

700194

27. Dezember 1941.

4/12/5

Herrn Direktor Alberts.

V 7
K
001545

Betrifft: Versuche mit Nickelhydrierkontakt.

In der Anlage überreiche ich einen Bericht über die Versuche mit Nickelhydrierkontakt. Wir hatten uns zur Aufgabe gestellt, mit dem von Kompressorhaus zur Verfügung stehenden 90%igen Wasserstoff zu arbeiten, den von Kompressorhaus gelieferten Druck von 10 atm. zu verwenden und dabei festzustellen, 1.) wie die apparativen Abmessungen der Hydrierung sein müssen und 2.) welche Durchsätze und Kontaktausbeuten man erzielt.

Bei der Konstruktion der Versuchsapparatur wurde ein 25 mm weites Rohr in einen Wassermantel verwendet. Bei dem verhältnismäßig hohen Hydrierwärmen (ca. 300 Kal./kg elefantischen Benzol war es bei den hohen Belastungen schon etwas schwierig, bei der Versuchsapparatur die Wärme abzuführen. Es trat im Wassermantel eine Wärmestauung ein, die selbst bei Ausschaltung der Heizung zu unerwünscht hohen Dampfdrücken und damit hohen Hydriertemperaturen führte. Wir haben uns in der Form geholfen, daß wir in den Wassermantel eine Luftkühlung eingebaut haben. Durch Hinblasen von Preßluft konnte man jede in Rahmen der Versuche liegende Wärmeabfuhr leicht erreichen. Das Benzol wurde in einem der Apparat vorgeschalteten Verdampfer unter gleichzeitiger Einführung von Wasserstoff verdampft. Bei gealtertem Polybenzol wurden hier sehr schnelle Verlegungen der Verdampferapparatur beobachtet, und zwar durch schallockartige harte Harzmassen. In solchen Fällen mußten die Benzole vor der Verdampfung sorgfältig destilliert werden. Im Kontakt selber wurden Temperaturen gemessen, die, wie aus den Kurven hervorgeht, recht erheblich, und zwar um 40 - 120°C, über der Temperatur im Wassermantel lagen bei einer lichten Weite der Kontaktrohre von 25 mm. Bei 12 mm Kontaktrohren war diese Temperaturdifferenz auf ca. 12 - 15°C zusammengeschrunken. Es dürfte also betrieblich keineswegs empfehlenswert sein, über ca. 10 mm Kontaktrohre zu nehmen.

100195

001546

Wenn auch die Hydrierreaktion nicht gerade sehr temperaturempfindlich ist, so könnten wir doch bei Überschreiten von Temperaturen von etwa 270° Methanbildung beobachten. Für die konstruktive Durcharbeitung kann mit einer Belastung von 2,5 l Polybenzin pro Liter Kontakt gerechnet werden, d.h., pro m³ Polybenzin werden 400 l Kontaktraum benötigt. Da in der Größenlage etwa 2 m³/l zu hydrieren sind, so würde ich vorschlagen, 800 l Kontaktraum + 50 % Reserven vorzusehen. Rechnet man mit 30 mm Rohren und einer Ofenlänge von 4 m, so würde jedes Rohr 2,8 l Inhalt haben, somit man würde also 310 Rohre in Betrieb haben und ca. 150 Rohre in Reserve.

gez. Stamm

27. Dezember 1946

001547

Ni - Hydrierkontakt.

31,1 % Ni
62,5 % Kieselgur
2,8 % Cl_2O_3
1,2 % MgO
1,9 % K_2O
0,5 % CaO

Herstellung.

Zur Herstellung eines solchen Kontaktes werden Nickel- und Aluminiumnitrat in Wasser gelöst. Auf 100 g Ni $(NO_3)_2 \cdot 6 H_2O = 20,2$ g Ni 2000 ccm Wasser. In dieser Lösung wird die gewünschte Menge an Kieselgur zugeführt. Die zur Fällung erforderliche Menge Kaliumcarbonat in Wasser gelöst und dann das Nickel- und Aluminium bei $50^\circ C$ gefällt, kocht einige Minuten und gibt den Brei auf eine Porzellanutsche. Der Kuchen wird dreimal mit je etwa 1000 ccm heißem Wasser gewaschen. Nach dem Waschen wird der Kuchen aus der Utsche entfernt und mit MgO , CaO und KOH mit Wasser gut vermischt. Es wird dann so viel Wasser verdunstet, daß die Masse in der Fleischmaschine sich zu Klümpchen formen läßt. Nach der vollständigen Trocknung im Trockenschrank wird die Reduktion $1\frac{1}{2}$ Std. bei $450^\circ C$ durchgeführt. Das Schüttgewicht beträgt 0,9 . 1 l Kontakt = 500 g.

Hydrier-Apparatur.

Die Hydrierapparatur (Anlage 1) besteht aus einem stehenden glatten Reaktionsrohr von 600 mm Länge und 25 mm I.V., das mit einem heißen Wasserummantel von 37 mm I.V. umgeben ist. Der Raum zwischen dem äußeren Reaktionsrohr und innerem Wasserummantel wurde mit einer Luftschleife versehen. Zur Temperaturmessung im Reaktionsraum würde ein Rohr mit einem lichten

Durchmesser von 6 mm eingeführt. Die Kondensation erfolgt in einem Schlangenkühler. Die Verdampfung des Benzins geschieht in einem elektrisch beheizten Gefäß von 180 mm Länge und 80 mm l.W., wesselst auch der Hydrierwasserstoff zugeführt wird.

Aktivitätsprüfung.

Versuch 1 (Anlage II)

mit einer H_2 -Ausnutzung von 40 %.

Reaktionsrohr wurde mit 120 cm = 55 g Kontakt beschickt. 1 1/2 Std. bei 450°C reduziert. Zur Hydrierung wurde ein Crackbenzin mit einer Jodzahl von 260 benutzt. Als Hydriergas diente der gelieferte Elektrolytwasserstoff mit durchschnittlich 10 % H_2 . Versuch wurde mit der 2,5-fachen Belastung = 1 l Kontakt auf 2,5 l Kraftstoff und 10 atü gefahren. Die Temperatur im Wassermantel betrug 185°C, während die Temperatur im Kontaktstrom bis 200°C anstieg und nach Herabsetzung der Temperatur im Wassermantel auf 160°C, konnte die Temperatur im Kontaktstrom auf 250°C gehalten werden. Nach 791 Kontaktstunden hatte das hydrierte Produkt noch eine Jodzahl von 0, somit können bei der 2,5-fachen Belastung auf 1 l Kontakt, 1 960 l hydriertes Produkt = 0,81 g H_2 /kg Kraftstoff. Die H_2 -Ausnutzung lag auf 40 %.

Aktivitätsprüfung.

Versuch 2 (Anlage I)

Versuch 2 wurde in einer kleineren Apparatur mit 30 cm Kontaktstrom und mit einer höheren Ausnutzung des Wasserstoffs gefahren. Die Reduktion des Kontaktes erfolgte 1 1/2 Std. bei 450°C. Crackbenzin mit einer Jodzahl von 260 wurde als Ausgangsprodukt verwendet. Mit einem Druck von 10 atü und der 2,5-fachen Belastung wurde die Reaktionsmenge so gesteuert, daß eine 100%ige Ausnutzung des Wasserstoffs erreicht wurde. Das Hydriergas wurde mit 10 % H_2 eingesetzt und verläßt mit 27 % H_2 die Apparatur. Die Hydriertemperatur im Wassermantel betrug 170°C, während die Temperatur im Kontaktstrom 190°C zeigte. Die Jodzahl von hydriertem Produkt kam auch nach 796 Kontaktstunden, trotz der hohen Aus-

nutzung des Wasserstoffs, nicht über 1 hinaus. Auch hier zeigte sich, wie bei Versuch 1, daß auf einen Liter Kontakt ca. 2000 l hydriertes Produkt anfallen = 0,01 % Ni/kg Crackbenzin.

Versuch 3 (Anlage 4).

Versuch 3 wurde in der gleichen Apparatur wie Versuch 1 (120 cm Kontakt) und unter gleichen Bedingungen durchgeführt, statt Crackbenzin wurde Poly-Benzin mit einer Jodzahl von 160 eingesetzt. Auch die H_2 -Ansammlung wurde auf 64 % gebracht. Die Temperatur im Wassermantel betrug 175° , während die Temperatur im Kontaktraum auf 220° anstieg. Bis zu 400 Kontaktstunden konnten 962 l Poly-Benzin mit einem Liter Kontakt auf eine Jodzahl von 1 gebracht werden. Dieses entspricht 0,02 % Ni/kg Benzin.

Hierauf wurde das Einsatzprodukt gewechselt und eine C_6 -Fraktion mit einer Jodzahl von 70 eingesetzt. Die Belastung wurde auf 1:6 erhöht, das Endprodukt brachte nach 505 Kontaktstunden noch eine Jodzahl von 0, mithin kamen auf 1 l Kontakt = 204 l Kraftstoff = 0,01 % Ni/kg Benzin.

[Handwritten signature]

4. Anlagen:

Anlage 1 fehlt

