwei Versuchen ohne CS_2 ein er relativ starkes Abklingen zeigte (der Normal-Versuch ohne CO), zeigten die beiden Versuche mit CS_2 (mit und ohne CO im Gas) nur relativ schwaches Abklingen. Hieraus geht hervor: Mit Schwefelzusatz kann man (mit oder ohne CO im Gas) mit geringen Kontaktabklingen fahren; ob man den Schwefelzusatz aber ohne Kontaktschädigung weglassen kann, steht nicht fest.

Über die Reaktionsprodukte des CO bzw. des SO_2 bei der 50-Atm.-Dehydrierung.

a) CO:

In einem ersten Versuch wurde CO und H_2 (1:9 Mol) allein (ohne Benzin) unter den Dehydrierbedingungen über den Ni-W-Kontakt geleitet. Hierbei wurden von dem CO ca. 80% umgesetzt. Auf das C des eingesetzten CO bezogen wurden im Endgas erhalten:

ca. 75% Kohlenwasserstoffe, besonders CH_4
ca. 5% Kohlensäure
ca. 20% Kohlenoxyd.

Nach 14 Tagen wurde der Kontakt auf seine Dehydrieraktivität geprüft. Diese betrug nur mehr ca. 50% von frischem Kontakt.

Bei den Versuchen, wo CO, H_2 und Benzin (1:17:2 Mol) über den Kontakt geleitet wurde, war eine Kontaktschädigung durch das CO nicht zu bemerken, obwohl die Umsetzungsprodukte des CO hier etwa dieselben waren wie beim Versuch ohne Benzin. Man muss hierbei also dem Benzin eine Art Schutzwirkung auf den Kontakt zuschreiben.

Versuch ohne Benzin: Ofenblatt 2894
" mit " : " 2997.

b) SO_2:

Das SO_2 wird beim Fahren von SO_2+H_2+Benzin (1:17:2 Mol) bei 50 Atm. und 485°C über den Ni-W-Kontakt vollständig zu H_2S und H_2O umgesetzt. Wahrnehmbare Mengen SO_2 im Ausgangsgas wurden nicht festgestellt. Auch Schwefel wurde im Endprodukt nicht gefunden. Bemerkt sei noch, dass beim Fahren mit SO_2 Koksabscheidung in der Vorheizschlange auftrat, die offenbar durch direkte Reaktion des SO_2 mit dem Benzin verursacht wird. Die Anfallbenzine dieser Versuche mit SO_2 hatten Jodzahlen von ca. 30. Dies entspricht einem Olefingehalt von ca. 15%.

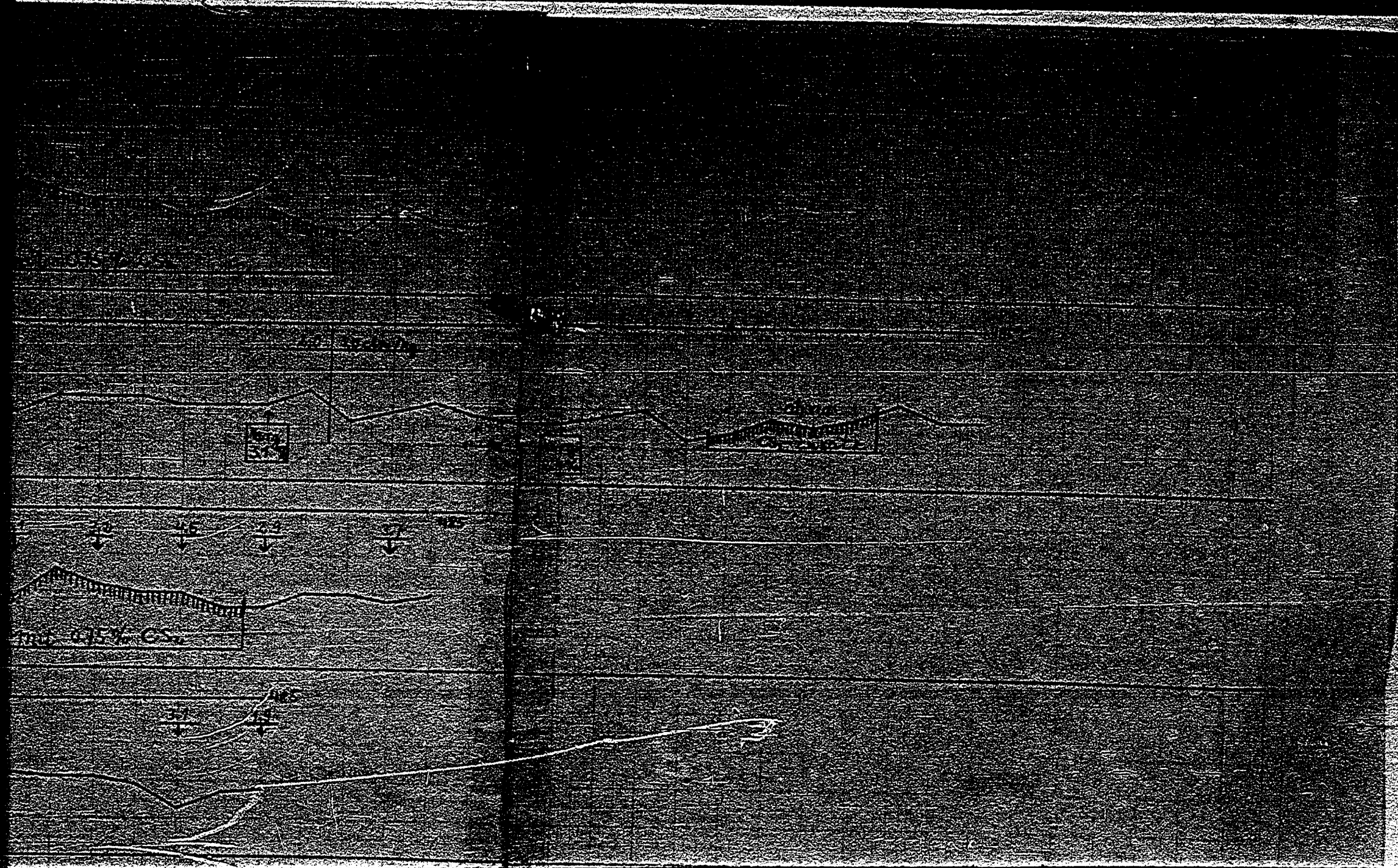
Gemeinsam mit:
Dr.Peters
Dr.Reitz
Dr.Fürst

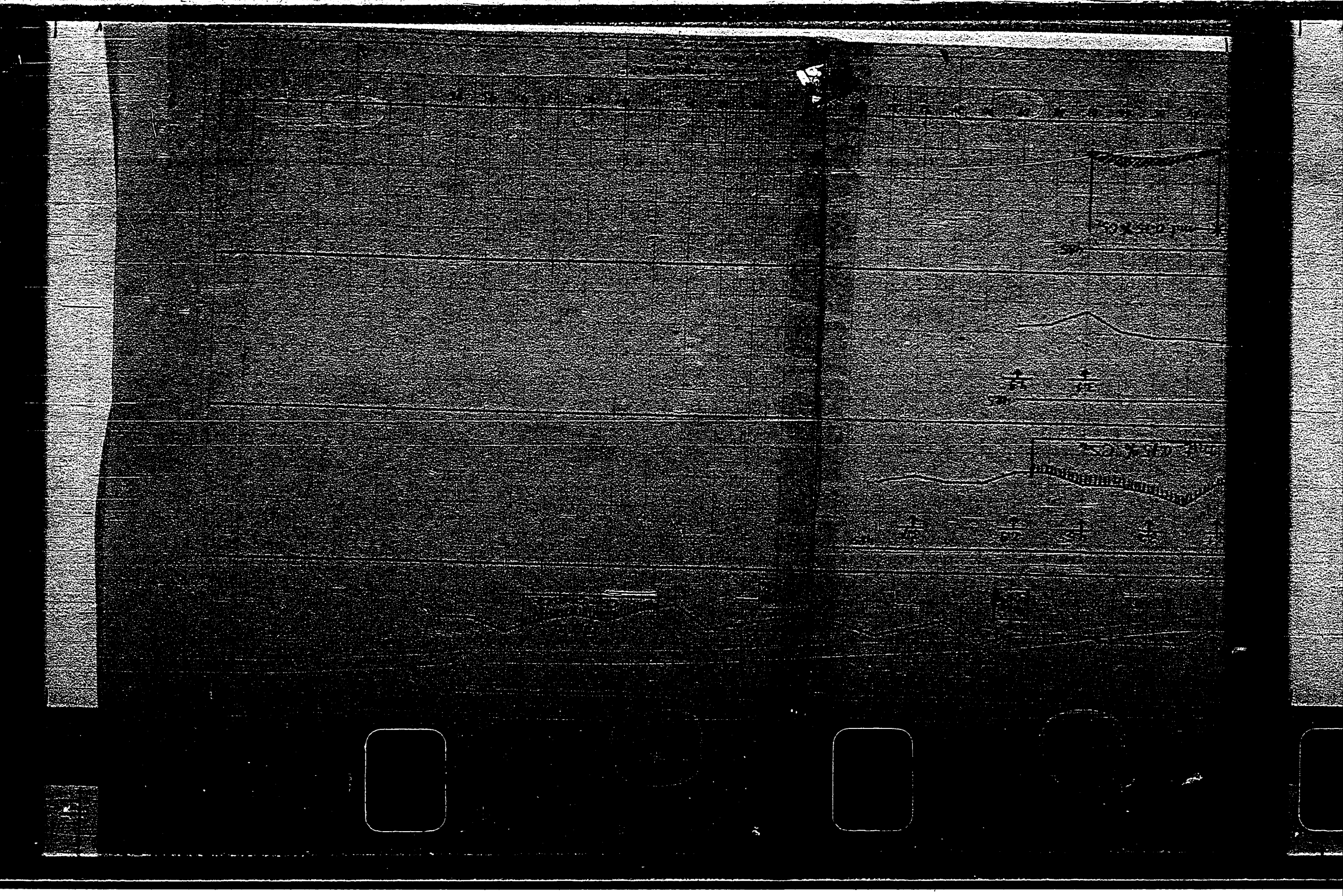
gez. Günther.

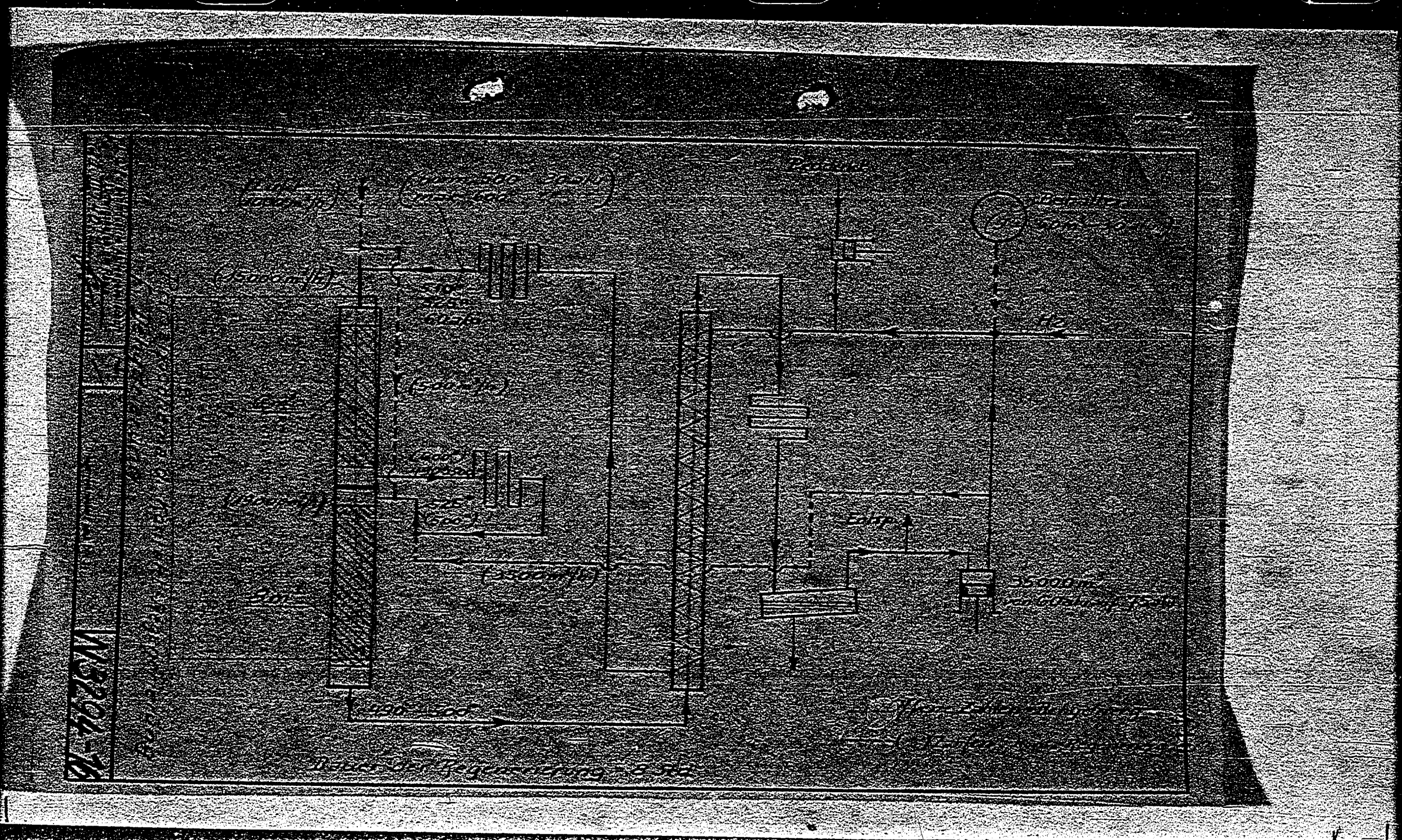
Dehydrierung von P 1233-6719-6434-Benzin (90-160°C).

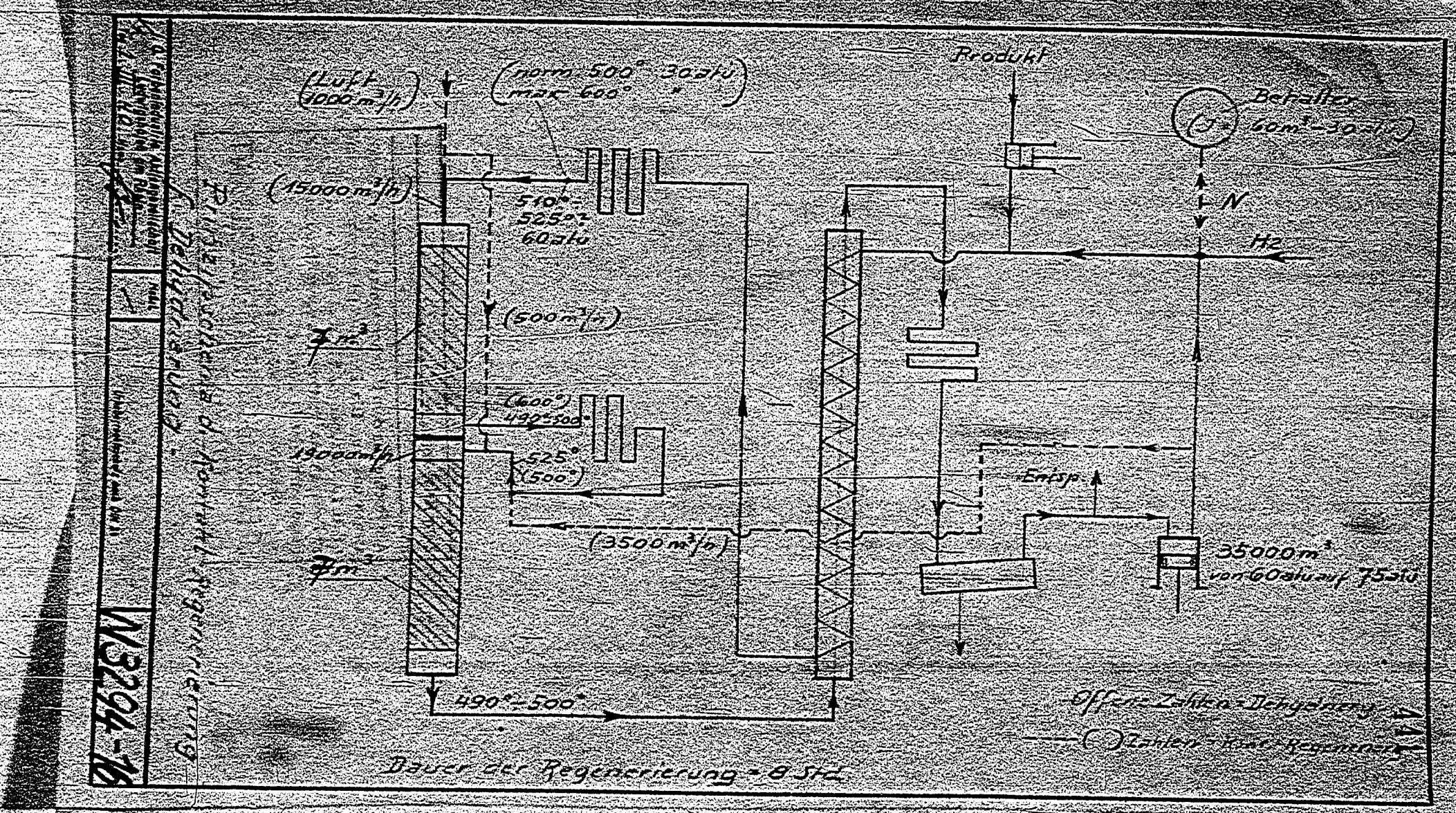
	Einspritz-produkt	normaler Versuch ohne CS_2 Zusatz	normaler Versuch mit Zusatz von 0,75% CS_2 z.Produkt	mit Zusatz von ca.6% CO im Frischgas	mit Zusatz von ca.6% CO im Frischgas u.0,75% CS_2 i.Produkt	mit Zusatz von ca.5,5% SO_2 i.Frischgas
Kontakt	-	6718	6718	6718	6718	6718
Druck Atm.	-	50	50	50	50	50
Produktpartialdruck Atm.	-	3	4	3	3	3
Temperatur °C	-	485	485	485	485	485
Durchsatz kg/Ktr/Std.	-	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Gas:Öl cbm/kg	-	3,0	2,0	3,0	3,0	3,0
Benzin: spez.Gewicht	0,786	0,792	0,800	0,794	0,800	0,796
Anilinpunkt °C	31,5/48,8	11/51	8/50,5	9,5/51	8/52	8/50
Siedebeginn °C	80	77	83	70	84	79
% bis 100°C	-	-	-	-	-	-
% bis 100°C	10	13	16	15	10	13
% bis 150°C	83	85	82	83	85	86
% bis 160°C	-	97	90	-	-	98
Endpunkt °C	173	185	187	184	179	183
% Verlust/2	-	3,1	5,0	4,0	3,5	4,5
Zusammensetzung:						
% Paraffine	22,5	22,0	ca.20,0	21,5	23	19,5
% Naphthene	58,0	38,0	ca.36,0	37,0	33,5	38,5
% Aromaten	16,0	38,0	ca.42,0	40,5	41,5	40
% Ungesättigte	3,5	2,0	ca. 2,0	2,0	2,0	2
OZ Res.	72	83,5	87	-	86	85,5
OZ Mot.	68,5	74,5	ca.75	74,0	72,5	73,0
OZ Mot.+0,09 Pb	84,0	86,0	ca.86	86,0	84,5	-
Ofen/Datum	-	6/30.12.39	3/20.1.40	1/21.12.39	1/7.2.40	10/25.2.39
Betriebsstunden	-	390	260	190	530	290
Ofenblatt	-	2995	3038	2997	3056	2996
Aromatenzerlegung des Benzins:						

[illegible]	22,5	22,[illegible]	[illegible]	21,5	23	29,5
[illegible]	58,0	[illegible]	[illegible]	37,0	33,5	38,5
[illegible]	16,0	[illegible]	[illegible]	40,5	41,5	40
[illegible]	3,5	[illegible]	[illegible]	2,0	2,0	2
[illegible]	72	83,5	[illegible]	—	86	85,5
[illegible]	68,5	74,5	[illegible]	74,0	72,5	73,0
[illegible] Pb	84,0	86,0	[illegible]	86,0	84,5	—
[illegible]	—	6/30.12.39	3/20.1.40	1/21.12.39	1/7.2.40	10/25.2.39
Betriebsstunden	—	390	260	190	530	290
Ofenblatt	—	2995	3038	2997	3056	2996
Aromatenzerlegung des Benzins:						
% Extrakt	—	37	43	—	43	—
% Raffinat	—	63	57	—	57	—
Im Extrakt: % Benzol	—	16,7	14,6	—	12	—
% Toluol	—	25,[illegible]	27,8	—	27,4	—
% Xylol	—	28,4	30,4	—	32,2	—
% höhere Aromaten	—	27,9	26,2	—	27,2	—
Im Benzin: % Benzol	—	6,2	6,3	—	4,7	—
% Toluol	—	9,3	11,9	—	11,8	—
% Xylol	—	10,5	13,1	—	13,8	—
% höhere Aromaten	—	10,3	11,3	—	11,7	—
Abklingen						
von ... Aromaten	—	45	45	43	43	43
auf ... "	—	34	40	39	41	30
in ... Betr.Std.	—	300	550	450	500	200
		bleibt hier anscheinend stehen	bleibt hier stehen	bleibt hier stehen	Kontakt bleibt hier stehen	mutmaßlich wahrscheinlich noch weiter
Bemerkungen			Untersuchungsergebnisse etwas korrigiert, um sie mit den übrigen Versuchen vergleichbar zu machen. (Zusammensetzg. und Oktanzahlen)			






Radiant
Evap.
35000 m
W2244-76


Produkt
Behälter
60m³-30atü
(Luft
1000m³/h)
(norm 500° 30atü
max 600° "
(15000m³/h)
510°-
525°
60atü
(500m³/h)
7m³
(600°)
490°-500°
19000m³/h
525°
(500°)
(3500m³/h)
7m³
N
H2
Entsp.
35000m³
von 60atü auf 75atü
490°-500°
Dauer der Regenerierung = 8 Std.
Offene Zahlen = Dehydrierung
Zahlen = Regenerierung

W3294-16

TITLE PAGE

2. Dehydrierungs-Kontaktversuche (Versuche mit 6434-Benzinen aus Steinkohleverfluessigungs- und Steinkohlenteermitteloel).
Experiments on catalysts for dehydrogenation (Experiments with 6434 gasolines from mineral coal liquefaction- and mineral coal tar-middle oil.)

Frame Nos. 442 - 449

Vorläufige
Vordruckversuche
Kwe/Lu 388

Prof. Dr. Hörlein

19. Januar 1940. Pe.

442

Dehydrierung - Kontaktversuche.

(Versuche mit 6434-Benzinen aus Steinkohleverflüssigungs- und Steinkohlenteermitteln.)

Zusammenfassung.

1.) Ein über Karbonyl-Nickel hergestellter Nickel-Wolfram-Kontakt ist mindestens ebenso aktiv wie der normale 6718.

2.) Ein durch Mischen von viel aktiver Tonerde mit 5910 und Auftränken von Chromsäure hergestellter Kontakt aus dem 6718 in der Dehydrierwirkung etwas überlegen. Er zeigt aber etwas stärkere Spaltung.

3.) Mit nur geringer Verschlechterung der Eigenschaften kann das Nickel im 6718 teilweise oder ganz durch Kupfer ersetzt werden.

4.) Verdünnen des 6718 mit FeO, ZnS und Cr_2O_3 sowie Ersatz des Wolframs im 6718 durch Vanadin ergibt schlechtere Kontakte als 6718.

5.) Der Aromatisierungskontakt 7019 zeigte als Dehydrierkontakt gute Anfangsaktivität. Eine genauere Prüfung steht noch aus.

Es wurden 17 Kontakte unter normalen Dehydrierbedingungen (50 atm; Durchsatz 0,5 kg / Lt. Kontakt pro Stunde; 2-3 cbm H2/kg; 485°) in 100-ccm-Öfen mit aromatenfreien sowie aromatenhaltigen naphthenischen 140°-Benzinen aus Steinkohlenverflüssigung und Steinkohlenteer auf ihre Dehydrierwirkung geprüft und mit dem normalen Ni-W-Kontakt 6718 für Dehydrierung verglichen. Von diesen Kontakten waren 8 neu hergestellt, die übrigen schon früher teilweise unter Dehydrierbedingungen geprüft, teilweise für andere Zwecke verwandt worden.

Zur Beurteilung der Dehydrierwirkung der untersuchten Kontakte sind in der angehängten Tabelle Anilinpunkte, Aromatengehalt und Siedekurven der mit ihnen erhaltenen Benzine den gleichen Eigenschaften der Ausgangsbenzine sowie der über normalen Ni-W-Kontakt erhaltenen Produkte gegenübergestellt.

Zu der Fahrweise der Versuche ist noch zu bemerken, daß im allgemeinen kein Schwefelkohlenstoff zugesetzt wurde. Wie nachträglich festgestellt wurde, war ferner mindestens zeitweise die tatsächlich gefahrene Gasmenge beträchtlich geringer als die angegebene, worauf das in einigen länger gefahrenen Versuchen (z.B. Ofen 1 / Blatt 2995 und Ofen 7 / 2999) beobachtete, ziemlich scharf einsetzende Abklingen der Kontakte vielleicht zurückgeführt werden dürfte.

<u>Ergebnis der Kontaktprüfungen (vgl. Tabelle)</u>:

Der normale Ni-W-Kontakt ist bei etwas verändertor Herstellungsweise (über Carbonylnickel) mindestens ebensogut wie bei der bisherigen Herstellung (über Carbonat).

Dem Ni-W-Kontakt gleichwertig oder sogar überlegen zeigte sich ein schon früher einmal geprüfter Mischkontakt der Zusammensetzung 70 Teile Al_2O_3, 10 Teile Cr_2O_3, 20 Teile 3510

(MoO_3 + ZnO + MgO) mit 85 kg Mo pro cbm Kontakt (vgl. Ber.142251), der m. Zt. wegen seiner noch unbefriedigenden Festigkeit in etwas anderer Herstellung (Mo, Zn und Mg aufgetränkt statt zugemischt) geprüft wird.

In Bezug auf die Dehydrierwirkung noch ebensogut oder doch fast ebensogut wie der Ni-W-Kontakt bei anscheinend höherer Vergasung waren 2 Kontakte, in denen das Ni ganz oder teilweise durch Cu ersetzt war:

85 WS_2 + 15 CuS und

85 WS_2 + 13,5 NiS + 1,5 CuS

sowie der Ni- und W-freier Kontakt 3510 (vgl. m. Bericht 142261), der sich in Verdünnung mit Al_2O_3 und Cr_2O_3 aber als noch besser erwies (s.o.). Der Kontakt 3510 läßt sich anscheinend schon bei etwa 10° niedrigerer Temperatur mit dann entsprechend geringerer Vergasung fahren, nicht aber bei höherem Durchsatz und gleichzeitig wesentlich höherer Gasmenge (10 cbm Gas / kg Benzin). Ein Vorzug sowohl des 3510 als auch des 3510-haltigen Mischkontakten gegenüber dem Ni-W-Kontakt besteht in der viel einfacheren Regeneration erzterer Kontakte (einfaches Abbrennen); Versuche mit Mo regenerierten Kontakten liegen m. Zt. noch nicht vor.

Soweit die nur kurze Fahrperiode bei Durchsatz 0,5 eine Beurteilung zuläßt, war auch der Aromatisierungskontakt (A-Kohle 7019 Cr, V) unter Dehydrierungsbedingungen kaum schlechter als der Ni-W-Kontakt, sodaß eine Wiederholung des Versuches mit längerer Fahrzeit wünschenswert erscheint.

Wesentlich schlechter als Ni-W waren folgende Kontakte, in denen durch Zusatz von FeS oder ZnS eine Einsparung von Ni und W erbracht werden sollte:

Hochdruckversuche

85 FeS + 15 Teile 6718 (vgl. d. Ber. 115981)

75 FeS + 22 WS_2 + 3 NiS (Vorhydrierungskontakt)

75 FeS + 25 WS_2

75 ZnS + 25 Teile 6718.

Eine geringere Beimischung von ZnS oder Cr_2O_3 zum Ni-W-Kontakt:

50 ZnS + 50 Teile 6718

50 Cr_2O_3 + 42 WS_2 + 8 NiS

ergibt ebenfalls eine deutliche Verschlechterung der Kontakteigenschaften, die aber noch innerhalb erträglicher Grenzen bleibt.

Schlecht waren ferner Kontakte, die anstelle von W oder V enthalten:

94 Al_2O_3 + 6 MoO_3

70 Al_2O_3 + 20 MoS_2 + 10 NiS

80 V_2O_5 + 20 NiS

33 V_2O_5 + 50 WS_2 + 17 NiS

80 V_2O_5 + 20 MgO.

Gez. Reitz

Gemeinsam mit

Dr. v. Fuhr,
Dr. Anthes,
Dr. Peters,
Dr. Günther,
Dr. Fürst.

2 Tabellen.

Tabelle I.

Versuch Nr.	Kontakt	°C	Fahrweise	Betr.-Stdn.	Spez. Gew.	Ap. I/h	Siedebeg.	-100°	-150°	Endpunkt	% Arom.	Vg/S	Ofen/Tag	Gesamtausbeute
Einfüllprodukt; Rest-Bi aus P1271 v.Ka 804 -160° red. v.25.5.39					0,754	45/48,5	60°	57 %	98,5 %	167°	3,3			
1a	6718 (15 NiS, 85 WS2)	485	50 atm Da 0,5 2 cbm H2/kg ohne P 471	125	0,781	7/54	63°	43 %	90,5 %	176°	45	4-5	15/5/6.5	2595
"	"	485		65	0,786	7/56,5	65°	40 %	90 %	175°	47,5	—	2/19.10	2858
2	7019 (84 A-Kohle, 12Cr2O3,4V2O5)	485		30	0,774	3/51,5	50°	59 %	95 %	179°	46	—	11/25.10	2870
3a	3510 (30Zn 0,15 MgO, 55 MoO3)	476		148	0,784	10,5/59	60°	37 %	87 %	180°	44	3,4	13/10.11	2905
	vgl. a.Ber.142261	485		196	0,782	7/54	60°	36 %	89 %	168°	45,5	4,8	13/12.11	
"	"	485	Ofen vorher 150 St. mit P 1399 >90%	195	0,781	5/55	50°	41 %	88 %	170°	47,5	—	10/2.12	2878
Einfüllprodukt: Aromatenhaltiges Mischbenzin aus Steinkohlenteer (KW 540981) red.v.6.11.					0,796	17/49	90°	12 %	90 %	162°	30			
1 b	6718	476	Fahrweise	176	0,810	3/52,2	86°	21 %	90 %	170°	52,5	3,4	6/15.11	2908
"		485	s.o.	208	0,806	5/50,5	—	—	—	—	53	—	6/16.11	
4	7492 (85WS2,15CuO)	485		124	0,800	7/48	65°	28	87	174	52	8,7	4/15.11	2914
Einfüllprodukt: P 1255-6434-Bi v.Ka504 >90° red.v.17.11.					0,798	31,2/51	96°		73,5 %	189°	19			
1 c	6718	485		206	0,810	3/50,5	85°	24 %	91,5 %	168°	51	1,8	5/25/26.10.	2996
3 b	3510	476	Fahrweise	71	0,810	1,5/53	81°	6,5 %	74,5 %	207°	49	9,4	13/5.12	
		485	s.o.	127	0,803	1,5/52	69°	12,5 %	76 %	198°	48	11,7	13/7.12	2970
5	7502 (42 WS2,8MiS, 50 Cr2O3	485		122	0,804	10/52,5	72°	10 %	75,5 %	206°	40	—	8/6.12	2968
6	7496 (85 WS2,13,5MiS, 1,5 CuS)	485		74	0,800	3,5/51,5	48°	10 %	76,5 %	201°	46	—	15/28.11.	2918
7a	6525 (75 FeS, 25 WS2)	485		53	0,798	26,5/51	75°	3 %	75 %	198°	25	—	5/8.12.	2978
8a	6623 (85 FeS + 15 Fl.6718			67	0,800	24,5/51	96°	2 %	80 %	193°	25	—	8/10.12.	2979
	vgl.Ber.115981	485												

Tabelle 7.

Vers. Nr.	Kontakt	°C	Fahrweise	Betr. Stdn.	Spez. Gew.	Ap. I/II	Siede-beg.	-100°	-150°	End-punkt	% Arom.	VZ/E	Ofen/Tag	Ofen-Nr.
Einfüllprodukt: P 1235-6434-21 v.Le 501 / 90° v.11.12.				red.	0,780	51,5/48	90°	17%	82 %	173°	16			
1 d	6718	485 x)	3cbm H_2/kg	146	0,798	4,5/52,5	66°	31%	85 %	192°	46	5-6	5/19-12.	2995
		485		358	0,792	10/50	72°	24%	82,5%	187°	38	3,8	6/29/30-12.	
3c	3510	485 x)	Da 1,0; 10cbm H_2/kg	214	0,796	13,5/50	84°	14%	82,5%	183°	35	8,7	5/21.12.	
		485	Da 0,5, 3cbm/kg	398	0,794	7/50,5	76°	28,5%	85 %	180°	42	1,8	5/28/29. 12.	2989
8 b	6623	485 x)	5cbm H_2/kg	171	0,786	26/50	85°	13 %	81 %	186°	25	—	8/20.12.	2990
9	6719 (75 FeS_2, 22,5 ZnS)	485	2 cbm H_2/kg	51	0,790	25/49	74°	24 %	83,5%	198°	23	—	14/23.12.	3001
10	7288 (75 ZnS, 25 Fl. 6718)	485		93	0,784	25/49	78°	24 %	85 %	175°	22	—	9/3.1.40	3021
11	7260 (50 ZnS, 50 Fl. 6718)	468	3 cbm H_2/kg	125	0,794	14/50,5	81°	15,5%	81 %	185°	34,5	—	8/4.1.40	
		485	dto. + 0,75% CS_2	221	0,794	9,5/50,5	74°	20 %	83 %	187°	40,5	—	3/4.1.40	3024
12	7331 (68 Al_2O_3, 22 Fl. 3510 Ni_2O_3) vgl. Ser. 148261	485	2 cbm H_2/kg	89	0,792	5/49	56°	36,5%	87 %	187°	42	7,5	13/26.12.	3010
		485		312	0,788	4,5/49	45°	37 %	84,5 %	189°	44	5,8	13/4.12.	
13	7530 (70 Al_2O_3, 20 MoS_2, 10 Fl.)	485		75	0,788	19,5/49	77°	28 %	86 %	185°	28	—	9/7.1.40	3029
14	7508 (6718 aus Carbonyl - Ni)	485 x)	3 cbm H_2/kg	184	0,790	4/52,5	79°	32 %	87 %	182°	46	7,5	7/22/23. 12.	2999
				476	0,796	9/50	77°	26 %	83,5%	185°	39	2,8	7/4.1.40	
15	7360 (94 Al_2O_3, 6 Co)	485 x)	2 cbm H_2/kg	124	0,784	22/50	71°	24 %	81,5%	187°	27	—	8/28.12.	3011
16	6060 (80 V_2O_5, 20 MgO)	485 x)		96	0,782	29/48	82°	12,5%	82,5%	178°	18,5	—	9/27.12.	3013
17	7537 (80 V_2O_5, 20 Fl.)	485	2 cbm H_2/kg + 0,75% CS_2	27	0,781	30/48,5	79	17 %	85 %	175°	17	—	9/10.1.40	3043
18	7538 (45 MoS_2, 35 V_2O_5, 17 Fl.)	485		99	0,786	23,5/48	83°	15 %	84 %	178°	23,5	—	10/14.1.40	3045

x) Bei niedrigerer Temp. angefahren.

Vers. Nr.	Kontakt	°C	Fahrweise	Betr.-Stdn.	Spez. Gewicht	Sp I/
Einfullprodukt: P 1233 - 6434 - Bl v. Ka 501 > 90° rod. v.11.12.					0,780	31
1 d	6718	485 x) 485	3 obm H_2 / kg	146 338	0,790 0,792	4, 10
3 a	3510	485 x) 485	Du 1,0; 10 obm H_2/kg Du 0,5; 3obm H_2/kg	214 398	0,796 0,794	13 7
8 b	6623	485 x)	5 obm H_2/kg	171	0,786	26
9	6719 (75 FeS, 22 WS, 3 NiS)	485	2 obm H_2/kg	51	0,790	25
10	7288 (75 ZnS, 25 Tle. 6718)	485		93	0,784	25
11	7260 (50 ZnS, 50 Tle.6718)	468 485	3 obm H_2/kg dto. + 0,75% CS_2	125 221	0,794 0,794	14 9,
12	7331 (68 Al_2O_3, 22 Tl.3510, 10 Cr_2O_3) vgl.Ber.148261	485 485	2 obm H_2/kg	89 312	0,793 0,788	5 4,
13	7530 (70 Al_2O_3, 20 MoS_2, 10 NiS)	485	2 obm H_2/kg	75	0,788	19,
14	7508 (6718 aus Carbonyl - Ni)	485 x)	3 obm H_2/kg	184 476	0,790 0,796	4 9
15	7360 94 Al_2O_3, 6 Mo)	485 x)	2 obm H_2/kg	124	0,784	22
16	6060 (80 V_2O_5, 20 MgO)	485 x)	2 obm H_2/kg	96	0,782	29
17	7537 (80 V_2O_5, 20 NiS)	485	2 obm H_2/kg + 0,75 % CS_2	27	0,781	30
18	7538 (48 WS_2, 35 V_2O_5, 17 NiS)	485	2 obm H_2/kg + 0,75 % CS_2	99	0,786	23,

x) Bei niedrigerer Temperatur angefahren.

Tabelle 2.

Batch-Stdn.	Spez. Gewicht	Ap. I/II	Siede-beginn	-100°	-150°	End-punkt	% Aromat.	Vg/S	Ofen / Tag	Ofenblatt
v.11.12.	0,780	31,5/48	90°	17 %	82 %	173°	16			
146	0,790	4,5 /52,5	[illegible]	[illegible] %	8[illegible],5%	192°	46	5-6	6/19.12.	2995
338	0,792	10 /50	72°	24 %	82,5%	187°	38	3,1	6/29./30.12.39	
214	0,796	13,5/50	84°	14 %	82,5%	183°	35	8,7	5/21.12.39	2989
[illegible]	0,794	7 /50,5	76°	28,5%	85 %	180°	42	1,8	5 /28.29.12.39	
[illegible]	[illegible]86	26 / 50	83°	13 %	81 %	186°	23	--	8 /20.12.39	2990
[illegible]	[illegible]90	25 / 49	74°	24 %	83,5%	198°	23	--	14 /23.12.39	304
93	0,784	25 / 49	78°	24 %	85 %	175°	22	--	9 / 3.1.40	3021
125	0,794	14 / 50,5	81°	15,5%	81 %	185°	34,5	--	8 /4.1.40	3024
221	0,794	9,5/50,5	74°	20 %	83 %	187°	40,5	--	8 /8.1.40	
89	0,793	5 / 49	56°	36,5%	87 %	187°	42	7,5	13 /26.12.39	3010
312	0,788	4,5 /49	45°	37 %	84,5%	189°	44	5,8	13 / 4.12.39	
75	0,788	1[illegible],5 /49	77°	28 %	86 %	185°	28	--	9 /7.1.40	3029
184	0,790	4 /52,5	73°	32 %	87 %	182°	46	7,5	7 /22.23.12.39	2999
476	0,796	9 / 50	77°	26 %	83,5%	185°	39	2,8	7 / 4.1.40	
124	0,784	22 / 50	71°	24 %	81,5%	187°	27	--	8 /28.12.39	3011
96	0,782	29 / 48	82°	12,5%	82,5%	178°	18,5	--	9 /27.12.39	3013
27	0,781	30 /48,5	79°	17 %	85 %	175°	17	--	9 /10.1.40	3043
[illegible]	0,786	23,5 /48	83°	15 %	84 %	178°	23,5	--	10 /14.1.40	3045

Vers. Nr.	Kontakt	°C	Fahrweise	Betr.-Stunden	Spez. Gewicht	Ap. I /
Einfüllprodukt: Rest-Di aus P 1271 v. Ka 804 -160° red.v.15.5.39					I,754	45 /
1a	6718 (15 NiS, 85 WS_2)	485		123	0,781	7 /
"	"	485	50 atm Du 0,9	65	0,786	7 /
2	7019 (84 A-Kohle, 12 Cr_2O_3, 4 V_2O_5)	485	2 cbm H_2/kg ohne P 471	30	0,774	3/4
3a	3510 (30 ZnO, 15 MgO, 55 MoO_3) vgl. a.Ber.142261	476		148	0,784	10,5/
"	"	485		196	0,782	7 /
		485	Ofen vorher 150 Std. mit P 1399 x90 %	195	0,781	5 /
Einfüllprodukt: Aromatenhaltiges Mischbenzin aus Steinkohlenteer (KW 540961) red. v. 6.11.					0,796	17 /
1 b	6718	476	Fahrweise	176	0,810	-3 /5
		485	s.o.	208	0,806	-5 /5
4	7492 (85 WS_2, 15 CuS)	485		124	0,800	-7 /4
Einfüllprodukt: P 1233 - 6434 - Bi v. Ka 501 790° red.v.17.11.					0,798	31,2 /
2	6718	485		206	0,810	-3 /5
2 b	3510	476	Fahrweise	71	0,810	1,5 /
		485	s.o.	127	0,808	1,5 /5
5	7502 (42 WS_2, 8 NiS, 50 Cr_2O_3)	485		122	0,804	10 /52
6	7496 (85 WS_2, 13,5 NiS, 1,5 CuS)	485		74	0,800	3,5 /5
7a	6525 (75 FeS, 25 WS_2)	485		53	0,799	26,5 /
8a	6623 (85 FeS + 15 Tl. 6718) Vgl. Ber.115981	485		67	0,800	24,5 /

Tabelle 1.

Zeit, Stunden	Spez. Gewicht	Ap. I / II	Siede-beginn	-100°	-150°	End-punkt	% Aromat	VG/E	Ofen / Tag	Ofenblatt
v.13.5. 39	1,754	45 / 48,5	60°	37%	88,5%	167°	3,3			
123	0,781	7 / 54	63°	43%	0,5%	176°	45	4-5	15 /5.6.5.	2595
[redacted]	0,786	7 / 56,5	65°	40 %	90 %	175°	47,5	---	2 /19.10.	2858
[redacted]	,774	3/4 51,5	50°	59 %	95 %	179°	46	---	11 /23.10.	2870
[redacted]	0,784	10,5/ 59	60°	37%	87 %	180°	44	3,4	13 / 10.11.	2905
196	0,782	7 / 54	60°	36%	89 %	168°	45,5	4,8	13 /12.11.	
195	0,781	5 / 55	50°	41%	88 %	170°	47,5	---	10 / 2.11.	2878
11.	0,796	17 / 49	90°	12 %	90 %	162°	30			
176	0,810	-3 /52,2	86°	21%	90 %	170°	52,5	3,8	6 /15.11.	2908
208	0,808	-5 /50,5	--	---	---	--	53	---	6 /16.11.	
124	0,800	+7 /48	65°	28%	87 %	174°	52	8,7	4 /15.11.	2914
v.17.11.	0,798	31,2 /51	96°		73,5%	189°	19			
206	0,810	-3 /50,5	85°	24%	91,5%	168°	51	1,8	6 /25.26.11.	2936
71	0,810	1,5 /53	81°	6,5%	74,5%	207°	49	9,2	13 /5.12.	2970
127	0,808	1,5 /52	63°	12,5%	76 %	198°	48	11,3	13 /7.12.	
[redacted]	804	10 /52,5	72°	10 %	75,5%	206°	40	---	8 /6.12.	2960
[redacted]	800	3,5 /51	48°	10%	76,5%	201°	46	—	13 /28.11.	2948
[redacted]	0,799	26,5 /51	75°	3%	75 %	198°	23	--	5 /8.12.	2978
67	0,800	24,5 /51	96°	2%	80 %	193°	25	--	8 /10.12.	2979

TITLE PAGE

3. Einige Moeglichkeiten der Waermezufuhr bei der Benzindehydrierung ueber 6718.

On some possibilities of supplying heat in dehydrogenation of gasoline over 6718.

Frame Nos. 450 - 456

Dell

Versuche
Lu.558

25.Oktober 1939/E

450

Einige Möglichkeiten der Wärmezufuhr bei der Benzindehydrierung über 6718.

Kontakt 6718, Durchsatz 0,5 kg/Ltr.Kat/Std., Wasserstoff 2 m^3/kg Benzin, Temperatur 485°C.

Erforderliche Wärmezufuhr angenommen:

maximal 150 kcal/kg Benzin = 0,175 KWh/kg Benzin

minimal 100 Kcal/kg Benzin = 0,116 KWh/kg Benzin.

Für einen 8,5 m^3 Ofen entspricht das

a) maximal 640 000 Kcal = 740 KWh

b) minimal 430 000 Kcal = 500 KWh

Zusammenfassung.

1) Kontakt als Heizwiderstand.

Elektr. Widerstand eines 8,5 m^3 Ofens ca. 0,4 Ohm

Brennspannung	a) 530	b) 440 Volt
Stromstärke	a) 1400	b) 1100 Ampère
Stromverbrauch	a) 175	b) 116 KWh je Tonne Benzin.

Vorteile: Einfache Handhabung und Regulierbarkeit. Keine Fremdstoffe im Reaktionsraum. Kein Wasserstoffverbrauch.

Nachteile: Elektrische Installation und Isolierung des Ofens nicht ganz einfach. Relativ hohe Spannungen. Über die gleichmässige Erhitzung des Kontaktes liegen noch keine Erfahrungen vor.

Hochdruck-Dpt.

Hochdruckversuche
Fe/Lu.558

25.Oktober 1939/H

450

Einige Möglichkeiten der Wärmezufuhr bei der Benzindehydrierung über 6718.

Kontakt 6718, Durchsatz 0,5 kg/Ltr.Kat/Std., Wasserstoff 2 m^3/kg Benzin, Temperatur 485°C.

Erforderliche Wärmezufuhr angenommen:

maximal 150 Kcal/kg Benzin = 0,175 KWh/kg Benzin

minimal 100 Kcal/kg Benzin = 0,116 KWh/kg Benzin.

Für einen 8,5 m^3 Ofen entspricht das

a) maximal 640 000 Kcal = 740 KWh

b) minimal 430 000 Kcal = 500 KWh

Zusammenfassung:

1) Kontakt als Heizwiderstand:

Elektr. Widerstand eines 8,5 m^3 Ofens ca. 0,4 Ohm

Brennspannung	a) 530	b) 440 Volt
Stromstärke	a) 1400	b) 1100 Ampère
Stromverbrauch	a) 175	b) 115 KWh/Je Tonne Benzin.

Vorteile: Einfache Handhabung und Regulierbarkeit. Keine Fremdstoffe im Reaktionsraum. Kein Wasserstoffverbrauch.

Nachteile: Elektrische Installation und Isolierung des Ofens nicht ganz einfach. Relativ hohe Spannungen. Über die gleichmässige Erhitzung des Kontaktes liegen noch keine Erfahrungen vor.

2. Sauerstoff: a) 1,5 bezw. b) 1,0 Vol.% O_2 zum Kreislaufgas

Sauerstoffverbrauch: 125 bzw. 85 m^3 je Ofen/Std.

Wasserstoffverbrauch 250 bezw. 170 m^3 je Ofen/Std.

Vorteile: Keine Änderungen an vorhandenen Öfen, Benutzung der Kaltgasleitungen zur O_2-Zufuhr, keine schwer entfernbaren Fremdgase.

Nachteile: Vorsichtsmassregeln wegen Knallgasgefahr, Wasserdampf im Kreislaufgas.

3. Kohlenoxyd: a) 3,6 Vol.% b) 2,4 Vol.% zum Kreislaufgas.

Kohlenoxydverbrauch a) 300 bezw. b) 200 m^3 je Ofen/Std.

Wasserstoffverbrauch a) 900 bezw. b) 600 m^3 je Ofen/Std.

Vorteile: Keinerlei Änderungen an vorhandenen Apparaturen (mit Ausnahme der CO-Zumischung).

Nachteile: Äthan-Anreicherung im Kreislaufgas. Hoher Wasserstoffverbrauch. Unbekannte Einflüsse auf die Reaktion.

4. Wärmezufuhr durch Heisgas und im Spitzenvorheizer.

Vorteile: Keine Änderungen der sonst hochdruckmässig üblichen Fahrweise.

Nachteile: Übertemperaturen, die an der Grenze der Materialbeanspruchbarkeit liegen und deren Einfluss auf die Produkte und den Kontakt bei Dauerbeanspruchung unbekannt ist. Gleichmässige Verteilung der Heisgaszufuhr technisch noch nicht gelöst.

5. Dehydrierung ungesättigter Benzine als Energiequellen.

Vorteile: Keinerlei Änderungen an der bei der Benzinierung üblichen Fahrweise. Kaltgaszufuhr entbehrlich.

Nachteile: Verdünnung der entstehenden Aromaten durch Paraffine. Verfahren ist an das Vorhandensein olefinischer Benzine geknüpft und noch in keiner Weise erprobt.

-3-

6. Zusatz gasförmiger Olefine kommt wohl nicht in Betracht, Reaktionen ungeklärt. Anreicherung von gasförmigen Kohlenwasserstoffen im Kreislaufgas.

7. Indirekter Wärmeaustausch zwischen exthermer Aromatisierungsreaktion und endothermer Dehydrierung. Der Vollständigkeit halber erwähnt: Technisch nicht gelöst.

8. Diskontinuierliche Fahrweise, mit abwechselndem Aufheizen des Kontaktbettes und Abkühlen durch die Dehydrierreaktion.

1.) Kontaktbett als elektrischer Widerstand.

Ein Handversuch mit zerkleinerten 6718-Pillen in einem Quarzrohr von 20 mm ø nur 10 cm Länge hat ergeben, dass der Dehydrierkatalysatorkontakt genügend Leitfähigkeit hat, um bei ca. 500°C bei starker Wärmeabfuhr durch direkte elektrische Beheizung die Temperatur gehalten zu werden. Auch das Aufheizen von Raumtemperatur ist, ohne weiteres möglich, doch sind beim kalten Kontakt sehr viel höhere Spannungen erforderlich. Auch 4 mm Pillen liessen sich gut als Widerstandsmaterial verwenden. Versuche mit grösseren Pillen unter Betriebsbedingungen stehen noch aus. Der bei Rotglut (noch ohne Temperaturmessung) gemessene Widerstand der leicht gepressten 1-3 mm 6718-Körnung betrug ca. 3 Ohm bei 3 cm²-Querschnitt und 10 cm Länge. (7019 hat etwa den halben Widerstand). Die Füllung eines 18 m Ofens mit 8,5 m³ feinkörnigem Kontakt würde danach bei Reaktionstemperatur einen elektirschen Widerstand von etwa 0,4 Ohm aufweisen. (Diese Angabe ist zunächst nur als erste Anhaltszahl anzusehen. Der elektrische Widerstand von 10 mm Pillen

wird wegen der geringeren Zahl von Berührungsstellen je Raumeinheit voraussichtlich grösser sein).

Unter der Annahme, dass 150 Kcal = 0,175 KWh bei der Dehydrierung von 1 kg Benzin zuzuführen sind, ergibt sich bei Durchsatz 0,5 ein Wärmebedarf des Ofens von 750 KWh, die dem Ofen unter der Annahme des genannten Widerstandes mit einer Strombelastung von ca. 1400 Ampère bei einer Spannungsdifferenz 530 Volt zwischen oberem und unterem Ende des Kontaktbettes zugeführt werden können. Bei Zufuhr von 1/3 dieser Energiemenge auf anderem Wege (z.B. durch Kombination mit einem der anderen hier aufgeführten Möglichkeiten), würde man mit der technisch üblichen Spannung von 440 Volt und 1100 Ampère auskommen. Von Ausführungsformen dieses Heizprinzips erscheint die einfachste die mit einer isolierten Stromzuführung durch den Ofendeckel und Stromableitung durch den geerdeten Boden. Eine Unterteilung des Heizbettes in mehrere Stromkreise ist auf verschiedene Weise denkbar, z.B. mit geerdeter Ofenmitte oder unter Benützung Porzellan-isolierter hohler Stromzuführungen, die gleichzeitig als Thermoelementhülsen dienen könnten. Bei der Wärmeisolierung des Ofens ist darauf zu achten, dass ein bei 500°C elektrisch nichtleitendes Material nach Art der Steatit - Magnesia-Fabrikate benützt wird.

2.) Sauerstoff als Energieträger.

Bei Verbrennung von Wasserstoff mit Sauerstoff werden je m^3 O_2 5100 Kcal frei (gegenüber 2150 bei der CO/H_2-Reaktion). Unter der Annahme eines Wärmezuführbedarfs der Dehydrierreaktion von 150 bezw. 100 Kcal/kg Benzin sind für den Ofen 125 bezw. 85 m^3 O_2/Std. erforderlich. Das entspricht einem Zusatz von 1,5 %,

1,Vol.% O_2 zum Kreislaufgas. Bei Verteilung der O_2-Zufuhr auf die vorhandenen 6 bis 8 Kaltgaszuführungen würde die O_2-Konzentration im Ofen nirgends 0,2 bezw. 0,15 Vol.% O_2-Partialdruck 0,1 bezw. 0,07 Atm. übersteigen.

2.) Kohlenoxydzusatz.

Die Reaktion $CO + 3\ H_2 \rightarrow CH_4 + H_2O$ liefert 2150 Kcal je m^3 CO. Bei 150 bezw. 100 Kcal Wärmezufuhr je kg Benzin werden 300 bezw. 200 m^3 CO je Ofen/Std. benötigt, entsprechend 3,6 Vol.% bezw. 2,4 Vol.% vom Kreislaufgas. 6718 Dehydrierung mit CO/H_2-Gemisch 1:9 wird zur Zeit in 100 ccm Gasphasenofen geprüft, um über den Einfluss der CO/H_2 Reaktion auf die Dehydrier-Reaktion und über die Reaktionsprodukte der CO-Umsetzung Unterlagen zu erhalten.

4.) Überhitzung im Vorheizer und Wärmezufuhr durch Heizgas.

Die Übertemperaturen, die das Produkt und der Kontakt verträgt, wird z.Z. im 100 ccm Gasphasenofen geprüft. 20° Übertemperatur ist nach dem ersten vorläufigen Ergebnis eines Versuchs bei 215 (statt 485°) ohne Einfluss auf spez.Gewicht und Menge des Anfalls (nach älteren Versuchen mit einem Tonerde-Ni-W-Kontakt) dürfte auch eine Übertemperatur von 40° noch zulässig sein, ohne die Vergasung wesentlich zu erhöhen.)

5.) Hydrierung ungesättigter Benzine als Energiequelle.

Die Hydrierung von Diisobutylen zu Isooktan liefert 280 Kcal/kg. Da der meist geringe Olefingehalt naphthenischer Benzine bei der Dehydrierung über 6718 noch weiter abnimmt, ist anzunehmen, dass

die Hydrierung ungesättigter Benzine zu Paraffinen bei 30 Atm. über 6718 ziemlich quantitativ und ohne Vergasung neben der Dehydrierung der Naphthene zu Aromaten verlaufen wird. Bei Verwendung einer Mischung aus 2 Teilen 5058/6434 Steinkohlebenzin, das bei der Dehydrierung 140 Kcal/kg verbraucht und 1 Teil Diisobutylen oder irgend einem anderen olefinischen Benzin, z.B. Krackbenzin, Synthesebenzin oder Polymerbenzin das 280 Kcal/kg Olefine liefert, müsste man die Naphthen-Dehydrierung mit der gleichzeitig verlaufenden Olefinhydrierung heisen können, bezw. eine doppelte Umsetzung fast ohne Wärmetönung Naphthene + Olefine = Aromaten + Paraffine herbeiführen können.

In einem kurzen Modellversuch wurde eine Mischung 1:1 aus Restbenzin aus Kammer 804 und Synthesebenzin bis 150°C mit ca. 30 % Olefinen von Dr. Michael unter normalen Dehydrierbedingungen über 6718 gefahren. Das Reaktionsprodukt enthielt 24,5% Aromaten gegenüber 49 % beim Restbenzin allein. Vergasung des Synthesebenzins wurde nicht beobachtet. (Anfangswerte)

Man könnte also z.B. daran denken, aus einem Teil des 5058 vorhydrierten Produktes durch Kracken ein olefinreiches Benzin herzustellen und dieses gemeinsam mit 6434 Benzin der Dehydrierung zu unterwerfen. Wie weit bei solchen Reaktionen Umsetzungen zwischen Olefinen und Aromaten bezw. Naphthenen stattfinden, die u.U. zu höheren Aromaten führen, wäre zu prüfen

6.) Zusatz geringer Olefine.

Die dabei stattfindenden Reaktionen lassen sich zunächst nicht übersehen. Möglich erscheinen neben der Hydrierung von Äthylen, Propylen und Butylen zu Äthan, Propan und Butan

auch Polymerisations- und Alkylierungsreaktionen. Jedenfalls sind alle möglich erscheinenden Reaktionen exotherm und könnten als Wärmelieferanten für die Dehydrierung der Naphthene in Betracht gezogen werden.

7.) Indirekter Wärmeaustausch zwischen einer exothermen Reaktion z.B. der Aromatisierung von Steinkohle-Mittelöl bei z.B. 250 Atm. und der Dehydrierung über 671B bei 50 Atm., dürfte technisch nicht leicht zu beherrschen sein, erscheint aber im Prinzip möglich. (Röhrenbündelofen)

8.) Wechselweises Aufheizen des Kontaktes durch fremde Mittel und Abkühlen durch die Dehydrierreaktion.

Auf diese Möglichkeit ist der Vollständigkeit halber hinzuweisen. Das Aufheizen könnte z.B. durch Heizgas, CO/H_2, oder eine Verbrennungsreaktion erfolgen.

Für das ganze Problem ist noch in Betracht zu ziehen, dass nach Kleinversuchen die Dehydrierung über 671B auch bei 20 Atm. gute Ergebnisse geliefert hat. Das Arbeiten bei diesem niedrigen Druck würde u.U. grosse apparative Vorteile bringen. Bei diesem Druck käme auch das Arbeiten mit abklingenden bewegten Kontakten in Frage.

gez. Peters.

TITLE PAGE

4. Katalytische Dehydrierung von 5058/6434 Scholvener Abstreifer-Schwerbenzin Fraktion 90-180°C und 7019-Aromatisierungsbenzin Fraktion 160-190°C ueber K 7360.

Catalytic dehydrogenation of 5058 Scholven heavy stripper gasoline fraction 90-180°C and 7019 aromatization gasoline fraction 160-190°C over K 7360.

Frame Nos. 457 - 461

Katalytische Dehydrierung von 5058/6434 Scholvener Abstreifer-Schwerbenzin Fraktion 90-180°C und 7019-Aromatisierungsbenzin Fraktion 160-190°C über K 7360.

Bei 15 Atm. Gesamtdruck (12 Atm. H_2-Druck) wurde aus 5058/6434 Scholvener Abstreifer Schwerbenzin 90-180°C (P 1400) über K 7360 ein Benzin erhalten, das einwandfreie Teste hatte und im Überladeversuch mindestens so gut war wie VT 706. Durch Verschneiden mit dem Leichtbenzinanteil (-90°C) der Hydrierung war der Dampfdruck zu hoch geworden (0,608 Atm.)

Ein 7019-Aromatisierungsschwerbenzin Fraktion 160-190°C, das unter den gleichen Bedingungen gefahren wurde, hatte nach Zumischung des Hydrierbenzins bis 160°C niedrigen Dampfdruck (0,249 Atm.), aber schlechten Bomben- und H_2SO_4-Test. Versuche, das Dehydrierungsbenzin drucklos ohne Aufhydrierung zu raffinieren, werden gefahren.

Es erscheint nicht unmöglich, die Dehydrierung von 5058/6434-Benzinen bei so niedrigen Drucken durchzuführen, dass die für katalytisches Kracken entwickelte Apparatur mit automatisch gesteuerten Heissventilen eingesetzt werden könnte.

Die Versuche wurden bei Durchsatz 0,5 Vol/Vol.Kat/Std. und 6-stündiger Cyklusdauer gefahren. Wieweit sich Durchsatz und Cyklus-Dauer vergrössern lassen, wurde nicht untersucht.

Durch SO_2-Propan-Zerlegung wurde aus dem dehydrierten Scholvener Benzin, das nach Zumischung des Leichtbenzins 53% Aromaten hatte, 55 % Extrakt (Aromatenreich) und 45 % Restbenzin erhalten. Der Extrakt enthält 28,6 % Toluol.

16297

Das dehydrierte 7019-Benzin hat nach Leichtben 1 Ansatz 65,5 % Aromaten und liefert 66,5 % Extrakt mit 13,2% Toluol sowie 33,5 % Restbenzin.

Ausführung der Versuche:

Die Benzine wurden im 800-ccm-Ofen gefahren. Das 5058/6434-Schwerbenzin bei Durchsatz 0,5 Vol/Vol/Std., 510°C und 625 Ltr.Gas/Ltr.Öl, das Aromatisierungsschwerbenzin bei Durchsatz 1, 515°C und 625 Ltr.Gas/Ltr.Öl. Der Gesamtdruck betrug 15 Atm. Der Ofen fährt ohne Gaskreislauf.

Die dehydrierten Benzine wurden nach dem Abschneiden bei 200°C mit den entsprechenden Mengen Leichtbenzin aus den Hydrierstufen gemischt. Das Verhältnis der Mischkomponenten war beim 5058/6434-Benzin 1 Teil Leichtbenzin zu 5 Teilen Dehydrierbenzin, beim 7019-Aromatisierungsbenzin 9 Teile Leichtbenzin zu 10 Teilen Dehydrierbenzin.

Die Überladezahlen sind am kleinen Motor ermittelt.

In Zusammenarbeit mit:
Dr.Hirschberger
Dr.Fürst
Dr.Dohn

gez. Free.