

2172  
Oberh.-Holten, den 26. Mai 1939.

Streng vertraulich!

Herrn Dr. H a g e m a n n  
" Prof. M a r t i n  
" Dir. A l b e r t s.

Sekretariat Hg.
Eingang: 31. 5. 1939
Lfd. Nr.: 1943
Beantw.: /

Gesamtbilanz Dauerversuch II.  
(Aromatisierung : Toluolherstellung)

Versuchsdauer: 1016 Reaktionsstdn. (42,5 Tage) entsprechend  
ca. 1450 Betriebsstdn. (60 Tage).

Durch einen Defekt des elektr. Versuchsofens - wobei ein Teil des Kontaktes vorübergehend auf über 1000° erhitzt wurde - mußte der Dauerversuch abgebrochen werden. Ein Teil des Kontaktes war mit dem Reaktionsrohr zusammengebacken und verloren gegangen.

Aus beiliegendem Kurvenmaterial ist zu ersehen, daß zwar die Aktivität des Kontaktes langsam zurückgegangen ist. Diese Tatsache konnte aber durch gleichzeitige Steigerung der Reaktionstemperatur wieder ausgeglichen werden, sodaß das anfallende Flüssigprodukt im Mittel ca. 40 Vol % Aromaten enthielt. Eine Steigerung von nur 20° Reaktionstemperatur innerhalb 700 Reaktionsstunden deutet auf ein sehr geringfügiges Nachlassen der Kontaktaktivität hin, zumal die Belastung pro R.-Std. 30 Vol % des Kontaktes betrug, gegenüber nur 10 Vol % beim ersten Dauerversuch. Zieht man ferner in Betracht, daß von der 575. R.-Std. ab die Reaktionstemperatur praktisch konstant geblieben ist so kann man sagen, daß innerhalb der letzten 450 R.-Std. überhaupt keine Verringerung der Kontaktaktivität eingetreten ist.

Bemerkenswert ist ferner, daß - abgesehen von den ersten 300 R.-Std. in denen der Kontakt nur mit 10 Vol % belastet war - trotz Temperatursteigerung keine Verschiebung des Wasserstoff-<sup>gas</sup>Crackverhältnisses eingetreten ist, im Gegensatz zu früheren Versuchen.

Zuletzt wäre noch zu erwähnen, daß - ebenfalls abweichend vom vorherigen Dauerversuch - die ausgewiesenen Verluste während des ganzen Versuches konstant geblieben sind. Sie betragen im Mittel 3,5 - 4 % vom Einsatz. Beim vorherigen Dauerversuch waren sie, trotz geringerer Belastung während des ganzen Versuches, nach annähernd der gleichen Zeit auf über 10 % vom Einsatz angestiegen.

Die Siedegrenzen des Einsatzproduktes lagen in allen Fällen zwischen 90° und 100°, meistens zwischen 90° und 99°. Die Fraktionen waren durch mehrfache Destillation aus dem A.K. Benzin herausgeschnitten worden.

Die Kontaktmenge beim Dauerversuch betrug ca. 130 gr. Der Kontakt bestand aus Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> als Trägermaterial und Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> als aktiver Substanz. Geringe Mengen Nickel und Mangan waren als Promotoren vorhanden.

130 gr Kontakt	47537 gr Einsatz	36922 <sup>gr</sup> Flüssigprodukt
		18489 gr Aromaten
<u>1 kg</u> Kontakt	365 kg Einsatz	284 kg Flüssigprodukt
		142 kg Aromaten

Die erhaltene Menge Flüssigprodukt betrug 78 % vom Einsatz. Läßt man die unausgewiesenen Verluste unberücksichtigt, so erhöht sich die Flüssigausbau auf 85 %. Die Toluolmenge ergibt sich zu 39 % bezogen auf den Einsatz oder 50 % bezogen auf das Flüssigprodukt.

Alle Werte sind in Gewichtsprozent angegeben. Nachfolgend eine Zusammenstellung der Gewichts- und Prozentzahlen von Wasserstoff, Crackgas, CH-Verlusten usw.

Gesamtbilanz.

Flüssigprodukt	36922 gr	77,7 %
Crackgas	3409 gr	7,2 %
Wasserstoff	1532 gr	3,2 %
CH (ausgewiesen) Verluste	1564 gr	3,3 %
unausgewiesene Verluste	<u>4110 gr</u>	<u>8,6 %</u>
	47537 gr	100,0 %
	=====	=====

Die unausgewiesenen Verluste betragen das Dreifache des Dauerversuches I. Dies dürfte größtenteils darauf zurückzuführen sein, daß die Kondensation der relativ niedrig siedenden Heptan-Heptenfraktion nicht leicht in der vorhandenen Apparatur durchzuführen war - zumal bei 30 % Belastung - sodaß die unausgewiesenen Verluste wohl hauptsächlich Flüssigproduktverluste sein dürften. Es entstehen ferner durch eine geringe Cracking stets gewisse Mengen (5 - 6 Vol %) niedriger als das Ausgangsprodukt siedende Anteile, bei obigem Dauerversuch 5 %, bezogen auf das Flüssigprodukt. Die Kondensation, speziell dieser niedrig siedenden Anteile, dürfte bei obigem Dauerversuch ebenfalls nicht völlig gelungen sein.

*Handwritten signature*

**Dauerversuch Aromatisierung (Fraktion 90 - 99°)**  
(Toluolherstellung)

(alle Werte ohne Berücksichtigung der unangewiesenen Verluste)

Vol% im Endgas Gew.% Knochgas Kontaktbelastung

Gew.% Flüssigprodukt Gew.% H<sub>2</sub>

Vol% Aromaten Gew.% Verlust

Gew.% Aromaten Temperatur

Temperatur (Kontakt)  
Kontaktbelastung in Vol%

