

00000860

Hydrogenation

Bag 3043 - 6

Target 30/4.02

Manufacture

For Sale

3042 - 3-1/4

Bag - Target

3042 - 3-1/4

00000852

Versuchs-Laboratorium
B. 108

Dr. Kaufmann.

Versuchsergebnisse zum Projekt Hydrieranlage Lützkendorf.

Mai 1938.

Übersicht.

	Seite
Veranlassung	2
Apparatur	3
Versuchsergebnisse	4
A. Gasphase	4
I. Katalysatoren	4
II. Einspritzprodukte	5
III. Schweflung des Einspritzproduktes	7
IV. Druck	7
V. Produktfaktor, Frischgasbedarf	8
B. Sumpfphase	9
Zusammenfassung	11

Veranlassung.

Die Wintershall A.G. hat sich entschlossen, in Lützkendorf in Zusammenarbeit mit uns eine Hydrieranlage zu bauen, die dazu dienen soll, aus Steinkohlenteerölen, bzw. Mischungen aus diesen mit aus dem Fischer-Verfahren anfallenden Mittelölen (Kogasin II) und mit aus der auch in Lützkendorf geplanten Erdölaufbereitung anfallenden Ölextraktionsrückständen, unter Umständen auch mit Fischer-Krackprodukten, etwa 50 000 jato Benzin zu erzeugen.

Eine Sumpfofen- und eine Benzinofenkammer ist hierfür vorgesehen. Betriebsdruck bis 600 Atm.

Im Hinblick auf dieses Projekt wurden im September vorigen Jahres zahlreiche Kleinversuche begonnen, die noch nicht abgeschlossen sind. Die wichtigsten Ergebnisse liegen jedoch vor und bilden die Unterlagen für die Konstruktion der Lützkendorfer Anlage. Die Versuche wurden gemeinsam mit Herrn Dr. Schrader im Versuchs-Laboratorium durchgeführt. Sie hatten in der Hauptsache das Ziel, die für die gemeinsame Verarbeitung zweier so grundverschiedener Produkte (Steinkohleöl - Kogasin) günstigsten Bedingungen für die Erzeugung eines Benzins mit dem spez. Gewicht von mindestens 0,740 und Oktanzahlen von möglichst über 60 aufzufinden.

Apparatur.

Für die Durchführung der Versuche standen außer kleinen 40 ccm-Kontaktöfen vorerst zwei 4 Liter-Ofen-Aggregate zur Verfügung, die bis dahin für Kohleextrakt- und Pechhydrierungsversuche (für Anlage Welheim) in Betrieb gewesen waren. Die für Sumpfofenversuche eingerichteten Kammern wurden nach geringfügigem Umbau zur Durchführung der erforderlichen Gasphaseversuche verwendet. Wenn auch die relativ kurze und dicke Ofenform (58 mm \varnothing , 1800 mm hoch) nicht gerade die günstigste hierfür ist, so ließen sich jedoch hiermit vollkommen einwandfreie Versuche durchführen. Infolge mangelnder Kaltgaszuführung mußte jedoch - je nach Wärmetönung - eine ziemlich hohe Temperaturdifferenz über die Kontaktlänge in Kauf genommen werden. Diese betrug bisweilen bis zu 3 mV. Die im folgenden angegebenen Ofentemperaturen (mV bei 20° Klemmentemp.) beziehen sich immer nur auf das höchstanzweigende Element. Man kann annehmen, daß bei der großtechnischen Ausführung des Verfahrens infolge besserer Temperaturreguliermöglichkeit die Resultate nur nach der günstigen Seite hin abweichen werden.

Da - wie sich erst später auf Grund geänderter Rohproduktlage als zweckmäßig herausstellte - in Lützkendorf auch ein Sumpphaseprozeß vorgeschaltet werden soll, wurde eine weitere Versuchsapparatur zusätzlich hierfür eingerichtet und in Betrieb genommen.

Versuchsergebnisse.

Aus zahlreichen Besprechungs- und Aktennotizen ist die Verwertung der jeweils vorhandenen Versuchsergebnisse im Einzelnen zu ersehen. Im folgenden seien diese insgesamt - nach einigen wenigen Gesichtspunkten geordnet - in zusammengefaßter Form wiedergegeben.

A. Gasphase.I. Katalysatoren.

Von den untersuchten Kontakten :

Eisenoxyd (Zschimmer)

MoO₃ auf Grude

Nickelwolframsulfid

Cr-Al-Kontakt

Uhde-Kontakt (W-Mo-Mischkt. mit SnO₂, außerdem C und K₂CO₃ oder ZnCl₂)

3510

5058

6104 (Labor-Kt.Lu)

6434 (Betriebs-Kt.Me)

zeigte sich bald der "Verdünnte Kontakt" (6104 u. 6434) als der für diesen Prozeß bei weitem bestgeeignete.

Zwischen 6104 (Ka 5, 1.Füllung) und 6434 (Ka 4 und Ka 5, 2.Füllung) liegt offenbar noch ein Unterschied darin, daß letzterer zu klopfesteren Benzin führt. Mit diesen Katalysatoren wurden alle in der Zusammenstellung A, II angegebenen Werte erhalten. Hiermit wurden Dauerversuche bis zu 150 Einspritztagen bei Belastung von durchweg 1,5 durchgeführt. Abklingen trat nicht ein.

Als von besonderem Interesse seien noch folgende Feststellungen erwähnt:

Kt. 3510 liefert bei 200 Atm. zwar ein noch etwas wasserstoffärmeres Benzin als der „Verd.Kt.“ bei 500 Atm., jedoch lag dessen Oktanzahl um ca. 20-30 Oktanzahlen niedriger. (Isomerisierung durch verd.Kt.!)

Uhd-Kontakte zeigten unter den verschiedensten Bedingungen eine nur äußerst geringe Benzinierwirkung und auch in keiner Weise eine etwaige Isomerisierungswirkung.

II. Einspritzprodukte.

Benzinleistung und Qualität.

Vorausbemerkung:

P 554 = „I.G.-Öl I“ (wurde solange verwendet, als noch kein „Lü-Öl“ zur Verfügung stand).

Lü-Öl = Steinkohlenteeröl von Castrop-Rauxel (225 bis ca. 420°!).

Kogasin II aus Fischeranlage in Castrop-Rauxel.

Wie schon unter A.I bemerkt, weichen die Resultate von Ka 5, 1.Kontaktfüllung, von denen der Ka 4 und auch Ka 5, 2.Füllung, ab insbesondere hinsichtlich der Beschaffenheit der betr. Benzine (spez.Gewicht, Oktanzahl). Da die Kontaktfüllung für Ka 4 und für die zweite Beschickung der Ka 5 aus der laufenden Herstellung des Betriebskontaktes entnommen ist, so sind die hiermit erhaltenen Werte als maßgebend anzusehen.

Einspritzprodukt (A-Produkt)	mV/20° Ofen- temp.	Lei- stung Bi - 200°	Vol-% - 200 i.Ab- str.	B e n z i n			Ofen
				% - 100	spez. Gewicht	Okt.- Zahl	
1) P 554 redest.-325° + Kogasin II 58:42 Gew.-% (1:1 Vol.)	24	0,5 - 0,55	40-45	35-40	< 0,730	60	Ka 5 1.Fllg.
2) do. 64:36 Gew.-%	24	0,4	30				"
	25	0,5 - 0,55	45	40-43	0,740	60-61	"
	25	0,42	35	40	0,747	67-69	Ka 4
	25,5	0,45 - 0,5	35-40	35-40	0,750	67-69	"
3) P 554 redest.-325° Kogasin mit Siede- temp. 160°, 64:36	25	0,55	45	35	0,745	52-56	Ka 5 1.Fllg.
4) P 554 redest.-325° Leuchtpetroleum (Salben) 64:36	25	0,43	33	40	0,753	67	Ka 4
5) P 554 - 325°	25,5	0,4	40	25-30	0,790	73-81	"
6) LU-Öl - 325°	25,5	0,35 - 0,37	38-42	27	0,795	79	"
	26	0,4	47	27	0,795	82	"
7) LU-Öl - 370°	26	0,32	36	30	0,795	80-82	"
8) Kogasin	20	1			0,700	35	40 ccm Ofen
9) LU-Öl - 325° + Kogasin 64 : 36	25	0,5 - 0,55	45	45	0,735	69-73	Ka 5, 2.Fllg.
10) LU-Öl - 350° + Kogasin 54 : 36	25	0,45	37	40	0,745	70	"
11) LU-Öl - 370° + Kogasin 64 : 36	25,5	0,45 - 0,48	40	35	0,745	60-63	Ka 5, 1.Fllg.

III. Schwefelung des Ammoniumsproduktes (mit CS_2).

8-Gefäße von 2 l. Inhalt ...

... 100% ...

CS_2 -Schwefelung (17-20 Grad.) brachte bei 1 554-haltigen ...

Das Mittel 1, welches aus der Dampfphase gewonnen ...

IV. Druck.

- 1) Die reifester Terradite ... 525 Atm. Gesamtdruck ...
2) 400 Atm. Gesamtdruck ...
3) 650 Atm. Gesamtdruck ...

500 Atm. Gesamtdruck ...

... in ...

... 0,1 ...

00000876

Ergebnis.

H₂-Partialdruck von 430 Atm. genügt noch selbst für Einspritzmischung mit Lü-Öl -370°.

Für Lü-Öl -370° allein zeigte sich dieser Druck als zu niedrig.

H₂-Partialdrücke von 500-550 Atm. wirken sich noch nicht klopfverstärkend aus.

Für Lü-Öl allein empfiehlt es sich, H₂-Drücke oberhalb 500 Atm. zu wählen.

V. Produktfaktor, Frischgasbedarf.

Um hier verwertbare Werte angeben zu können, sind zahlreiche Einzeluntersuchungen (Elementar-, Gasanalysen, Gasmessungen, Adsorptionswerte usw.) ausgeführt und z.T. von Herrn Dr. Pichler weiterverrechnet worden (Kreislaufgaszusammensetzung, Reich- und Armgas bei verschiedenen Zwischenentspannungsdrücken für Lützkendorfer Frischgasbeschaffenheit). Hierüber s. Aktennotizen.

Hier seien wieder nur zusammengefaßt einige Ergebnisse wiedergegeben, zumal bei der Unsicherheit hinsichtlich der Beschaffenheit des Lützkendorfer Gasphase-Einspritzproduktes sowieso mit starken Abweichungen gerechnet werden muß und andererseits bei der bilanzmäßigen Auswertung von Kleinversuchen die unvermeidbaren Fehlergrenzen verhältnismäßig hoch liegen.

Die am sichersten ausgewerteten Versuchsperioden ergaben im Mittel folgende Produktfaktoren:

<u>A-Produkt</u>	<u>Ofentemp.</u>	<u>Produktfaktor</u>
P 554 + Kogasin 64 : 36	24,5 mV	1,08
"	25,0 "	1,11
Lü-Öl -370° + Kog. 64:36	25,0 "	1,115
"	25,5 "	1,125
P 554 - 325°	25,5 "	1,125
Lü-Öl - 325°	25,5 "	1,135

Ergebnis.

H₂-Partialdruck von 430 Atm. genügte noch selbst für Einspritzmischung mit Lü-Öl -370°.

Für Lü-Öl -370° allein zeigte sich dieser Druck als zu niedrig.

H₂-Partialdrücke von 500-550 Atm. wirken sich noch nicht klopfverstärkend aus.

Für Lü-Öl allein empfiehlt es sich, H₂-Drücke oberhalb 500 Atm. zu wählen.

V. Produktfaktor, Frischgasbedarf.

Um hier verwertbare Werte angeben zu können, sind zahlreiche Einzeluntersuchungen (Elementar-, Gasanalysen, Gasmessungen, Adsorptionswerte usw.) ausgeführt und z.T. von Herrn Dr. Pichler weiterverrechnet worden (Kreislaufgaszusammensetzung, Reich- und Armgas bei verschiedenen Zwischenentspannungsdrücken für Lützkendorfer Frischgasbeschaffenheit). Hierüber s. Aktennotizen.

Hier seien wieder nur zusammengefaßt einige Ergebnisse wiedergegeben, zumal bei der Unsicherheit hinsichtlich der Beschaffenheit des Lützkendorfer Gasphase-Einspritzproduktes sowieso mit starken Abweichungen gerechnet werden muß und andererseits bei der bilanzmäßigen Auswertung von Kleinversuchen die unvermeidbaren Fehlergrenzen verhältnismäßig hoch liegen.

Die am sichersten ausgewerteten Versuchsperioden ergaben im Mittel folgende Produktfaktoren:

<u>A-Produkt</u>	<u>Ofentemp.</u>	<u>Produktfaktor</u>
P 554 + Kogasin 64 : 36	24,5 mV	1,08
"	25,0 "	1,11
Lü-Öl -370° + Kog. 64:36	25,0 "	1,115
"	25,5 "	1,125
P 554 - 325°	25,5 "	1,125
Lü-Öl = 325°	25,5 "	1,135

Die für den chemischen Wasserstoffbedarf ermittelten Werte liegen bei 750-800 cbm/to Benzin, der praktische Bedarf an Lützkendorfer Frischgas (92% H₂, 1,2% CO, 0,9% CO₂) wird 1100-1200 cbm/to Benzin betragen. Diese Zahlen gelten für die A-Produktmischung P 554 + Kogasin 64:36 und einen Produktfaktor um 1,10.

In 40 ccm-Ofen-Versuchen wurde festgestellt, daß eine Anwesenheit von 5% CO im Reaktionsgas oberhalb 24 mV keinen nachteiligen Einfluß auf den Katalysator hat. Trotzdem bleiben hier noch einige Fragen offen, insbesondere ob in einem großen Ofen die Reduktionswärme des CO + CO₂ sich nicht störend bemerkbar macht. Es sind noch einige Versuche im 4 Liter-Ofen mit CO-haltigem Frischgas vorgesehen.

B. Sumpfphase.

Wie schon erwähnt, geht das in Lützkendorf zur Hydrierung verwendete Steinkohlenteeröl in seinem Siedeverlauf noch wesentlich über 400° hinaus. Es wird daher in einen leichteren, für die Gasphase bestimmten Anteil und einen Rückstand zerlegt, der erst in der Sumpfphase in Mittelöl umgewandelt werden muß. Auch werden wahrscheinlich aus der Erdölaufbereitung Extraktionsrückstände anfallen, die einer solchen Sumpfphasebehandlung bedürfen.

Seit einigen Wochen werden daher in einer entsprechenden 4 Liter-Ofenapparatur Vorversuche auch hierfür unternommen. Wenn auch die bisher vorliegenden Versuchsergebnisse wegen der Kürze der Zeit noch keine endgültigen darstellen, so können doch zwei sich deutlich ergebende Kennzeichen bereits hervorgehoben werden.

- 1) Das schwere Steinkohlöl läßt sich bei 500 Atm. Wasserstoffdruck im Beisein von Mo-Grudekontakt mit sehr hoher Leistung in Gasphase-Einspritzprodukt überführen. Es wurden im 4 Liter-Ofen Leistungen von 0,6-0,8 erzielt.

Der Durchsatz an Frischprodukt betrug 0,7-0,85, an Frischprodukt + rückgeführten Abscheiderprodukt ca.

2) In der Vorheizschlange (Bleibadheizung) bildeten sich jedesmal nach mehreren Betriebstagen Absetzungen aus, die bis jetzt angestörte Versuchszeiten von höchstens 14 Tagen erlaubten. Untersuchungen des harten Schlangeninhaltes ergaben seine hauptsächlich eigenhaltige Natur. Da das Teeröl ca. 2-3% saure Bestandteile enthält, wird es beim Lagern Eisen aus den Behältern lösen (Fe-Phenolat), welches sich offenbar erst in der Vorheizschlange setzt. Hierüber sind weitere Untersuchungen und Versuche im Gange. - Ob diese für die Kleinversuche sich sehr störend auswirkende Erscheinung überhaupt im Großen auftritt, ist sehr fraglich: Im Kleinversuch liegen Strömungsgeschwindigkeiten von etwa 10 cm/sec vor, während für den Litzkenderfer Vorheizer immerhin mehrere m/sec zu erwarten sind.

Die Benzinbildung (-200°) betrug bei den bisherigen Versuchen etwa 5%, die Verluste machten etwa 10% von Frischprodukt aus.

Schließlich sei jedoch bemerkt, daß Versuche im Gange sind, deren Ergebnisse die Frage, ob ein eigentlicher Sumpfphaseprozeß erforderlich ist, wieder stark in den Vordergrund stellen. Es gelang, das gesamte Lu-Öl über festangeordneten Kontakt 6434 im geraden Durchgang in ein Produkt vom Benzin- + Mittelölsiedebereich umzuwandeln, welches sich dann in einem zweiten Ofen über Kt. 6434 ganz besonders leicht in Benzin überführen ließ. Das Benzin der ersten Stufe bedurfte keiner Nachbehandlung. Weiterführung der Versuche in dieser Richtung ist vorgesehen.

Zusammenfassung.

Nach kurzer Erwähnung von Veranlassung und Apparatur für die durchgeführten Versuche werden deren Ergebnisse in zusammengefaßter Form wiedergegeben und zwar nach folgenden Gesichtspunkten:

A. Gasphase

- I. Katalysatoren
- II. Einspritzprodukte
- III. Schweflung des Einspritzproduktes
- IV. Betriebsdruck
- V. Produktfaktor, Frischgasbedarf

B. Sumpphase

Es sind zwar noch einige Gasphaseversuche im Gange, die noch wenige Fragen nicht grundsätzlicher Art zu lösen haben. - Sumpphaseversuche, die erst sehr viel später begonnen wurden, werden noch ausführlich bearbeitet werden, aber auch die Frage, ob der übliche Sumpphaseprozeß nicht durch eine einfachere Fahrweise ersetzt werden kann.

Verteilung:

Dir. Dr. von Staden
Dir. Dr. Strombeck
Dr. Schunck
Dr. Köhler
Dr. Herold
Dr. Schrader
Dr. Kaufmann
Reserve (3x)
Hauptberichtesammlung (3x).

Leuna Werke, den 13. Mai 1938.

Berichtesammlung des Versuchs-Laboratoriums

Bericht Nr.

187

II a 587

30 DEg - Target

3043 - 30/1-02

Versuchs-Laboratorium
B. 108

00000875

Dr. Kaufmann.

Versuchsergebnisse zum Projekt Hydrieranlage Lützkendorf.

Mai 1938.

Übersicht.

	Seite
Veranlassung	2
Apparatur	3
Versuchsergebnisse	4
A. Gasphase	4
I. Katalysatoren	4
II. Einspritzprodukte	5
III. Schweflung des Einspritzproduktes	7
IV. Druck	7
V. Produktfaktor, Frischgasbedarf	8
B. Sumpphase	9
Zusammenfassung	11

Veranlassung.

Die Wintershall A.G. hat sich entschlossen, in Lützkendorf in Zusammenarbeit mit uns eine Hydrieranlage zu bauen, die dazu dienen soll, aus Steinkohlenteerölen, bzw. Mischungen aus diesen mit aus dem Fischer-Verfahren anfallenden Mittelölen (Kogasin II) und mit aus der auch in Lützkendorf geplanten Erdölaufbereitung anfallenden Ölextraktionsrückständen, unter Umständen auch mit Fischer-Krackprodukten, etwa 50 000 jato Benzin zu erzeugen.

Eine Sumpfofen- und eine Benzinofenkammer ist hierfür vorgesehen. Betriebsdruck bis 600 Atm.

Im Hinblick auf dieses Projekt wurden im September vorigen Jahres zahlreiche Kleinversuche begonnen, die noch nicht abgeschlossen sind. Die wichtigsten Ergebnisse liegen jedoch vor und bilden die Unterlagen für die Konstruktion der Lützkendorfer Anlage. Die Versuche wurden gemeinsam mit Herrn Dr. Schrader im Versuchs-Laboratorium durchgeführt. Sie hatten in der Hauptsache das Ziel, die für die gemeinsame Verarbeitung zweier so grundverschiedener Produkte (Steinkohleöl - Kogasin) günstigsten Bedingungen für die Erzeugung eines Benzins mit dem spez. Gewicht von mindestens 0,740 und Oktanzahlen von möglichst über 60 aufzufinden.

Apparatur.

Für die Durchführung der Versuche standen außer kleinen 40 ccm-Kontaktöfen vorerst zwei 4 Liter-Ofen-Aggregate zur Verfügung, die bis dahin für Kohleextrakt- und Pechhydrierungsversuche (für Anlage Welheim) in Betrieb gewesen waren. Die für Sumpfofenversuche eingerichteten Kammern wurden nach geringfügigem Umbau zur Durchführung der erforderlichen Gasphaseversuche verwendet. Wenn auch die relativ kurze und dicke Ofenform (58 mm \varnothing , 1800 mm hoch) nicht gerade die günstigste hierfür ist, so ließen sich jedoch hiermit vollkommen einwandfreie Versuche durchführen. Infolge mangelnder Kaltgaszuführung mußte jedoch - je nach Wärmetönung - eine ziemlich hohe Temperaturdifferenz über die Kontaktlänge in Kauf genommen werden. Diese betrug bisweilen bis zu 3 mV. Die im folgenden angegebenen Ofentemperaturen (mV bei 20° Klemmentemp.) beziehen sich immer nur auf das höchstanzeigende Element. Man kann annehmen, daß bei der großtechnischen Ausführung des Verfahrens infolge besserer Temperaturreguliermöglichkeit die Resultate nur nach der günstigen Seite hin abweichen werden.

Da - wie sich erst später auf Grund geänderter Rohproduktlage als zweckmäßig herausstellte - in Lützkendorf auch ein Sumpfphaseprozeß vorgeschaltet werden soll, wurde eine weitere Versuchsanlage zusätzlich hierfür eingerichtet und in Betrieb genommen.

Versuchsergebnisse.

Aus zahlreichen Besprechungs- und Aktennotizen ist die Verwertung der jeweils vorhandenen Versuchsergebnisse im Einzelnen zu ersehen. Im folgenden seien diese insgesamt - nach einigen wenigen Gesichtspunkten geordnet - in zusammengefaßter Form wiedergegeben.

A. Gasphase.I. Katalysatoren.

Von den untersuchten Kontakten :

— Eisenoxyd (Zschimmer)

MoO₃ auf Grude

Nickelwolframsulfid

Cr-Al-Kontakt

Uhde-Kontakt (W-Mo-Mischkt. mit SnO₂, außerdem C und K₂CO₃ oder ZnCl₂)

3510

5058

6104 (Labor-Kt.Lu)

6434 (Betriebs-Kt.Me)

zeigte sich bald der „Verdünnte Kontakt“ (6104 u. 6434) als der für diesen Prozeß bei weitem bestgeeignete.

Zwischen 6104 (Ka 5, 1.Füllung) und 6434 (Ka 4 und Ka 5, 2.Füllung) liegt offenbar noch ein Unterschied darin, daß letzterer zu klopfesteren Benzinen führt. Mit diesen Katalysatoren wurden alle in der Zusammenstellung A,II angegebenen Werte erhalten. Hiermit wurden Dauerversuche bis zu 150 Einspritztagen bei Belastung von durchweg 1,3 durchgeführt. Abklingen trat nicht ein.

Als von besonderem Interesse seien noch folgende Feststellungen erwähnt:

Kt. 3510 liefert bei 200 Atm. zwar ein noch etwas wasserstoffärmeres Benzin als der „Verd.Kt.“ bei 500 Atm., jedoch lag dessen Oktanzahl um ca. 20-30 Oktanzahlen niedriger. (Isomerisierung durch verd.Kt.!)

Uhde-Kontakte zeigten unter den verschiedensten Bedingungen eine nur äußerst geringe Benzinierwirkung und auch in keiner Weise eine etwaige Isomerisierungswirkung.

II. Einspritzprodukte.

Benzinleistung und Qualität.

Vorausbemerkung:

P 554 = „I.G.-Öl-I“ (wurde solange verwendet, als noch kein „Lü-Öl“ zur Verfügung stand).

Lü-Öl = Steinkohlenteeröl von Castrop-Rauxel (225 bis ca. 420°!).

Kogasin II aus Fischeranlage in Castrop-Rauxel.

Wie schon unter A, I bemerkt, weichen die Resultate von Ka 5, 1. Kontaktfüllung, von denen der Ka 4 und auch Ka 5, 2. Füllung, ab insbesondere hinsichtlich der Beschaffenheit der betr. Benzine (spez. Gewicht, Oktanzahl). Da die Kontaktfüllung für Ka 4 und für die zweite Beschickung der Ka 5 aus der laufenden Herstellung des Betriebskontaktes entnommen ist, so sind die hiermit erhaltenen Werte als maßgebend anzusehen.

Einspritzprodukt (A-Produkt)	mV/20° Ofen- temp.	Lei- stung Bi - 200°	Vol-% - 200 i.Ab- str.	B e n z i n			Ofen
				% - 100	spez. Gewicht	Okt.- Zahl	
1) P 554 redest.-325° + Kogasin II 58:42 Gew.-% (1:1 Vol.)	24	0,5 - 0,55	40-45	35-40	< 0,730	60	Ka 5 1.Fllg.
2) do. 64:36 Gew.-%	24	0,4	30				"
	25	0,5 - 0,55	45	40-43	0,740	60-61	"
	25	0,42	35	40	0,747	67-69	Ka 4
	25,5	0,45 - 0,5	35-40	35-40	0,750	67-69	"
3) P 554 redest.-325° + Kogasin mit Siede- beg. 160°, 64:36	25	0,55	45	35	0,745	52-56	Ka 5 1.Fllg.
4) P 554 redest.-325° + Leichtpetroleum (Salzbgen) 64:36	25	0,43	33	40	0,753	67	Ka 4
5) P 554 - 325°	25,5	0,4	40	25-30	0,790	73-81	"
6) Lu-Öl - 325°	25,5	0,35 - 0,37	38-42	27	0,795	79	"
	26	0,4	47	27	0,795	82	"
7) Lu-Öl - 370°	26	0,32	36	30	0,795	80-82	"
8) Kogasin	20	1			0,700	35	40 ccm Ofen
9) Lu-Öl - 325° + Kogasin 64 : 36	25	0,5 - 0,55	45	45	0,735	69-73	Ka 5, 2.Fllg.
10) Lu-Öl - 350° + Kogasin 64 : 36	25	0,45	37	40	0,745	70	"
11) Lu-Öl - 370° + Kogasin 64 : 36	25,5	0,45 - 0,48	40	35	0,745	60-63	Ka 5, 1.Fllg.

III. Schwefelung des Einspritzproduktes (mit CS₂).

S-Gehalte vom P 554	0,55 - 0,6 %
Lü-Öl -325°	0,7 %
Lü-Öl -370°	0,8 %

CS₂-Schwefelung (1% vom A-Prod.) brachte bei P 554-hältigen Einspritzölen keinen merkbaren Effekt; wohl aber als Kogasin allein eingespritzt wurde: hier stieg dann insbesondere die an sich schon hohe Vergasung noch höher; (Bi-Leistung war vorher schon ca 1).

Für Mittelöl, welches aus der Sumpphase gewonnen und wesentlich schwefelärmer sein wird als die oben angeführten A-Produkte, wird - wie frühere Erfahrungen schliessen lassen - eine Schwefelung notwendig werden.

IV. Druck.

- 1) Die meisten Versuche bei
525 Atm. Gesamtdruck mit 90-91% H₂ = 475 Atm. H₂
Resultate bei II.2,3,4
- 2) 480 Atm. Gesamtdruck (= 430 Atm. H₂)
Keine merkbare Veränderung.
- 3) 650 Atm. Gesamtdruck (= 590 Atm. H₂)
Der einzige Oktanwert liegt 5 Einheiten tiefer als vorher und nachher bei 480 bzw. 525 Atm. Sonst keine Veränderungen, auch nicht am A.P. und spez. Gewicht des Bi.
- 4) 500 Atm. Gesamtdruck mit 87% H₂ = 435 Atm. H₂
hier die Mischung II,10 Resultate dort.
- 5) Bei Lü-Öl -370° allein zeigte sich im Kleinofen im geraden Gasdurchgang
bei 450 Atm. (= 435 Atm. H₂) ein allmähliches Abklingen,
bei 540 Atm. ging die Leistung um 0,1 höher und dann kein Abklingen mehr.

00000833

Ergebnis.

H₂-Partialdruck von 430 Atm. genügte noch selbst für Einspritzmischung mit Lü-Öl -370°.

Für Lü-Öl -370° allein zeigte sich dieser Druck als zu niedrig.

H₂-Partialdrücke von 500-550 Atm. wirken sich noch nicht klopfverstärkend aus.

Für Lü-Öl allein empfiehlt es sich, H₂-Drücke oberhalb 500 Atm. zu wählen.

V. Produktfaktor, Frischgasbedarf.

Um hier verwertbare Werte angeben zu können, sind zahlreiche Einzeluntersuchungen (Elementar-, Gasanalysen, Gasmessungen, Adsorptionswerte usw.) ausgeführt und z.T. von Herrn Dr. Pichler weiterverrechnet worden (Kreislaufgaszusammensetzung, Reich- und Armgas bei verschiedenen Zwischenentspannungsdrücken für Lützkendorfer Frischgasbeschaffenheit). Hierüber s. Aktennotizen.

Hier seien wieder nur zusammengefaßt einige Ergebnisse wiedergegeben, zumal bei der Unsicherheit hinsichtlich der Beschaffenheit des Lützkendorfer Gasphase-Einspritzproduktes sowieso mit starken Abweichungen gerechnet werden muß und andererseits bei der bilanzmäßigen Auswertung von Kleinversuchen die unvermeidbaren Fehlergrenzen verhältnismäßig hoch liegen.

Die am sichersten ausgewerteten Versuchsperioden ergaben im Mittel folgende Produktfaktoren:

<u>A-Produkt</u>	<u>Ofentemp.</u>	<u>Produktfaktor</u>
P 554 + Kogasin 64 : 36	24,5 mV	1,08
"	25,0 "	1,11
Lü-Öl -370° + Kog. 64:36	25,0 "	1,115
"	25,5 "	1,125
P 554 - 325°	25,5 "	1,125
Lü-Öl - 325°	25,5 "	1,135

Die für den chemischen Wasserstoffbedarf ermittelten Werte liegen bei 750-800 cbm/to Benzin, der praktische Bedarf an Lützkendorfer Frischgas (92% H₂, 1,2% CO, 0,9% CO₂) wird 1100-1200 cbm/to Benzin betragen. Diese Zahlen gelten für die A-Produktmischung P 554 + Kogasin 64:36 und einen Produktfaktor um 1,10.

In 40 ccm-Ofen-Versuchen wurde festgestellt, daß eine Anwesenheit von 5% CO im Reaktionsgas oberhalb 24 mV keinen nachteiligen Einfluß auf den Katalysator hat. Trotzdem bleiben hier noch einige Fragen offen, insbesondere ob in einem großen Ofen die Reduktionswärme des CO + CO₂ sich nicht störend bemerkbar macht. Es sind noch einige Versuche im 4 Liter-Ofen mit CO-haltigem Frischgas vorgesehen.

B. Sumpphase.

Wie schon erwähnt, geht das in Lützkendorf zur Hydrierung verwendete Steinkohlenteeröl in seinem Siedeverlauf noch wesentlich über 400° hinaus. Es wird daher in einen leichteren, für die Gasphase bestimmten Anteil und einen Rückstand zerlegt, der erst in der Sumpphase in Mittelöl umgewandelt werden muß. Auch werden wahrscheinlich aus der Erdölaufbereitung Extraktionsrückstände anfallen, die einer solchen Sumpphasebehandlung bedürfen.

Seit einigen Wochen werden daher in einer entsprechenden 4 Liter-Ofenapparatur Vorversuche auch hierfür unternommen. Wenn auch die bisher vorliegenden Versuchsergebnisse wegen der Kürze der Zeit noch keine endgültigen darstellen, so können doch zwei sich deutlich ergebende Kennzeichen bereits hervorgehoben werden.

- 1) Das schwere Steinkohlöl läßt sich bei 500 Atm. Wasserstoffdruck im Beisein von Mo-Grüdekontakt mit sehr hoher Leistung in Gasphase-Einspritzprodukt überführen. Es wurden im 4 Liter-Ofen Leistungen von 0,6-0,8 erzielt.

Der Durchsatz an Frischprodukt betrug 0,7-0,85, an Frischprodukt + rückgeführten Abscheiderprodukt ca. 1,0.

- 2) In der Vorheizschlange (Bleibadheizung) bildeten sich jedesmal nach mehreren Betriebstagen Absetzungen aus, die bis jetzt ungestörte Versuchszeiten von höchstens 14 Tagen erlaubten. Untersuchungen des harten Schlageninhaltes ergaben seine hauptsächlich eisenhaltige Natur. Da das Teeröl ca. 2-3% saure Bestandteile enthält, wird es beim Lagern Eisen aus den Behältern lösen (Fe-Phenolat), welches sich offenbar erst in der Vorheizschlange zersetzt. Hierüber sind weitere Untersuchungen und Versuche im Gange. - Ob diese für die Kleinversuche sich sehr störend auswirkende Erscheinung überhaupt im Großen auftritt, ist sehr fraglich. Im Kleinversuch liegen Strömungsgeschwindigkeiten von etwa 10 cm/sec vor, während für den Lützkendorfer Vorheizser immerhin mehrere m/sec zu erwarten sind.

Die Benzinbildung (-200°) betrug bei den bisherigen Versuchen etwa 5%, die Verluste machten etwa 10% vom Frischprodukt aus.

Schließlich sei jedoch bemerkt, daß Versuche im Gange sind, deren Ergebnisse die Frage, ob ein eigentlicher Sumpfphaseprozeß erforderlich ist, wieder stark in den Vordergrund stellen. Es gelang, das gesamte Lü-Öl über festangeordneten Kontakt 6434 im geraden Durchgang in ein Produkt vom Benzin = + Mittelölsiedebereich umzuwandeln, welches sich dann in einem zweiten Ofen über Kt. 6434 ganz besonders leicht in Benzin überführen ließ. Das Benzin der ersten Stufe bedurfte keiner Nachbehandlung. Weiterführung der Versuche in dieser Richtung ist vorgesehen.

Zusammenfassung.

Nach kurzer Erwähnung von Veranlassung und Apparatur für die durchgeführten Versuche werden deren Ergebnisse in zusammengefaßter Form wiedergegeben und zwar nach folgenden Gesichtspunkten:

A. Gasphase

- I. Katalysatoren
- II. Einspritzprodukte
- III. Schweflung des Einspritzproduktes
- IV. Betriebsdruck
- V. Produktfaktor, Frischgasbedarf

B. Sumpphase

Es sind zwar noch einige Gasphaseversuche im Gange, die noch wenige Fragen nicht grundsätzlicher Art zu lösen haben. Sumpphaseversuche, die erst sehr viel später begonnen wurden, werden noch ausführlich bearbeitet werden, aber auch die Frage, ob der übliche Sumpphaseprozeß nicht durch eine einfachere Fahrweise ersetzt werden kann.

Verteilung:

Dir. Dr. von Staden
 Dir. Dr. Strombeck
 Dr. Schumack
 Dr. Kühler
 Dr. Herold
 Dr. Schröder
 Dr. Kaufmann
 Reserve (3x)
 Hauptberichtsammlung (3x).

Leuna Werke, den 13. Mai 1938.

HYDRO

30/4.02

Lü: 00000837

Gasphase und
kleine Sumpphase

Leuna den 10.1.1939

Kfr. Kfr

Nienhagener Phenol-
Extrakt + Asphalt
30 000 jato =
3.75 stuto

Steinkohlenteeröl
30 000 jato =
3.75 stuto

Destillation
3.75 Teeröl
6.50 Abstreifer
aus Spf.-Of.

Sumpf
3.45

Destillat
aus Teeröl : 2.25
aus Spf.-Ofen-Abstr. : 4.55
6.80

Sumpfofen
(bei 12 m³ Ofenraum Rstg. 0,38)
Neueinsatz : 5.25
Rückführung : 1.95
Entschlammung : 3.30
Kontakt : 0,015

Gasphase
(bei 15 m³ Ofenraum Rstg. 0,4)
Frischöl : 6.80
Rückführung : 9.80

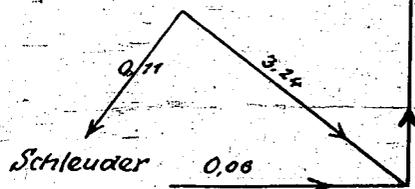
Abstreifer
6.50

Gas
0,635

Entschlammung
3,35

Gas
0,80

B-Produkt
9,80



Filterrückstand
0,05

Benzin
6.00 =
48 000 jato

Zeichnung Nr. 133a v. 11.1.39
Versuchs-Laboratorium Me 219

24. NOV. 39 Kontakt

Hydrierung Lützkendorf, 1. Ausbaustufe

Hyfr

Ti

Erdölrückstände
24 800 jato =
3.1 stuko

Steinkohlenteeröl
30 000 jato =
3.75 stuko

A-Destillation
3.75 Teeröl
5.70 Abstreifer aus Spf.-Ofen

Sumpf

Destillat

aus Teeröl: 1.50
a. Spf.-Ofen-Abstr.: 1.70
3.20

aus Teeröl: 2.25
a. Spf.-Ofen-Abstreifer: 4.00
6.25

Sumpffase
(bei 40m³ Offenraum Leistung 4)
Neueinsatz: 4.60
Rückführung: 1.70
Entschlammung: 2.93
Kontakt: 0.023
S: 0.007

Gasphase
(bei 15m³ Offenraum Leistung 0.37)
Frishöl: 0.25
Rückführung: 8.75

Abstreifer
5.70

Gas
0.63

Entschlammung
2.93

Schleuder
0.06

Schleuderrückstand
0.06

B-Destillation
14.50 Benz.-Abstr.

Gas
0.75

B-Produkt
8.75

Benzin
5.5 =
44 000 jato

837

ase

dukt

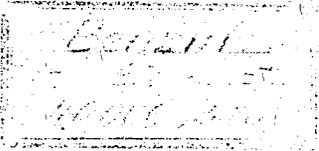
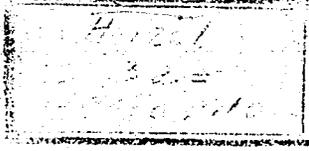
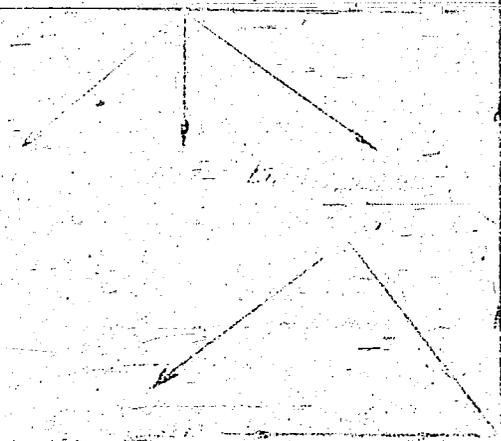
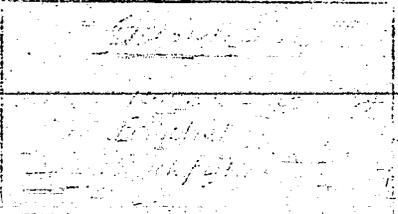
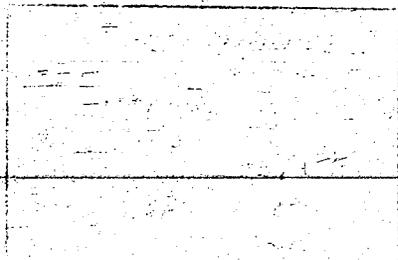
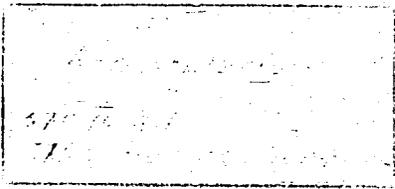
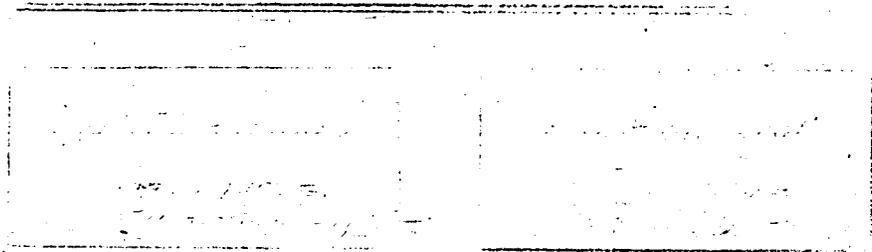
00000893

Hydro

38/10/52

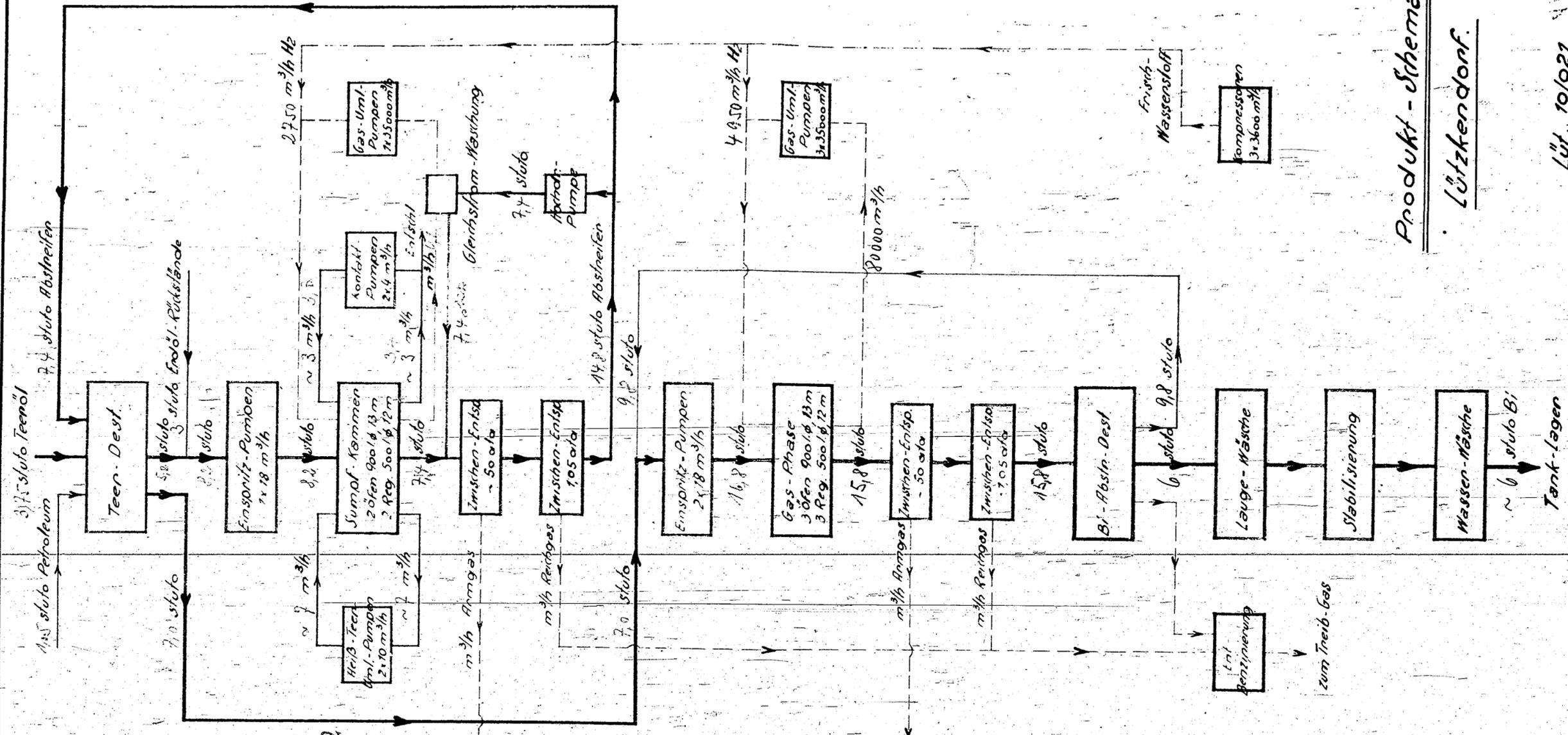
1940

Hydro



10/11/75

00000000



Bug Target
 3043-30/4.02

Produkt - Schema

Lützkendorf.

-5. Jan. 1939
 5.1.39 *h. h. h.*

Lüt. 10/027

00000891

Hydro

30/4.02

Vertraulich

612

heimann

*Filtration der Kohleentschlammung
der Hydromerale*

Bag - Target
3043 - 30/4.02

Zurück an Referate-Büro

00000892

Es besteht Veranlassung, auf die **Rundschreiben der Werksleitung** vom 21.5.31 u. 13.7.31 betr. Spionageabwehr hinzuweisen und insbesondere darauf aufmerksam zu machen, daß

Berichte

1. nur gegen **persönliche Empfangsbescheinigung** ausgeliehen werden,
2. vom Entleiher ohne Wissen der HBS **nicht weitergegeben** werden dürfen mit Ausnahme der Berichte, welche an Betriebe zum Verbleib abgegeben wurden,
3. **streng vertraulichen Charakter** haben und daher **stets unter Verschuß** aufzubewahren sind,
4. nur im **verschlossenen Umschlag** befördert werden dürfen und
5. **nur durch die HBS vervielfältigt** werden, soweit es sich nicht um betriebs-eigene Berichte handelt.
Vervielfältigungen sind auf das unumgänglich notwendige Maß zu beschränken.

Haupt-Berichte-Sammlung
Referate-Büro Tel. 9461.

3287-3M-386