

TITLE PAGE

5. Besprechung in Brûx am 26.11.43 vermittags - über den Stand der Gasphase.

Discussion held during the morning of 26 Nov. 1943 in Brûx on the present status of work in the gas phase.

Frame Nos. 740 - 748

1. Reaktions- und ...

2. ...

3. ...

4. ...

5. ...

6. ...

7. ...

8. ...

II. Betriebsdaten und Ergebnisse der Vorhydrierkammern (I. Anlage)

Alle drei Kammern enthalten im ersten Ofen Kontakt 5050 im zweiten, dritten und vierten Ofen Kontakt 3376. Vor einiger Zeit wurde eine Kammer mit drei 8376-Ofen vorn und den 5050 hinten gefahren. Diese Fahrweise brachte jedoch keine Vorteile. Wegen der grossen wärmetechnischen Nachteile wurde diese Fahrweise wieder aufgegeben. Die Betriebszeiten der Kammer sind darauf noch nicht eingegangen.

Zu den Bedingungen ist zu sagen: Bei einem Gesamtdruck von 300 atm ist der Wasserstoffpartialdruck mit 77% niedrig. Ausserordentlich günstiglich (anscheinend 82er und nicht nur kaszauernd!) ist der Gesamtdruck durch Ausfall von Komponenten auf unter 250 atm gefallen, wobei dann der H_2 -Partialdruck im Ofenbereich auf nur 50 atm im Ofen ausgang sogar nur auf 140 atm betrug. Der Partialdruck der H_2 in den Kammern zwischen 0,43 und 0,46. Die Gasleistung ist konstant und liegt bei $2,7 \cdot 3 \text{ l m}^3/\text{kg}$. Wegen der hohen H_2 -Konzentration sind die Reaktionen und verhältnismässig wenig Energieaufwand erforderlich.

Auffallend niedrig ist bei allen Kammerarten die Druckverluste in Kammer 7. Die Kammer vor Kammer 8 geschaltet, die der 80er hinter 100er stand. Der getragene Ofen 2 war damals alle Ofen. Der erste Ofen (5050) ist durch einen Einbruch von Kupfer lange geschädigt.

Die allgemein hohe Betriebstemperatur von fast 25 MW besagt, dass die Kontakte nicht mehr sehr aktiv sind.

Das Einspritzprodukt für alle drei Kammern ist das gleiche. Es ist siedende $335 \cdot 340^\circ\text{C}$ und enthält ca. 16% Phenole. Die Basenzahl mit 350 mg/ltr. ist sicherlich falsch; sie muss um eine 10er Potenz grösser sein. Der Aromengehalt ist mit 10 mg/l ebenfalls sehr hoch.

Alle drei Kammern werden auf spez. Gew. 0,810 gefahren. Vor etwa 2 Wochen (ca. 13.11.47) sank dabei der B-Mittelöl-Anilinpunkt bei allen drei Kammern von ca. 54 auf ca. 50. Die Phenolreduktion ist gut, die Basenzahlen auch; sie sind jedoch bei allen drei Kammern in letzter Zeit mehr oder weniger angestiegen.

Die in der Tabelle 1 unten angeführten Zahlen von Proben nach den ersten Ofen zeigen, dass diese Ofen bei Kammer 7 und 8 sehr wenig leisten. So werden beispielsweise nur ca. 50% der Phenole reduziert. Von einem neuwertigen 8376 an erster Stelle würde man z. B. etwa 90% Phenolreduktion erwarten können (Vgl. Ergebnisse von Pöltz) (Ver 220871).

Es wurde Brück empfohlen, die Temperatur in Ofen 1 zu erhöhen.

Insgesamt besagen die Daten der Vorhydrierkammern, dass die Vorhydrierung in Brück nicht zufriedenstellend arbeitet. Nach relativ kurzen Betriebszeiten arbeiten die Kontakte schon bei hohen Temperaturen. Als Gründe hierfür wurden diskutiert:

- 1.) Die starken H_2 -Partialdruckschwankungen
- 2.) Zeitlich fällt ein stärkeres Abklingen der Vorhydrierung zusammen mit der Zugabe des abgestossenen Waschlöses in die Sumpfbetriebferdestillation, die das Gasphaseinspritzprodukt liefert. Dieses Produkt enthält (neben As_2) auch Diäen, ferner Polymerisationsprodukte aus den Schwefelgasen. Es wäre möglich, dass vor allem das Diäen den Kontakt vergiftet.

Es wurde versucht, die Antriebsleistung zu erhöhen, um die Schädlichkeit des Abgasen zu vermindern. Die Erreichung dieser Ziele kann nur durch die Erreichung der S-Phase, welche durch die Vergrößerung des Schmelzpunktes durch Kleinapparatveränderungen in der S-Phase erreicht werden (40-Grad ist 10% Vorlauf). Nachherweise ist es zweckmäßig, die A-Mittelöl etwas niedriger abzu-schneiden (auch in Hinblick auf den bisher noch nicht aufgeklärte Kontakt-schädigungen beobachtet die teilweise mit der Verarbeit. von Brück Thor A-4 S-Mittelöl (-105°) zusammenfallen.)

Wir geben Herrn Dr. Brandl gegenüber der Meinungs-Änderung dass wir die Druck-schwankungen und den zeitweilig sehr geringen H₂-Partialdruck für sehr bedenklich halten und dass unterhalb 180 at H₂ mit irreversiblen Abgas-schädigungen gerechnet werden muss.

Zur Durchführung von Kleinapparatveränderungen ersuchen wir von Brück an Adresse Dr. Müller / Bau 10 400.

- 1) 2 Fass der "Ergosterogen-Wachöl" redestillieren auf 330° C und vorhydrieren
- 2) 1 Fass Kopfprodukt der Sumpfabtreiferdestillation + Kluspritsprodukt der Vorhydr. (mit Wachölgehalt) ohne Redestillation vorhydrieren (falls nicht durch neu gebildete Restenolate Schwierigkeiten entstehen)
- 3) 1 Fass rohes Schweleroil "Mittelöl" redestillieren auf 330° C und vorhydrieren

III. Betriebsdaten und Ergebnisse der 6434-Stufe. (Tabelle 2)

In Brück sind 2 vierzylinder-6434-Kamern in Betrieb. Kammer 11 hat nach einer noch nicht langen Betriebszeit einige Zeit still gelegen und läuft nun wieder seit 18 Tagen. Kammer 12 ist seit 31 Tagen noch sehr jung. Der Gesamtdruck beträgt in 6434-Kreislauf ebenfalls 300 at. Der 6434-Kontakt erhält kein Frischgas direkt. Der Gasbedarf wird aus dem Vorhydrierungskreislauf in den 6434-Kreislauf entspannt. (Der Vorhydrierungs-Kreislauf bezieht seinen Gasbedarf wiederum aus dem S-Phase-Kreislauf, dem alles Frischgas zugeführt wird). Der H₂-Partialdruck ist daher mit 60% = 180 at sehr niedrig. Beide Kamern werden mit 45% Rücklauföl in der Einspritzung mit 50-55% Benzol gefahren. Die Durchsätze sind gering, besonders bei Kammer 11. Trotz dieses niedrigen Durchsatzes fährt Kammer 11 bei der relativ hohen Temperatur von über 20 MV und braucht sehr wenig Kaltgas. Kammer 12 fährt bei ca. 18,5 MV und verbraucht enorme Kaltgas-mengen. Die Vergasung wird nur für beide Kamern gemeinsam bestimmt und beträgt 17-18% (Für Kammer 11 geschätzt 15% für Kammer 12 geschätzt 15-16%).

Dr. Becker empfiehlt, bis zur Beseitigung der Schwierigkeiten in der Vorhydrierung die Kammer 11 stärker zu belasten und damit die noch gute Kammer 12 durch Entlastung zu schonen.

IV. Mitteilungen über die Versuchs- und Erzeugnisse der Hydrierung
Produkte

Wir erhielten von Brück mit Brief vom 2. 6. 1925

1. Essigsäureprodukt für Verhydrierung (das wir ohne
 ohne Schutz an angeschlossenen Wäschel)

2. Essigsäureverhydrierungsabstreifer

3. Essigsäurebenzolinierungsabstreifer

1) Die Verhydrierung des Essigsäureproduktes ergab:

Temp.	% B1 im Abschei- fer	Anteil an B-Mittel	Anteil an B1-Mittel	Benzolzahl Mittel	Siedepunkt Mittel
19	52	46	1.0	etwas	111
20	55	51	0.4	noch	117
21	55	53	0.2	aus	120
22	58	57	0.005		123

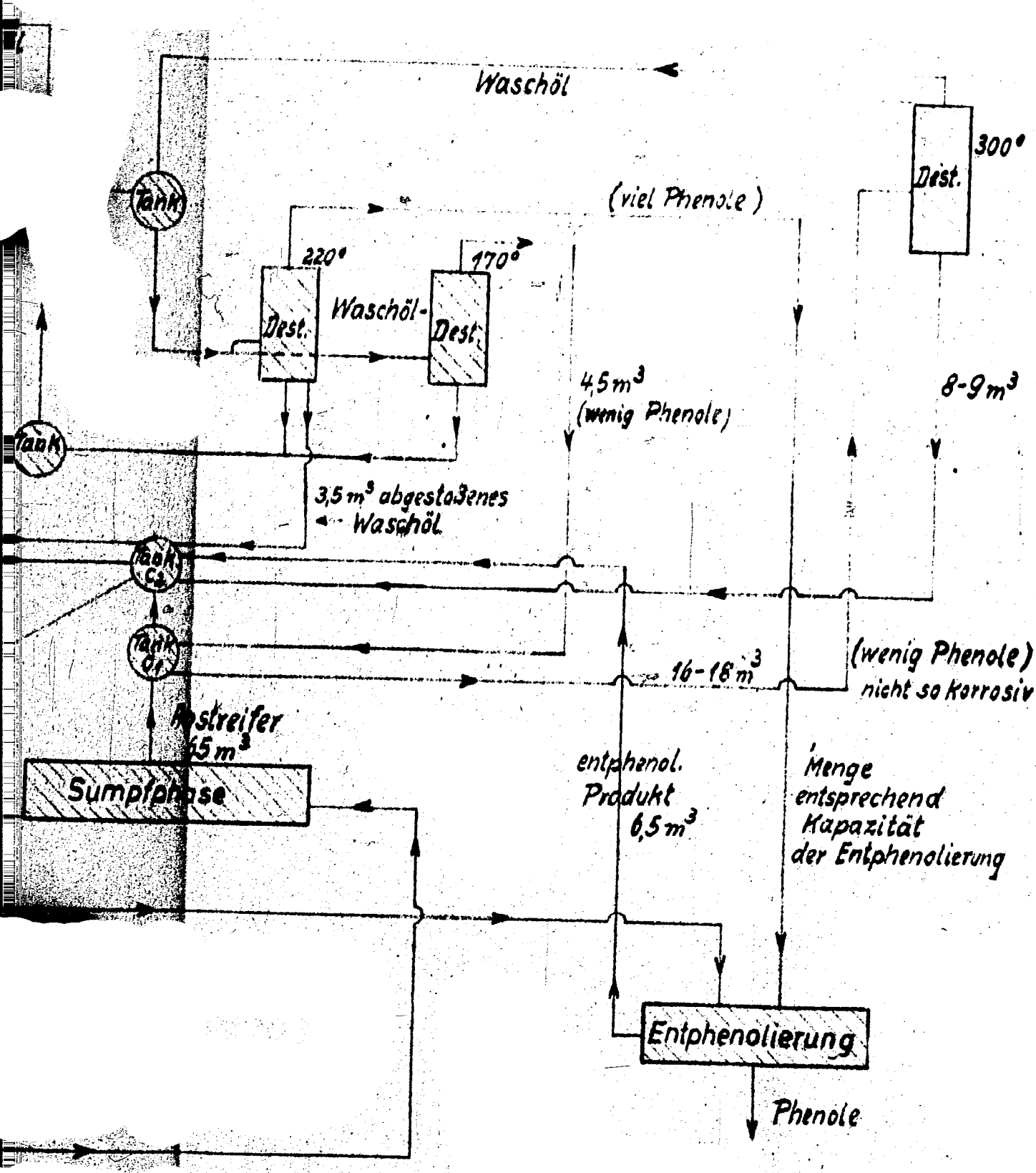
2) Der Rückstand über 150°C aus dem Verhydrierungsabstreifer konnte
 unter den üblichen Benzolinierungsbedingungen schon bei 18.5 MV auf
 ca. 50% Benzin gefahren werden (Benzolinierbarkeit 40-50%, hervor-
 ragend). Dieses Produkt ist das beste B-Produkt von allen Hydrierwer-
 ken.

3) Ferner wurden Dr. Brandl die analytischen Untersuchungsergebnisse
 der anderen Produkte mitgeteilt. Zwischen unseren und den Brück'schen
 Ergebnissen besteht nur eine grössere Diskrepanz bei der Benzolzahl
 des Verhydrierungsabstrahers, die bei uns etwa 10 mal so gross
 gefunden wurde wie in Brück. Unsere Zahl dürfte richtig sein.

Betriebsdaten und Ergebnisse der 6. Stufe

Kammer Zahl der Röhren Kontakt	11 4 5 3 2 4 mit 1124	11 4 5 3 2 4 mit 1124
Betriebsdauer Tage	15	15
Druck	300	300
H ₂ -Partialdruck	60/100	60/100
Eingangsgas	250	250
Fließgesch.	1000/3000/3000/1000	1000/3000/3000/1000
ToA. % H ₂ S im Eingangsgas	0.1	0.1
Druckdifferenz	5	5
Temperatur	20-100 Inhaltort	20-100 Inhaltort
Einprüfung	13/10 (steigend)	13/10
Durchsatz	0.15	0.15
Zusammensetzung	55 H ₂ prod. 45 Stickstoff	55 H ₂ prod. 45 Stickstoff
Einpr. Produkt		
spez. Gew./20°	0.800	0.800
Siedepunkt	52-54	52-54
Basenzahl	3.4	3.4
Ethylgehalt	200 = 0.02	200 = 0.02
Anfall spez. Gew./20°	0.750 - 0.780	0.750 - 0.780
Kristall. (P. 145-150°)	50-55	50-55
Verfärbung	gelblich	gelblich

duktschema Brück (Lage am 26. XI. 43.)



97