NPA 17

START

CODE DESIGNATIONS
AND ROLL NUMBER

REEL NO. LF-102

GENERAL SUBJECT

Hochdruckversuche Laboratories

I. MISCELLANEOUS PAPERS ON CATALYSTS. FILES OF DR. REICHLE.

II. EXCHANGE OF EXPERIENCE ON ALUMINA. FILES OF DR. PIER.

IIA. PAPERS ON PREHYDROGENATION. FILES OF DR. PIER.

III. PAPERS ON DEHYDROGENATION. FILES OF DR. PIER.

IV. PAPERS ON DEHYDROGENATION. FILES OF FRL. DR. HORING.

V. PAPERS ON DEHYDROGENATION. FILES OF FRL. DR. HORING.

VI. PAPERS ON HYDROGENATION OF VARIOUS COALS. FILES OF DR. PETERS.

VII. PAPERS ON FOREIGN HYDROGENATION WORKS. FILES OF DR. PETERS.

VIII. THE COALS OF UPPER SILESIA. FILES OF DR. PETERS.

Reel No.

Source of Documents: Griesheim Central I. G. Library

Folder Nos:

S32/VIII-D-2	S32/VII-D-11
S32/VIII-D-6	S33/I-D-5
S32/VII-D-6	S33/I-C-5
S32/VII-D-10	S33/I-C-6

Filmed by: JIOA

Date:

REEL NO. | INDEX | FRAME NOS.

I. Hochdruckversuche Laboratories.
Miscellaneous papers on catalysts.
Files of Dr. Reichle.
Folder No. 832/VIII-D-2.

1. Einsatz des Tonerde-W-Ni-Kontaktes 7846 // 250-8376 fuer verschiedene Verfahren.
Use of alumina-W-Ni-contact 7846 // 250 - 8376 for various processes. 1 - 2

2. Taetigkeitsbericht November 1941.
Report on activity November 1941. 3 - 15

3. Tonerde-Molybdaen-Nickel und Tonerde-Wolfram-Nickel-Vorhydrierungskontakte.
Alumina-molybdenum-nickel- and alumina-tungsten-nickel pre-hydrogenation contacts. 16 - 21

4. Wolframbedarf fuer die zweistufige Benzinierung mit verschiedenen Kontaktkombinationen.
Requirement of tungsten for the two stage benzination with various contact combinations. 22

5. ZnO + MoO_3 bezw. ZnO + $MgWO_4$ statt Vanadin im Aromatisierungskontakt 7019.
ZnO + MoO_3 or ZnO + $MgWO_4$ replacing vanadium in aromatization contact 7019. 23 - 30

6. Besprechung am 14-3-41 in Lu 558 ueber Massnahmen zur Lagerung von Kontakten und Kontaktrohstoffen mit Hinblick auf die Luftgefahr.
Conference on 3-14-41 at Lu 558 on measures for storing contacts and raw materials for contacts with regard to air raids. 31 - 32

7. Kontakt 7846 fuer die Vorhydrierung von Steinkohlenverfluessigungsmittelöel Scholven von Brikexer Teer (a-+s-Oel) und von S-Mittelöel aus Rhein. Braunkohle.
Contact 7846 for prehydrogenation of Scholven medium oil from coal liquefaction of Brikex tar (a-+s-M oil) and of S-middle oil from Rhine-soft coal. 33 - 44

REEL NO.

INDEX

FRAME NOS.

8. 7019-Kontaktschwund bei normalem Betrieb mit Steinkohleverfluessigungsmitteloel.
Reduction of 7019-contact in normal operation with coal liquefaction middle oil. 45 - 51

9. Vergleich der Dehydrierungskontakte 7911 (Leuna) und 7360 Ch. 6 (Lu) bei 10 und 25 atm und gestaffelter Temperatur (Teil 2).
Comparing dehydrogenationcontacts 7911 (Leuna) with 7360 Ch. 6 (Lu) at 10 and 25 atm and various steps of temperature (part 2). 52 - 64

10. Aktennotiz ueber die Kieselgelbesprechung in Op. 299.
Notes on conference at Op. 299 on silica gel. 65 - 66

11. Vorlaeufiger Vergleich des Kontaktes 7612/350°C mit 7612 und 7360/350°C bei der Dehydrierung.
Preliminary comparison of contact 7612/350°C with 7612 and 7360/350°C in dehydrogenation. 67 - 69

12. Aromatisierung von Mitteloel der Steinkohleverfluessigung.
Aromatization of liquefaction middle oil. 70 - 81

13. Restbenzinqualitaet bei Aromatisierungskontakten auf Bleicherde- bezw. Silikatbasis.
Quality of residual gasoline in aromatizing contacts based on bleaching earth or silicates. 82 - 84

14. 600 atm-Aromatisierung mit Weilheim-Kontakt.
Aromatizing with Weilheim contact at 600 atm. 85 - 89

15. Ursachen fuer die Qualitaets-Unterschiede von Restbenzinen aus der Aromatisierung von Steinkohlenverfluessigung.
Causes for difference in quality of residual gasoline from aromatizing coal liquefaction products. 90 - 99

REEL NO.	INDEX	FRAME NOS.
	16. Vergasung bei der Aromatisierung bei 250, 450 and 600 atue. Gas formation during aromatization at 250, 450 and 600 atm.	100 - 102
	17. Aromatisierung bei 250 atü. Tonerde-Kontakte (Ergaenzung z. Bericht v. 14-1-41). Aromatization at 250 atm. Alumina contacts (supplement to report of 1-14-41).	103 - 104
	18. Aromatisierung 250 atü. Terrana-Kontakte. Aromatization at 250 atm. Terrana contacts.	105 - 109
	19. Aromatisierung 250 atue., Zusammengesetzte Kontakte. Aromatization at 250 atm. Compound contacts.	110 - 112
	20. Aromatisierung 300 und 450 atue. Derzeitiger Stand. Aromatization at 300 and 450 atm. Present status.	113 - 114
	21. Aromatisierungsversuche. Derzeitiger Stand. Experiments on aromatization. Present status.	115 - 117
	22. Aromatisierende Benzinierung über 7019. Aromatizing benzination over 7019.	118 - 121
	23. Aromatisierung von 5058-B-Mitteloel Scholven ueber verschiedene Kontakte. Aromatization of 5058-B-middle oil Scholven over various catalysts.	122 - 124
	24. Aromatisierung von Sumpfmitteloel aus K 1156 (Velsenkohle). Aromatization of Sumpf middle oil from K 1156 ("Velsen" coal).	125 - 130
	25. Erfahrungen mit dem Syntheseofen der Kammer 506. (Zur Frage: Gasumwaelzung oder Schaumfahrweise?) Experiences with synthesis oven of chamber 506. (re problem: gas recycle- or emulsion method?)	131 - 134

REEL NO.

INDEX

		FRAME NOS.
	26. Synthese - Anlage Ludwigshafen. Synthesis plant - Ludwigshafen.	135 - 148
	27. Aktennotiz. Vortragssitzung im Haus der Technik in Essen über die Weiterentwicklung der Ruhrchemie-Synthese (Fischer-Tropsch). Notes on meeting at "Haus der Technik" in Essen, on progress in development of "Ruhrchemie" synthesis (Fischer-Tropsch process).	1 149 - 155
	28. Geschwindigkeiten und Verweilzeiten beim Fahren von Steinkohle in der Sumpfphase. Velocity and times of contact in processing bituminous coal in Sumpf phase.	156 - 157
II.	Hochdruckversuche Laboratories. Exchange of experience on alumina. Files of Dr. Pier. Folder No. S32/VIII-D-6. Tonerde-Erfahrungsaustausch in Oppau am 6.Juli 1943. Exchange of experience on alumina, Oppau, 7-6-1943.	158 - 200
IIA.	Hochdruckversuche Laboratories. Papers on Prehydrogenation. Files of Dr. Pier. Folder No. S32/VII-D-6.	
	1. Entwicklung der Vorhydrierungskontakte. I. Teil bis zum 7745. Development of catalysts for prehydrogenation. Part I. up to catalyst 7745.	201 - 208
	2. Stand der Vorhydrierungsversuche am 8. August 1940. (Verbesserung des Fe-W-Ni-Kontaktes 6719). Status of experiments on prehydrogenation on 8-8-40. (Improving of the Fe-W-Ni-catalyst 6719).	209 - 217
	3. Vorhydrierung mit Katalysatoren auf Basis aktive Tonerde. Prehydrogenation over catalysts based on activated alumina.	218 - 219

REEL NO.	INDEX	FRAME NOS.
	4. Bericht der Kontaktfabrik ueber Vorhydrierungskontakte. Report of catalyst factory on prehydrogenation-catalysts.	220 - 221
	5. Vorhydrierungs-Versuche mit Kontakten auf Tonerde-basis. Experiments on prehydrogenation with catalysts on alumina.	222 - 223
	6. Zum gegenwaertigen Stand der Vorhydrierungskontaktversuche. The present status of experiments on prehydrogenation catalysts.	224 - 225
	7. Vorhydrierung. Prehydrogenation.	226 - 235
	8. Verbesserung des 6719 durch verschiedene Zusaetze. Improvement of 6719 by the addition of various components.	236 - 241
	III. Hoohdrucksversuche Laboratories. Papers on dehydrogenation. Files of Dr. Pier. Folder No. S32/VII-D-10.	
	1. DHD-Benzin Endpunkt 165 und 185°C. DHD-gasoline endpoint 165 and 185°C.	242 - 248
	2. Dehydrierung und Raffination von Polymerbenzin. Dehydration and refining of polymer gasoline.	249 - 256
	3. DHD-Kontaktpruefungen in 100 ccm-Oefen. DHD catalyst tests in 100 cc furnaces.	257 - 266
	4. DHD-Kontaktpruefungen in 100 ccm-Oefen. DHD-catalyst tests in 100 cc furnaces.	267 - 272
	5. Verarbeitung ungarischer Benzine auf DHD Benzin. Processing of Hungarian gasoline to DHD gasoline.	273 - 276
	6. DHD-Kontaktpruefungen in 100-ccm-Oefen. DHD-catalyst tests in 100 cc furnaces.	277 - 291

REEL NO. INDEX FRAME NOS.

7. Verarbeitung von Sumpfbenzin aus K 1242 auf DHD-Benzin im 40 Ltr.-Ofen 601.
Processing of Sumpf gasoline from K 1242 to DHD-gasoline in 40 litre furnace 601. 292 - 300

8. Verarbeitung von Zeitzer TTH-Benzin auf Hochleistungskraftstoff nach dem DHD-Verfahren.
Processing of Zeitz TTH gasoline to a high power fuel by DHD method. 301 - 309

9. Verarbeitung von Benzin aus der milden Aromatisierung (Kontakt 7501) nach dem DHD-Verfahren.
Processing of gasoline from mild aromatization (contact 7501) by the DHD method. 310 - 319

10. DHD-Versuche mit rumaenischem, in Poelitz zur Verarbeitung gelangenden Erdoelschwerbenzinen.
DHD experiments on Rumanian heavy petroleum gasoline, processed in Poelitz. 320 - 326

11. Dehydrierung von rumaenischem Schwerbenzin mit staubfoermigem Kontakt.
Dehydrogenation of Rumanian heavy gasoline over powder catalyst. 327 - 334

12. 600 at-Aromatisierung von Steinkohleverfluessigungsmittelöel als Vorstufe fuer die Herstellung von DHD-Hochleistungskraftstoff.
600-atm aromatisation of liquefaction middle oil as preliminary step for the preparation of DHD high power fuel. 335 - 349

13. Verwertung von DHD-Kontaktabfall (K 7360) durch Verformung nach vorheriger Peptisation. (Versuche im 100 ccm Ofen).
Utilization of waste DHD catalyst (7360) by reconditioning after previous peptization. (Experiments in 100 cc furnace). 350 - 353

REEL NO.

INDEX

FRAME NOS.

14. Reaktionshemmung der Dehydrierung und Dauerschaedigung des DHD-Kontaktes durch Sauerstoff-, Stickstoff-, Schwefel - Verbindungen und Ungesaettigte.
Inhibition of dehydrogenation and permanent damage to DHD catalyst by oxygen-, nitrogen-, sulfur-compounds and unsaturateds. 354 - 382

15. Pruefung von DHD-Kontakten im 1 Ltr.-Ofen.
Test of DHD catalyst in 1 liter oven. 383 - 395

16. Notiz zur Frage der Nacherhitzung von DHD Kontakten nach dem Traenken mit Ammoniummolybdat.
Note on problem of second heating of DHD catalysts after saturation with ammonium molybdate. 396

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

1. Auswaschung des Schwefeldioxyds bei der Regeneration der DHD-Einheitskammern.
Removal of sulfurdioxide for regeneration of DHD unit chambers. 397 - 403

2. DHD-Benzin, Qualitaet und Ausbeute, Ka. 807 Lu.
DHD gasoline, quality and yield, Ka. 807 Lu. 404 - 409

3. Dehydrierung bei 50 und 15 atm. Kostenvergleich.
Dehydration at 50 and 15 atm. Comparison of costs. 410 - 421

4. Fliegerbenzin aus estnischem Schieferoel.
Aviation spirit from Estonian shale oil. 422 - 426

5. Aufhydrieren und katalytisches Kracken von katalytisch gekracktem Erdoel-Gasoel.
Hydrogenation and catalytic cracking of petroleum-gasoil catalytically cracked. 427 - 433

REEL NO.		INDEX	FRAME NOS.
	V.	Hochdruckversuche Laboratories, Papers on dehydrogenation, Files of Frl. Dr. Höring, Folder No. 533/I-D-1.	
		1. Ueber die Ni-W-Dehydrierung naphthenreicher Benzine. On Ni-W-Dehydrogenation of gasolines rich in naphthene.	434 - 441
		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 mineralcoaltar-middleoil.)	442 - 449
		3. Einige Moeglichkeiten der Waermezufuhr bei der Benzindehydrierung ueber 6718. On some possibilities of supplying heat in dehydrogenation of gasoline over 6718.	450 - 456
		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.	457 - 461
		5. DHD-Versuche im 100 Ltr.-Ofen. 1. Bericht Verarbeitung der Fraktion 160-190° aus der 7019-Aromatisierung von Steinkohle-Verfluessigungs-Mitteloel in Kammer 501. DHD experiments in the 100 ltr. oven. 1st report: Processing of the fraction 160-190° from the 7019 aromatizing of mineral coal liquefaction middle oil in chamber 501.	462 - 471

REEL NO.		INDEX	FRAME NOS.
	6.	Dehydrierung von Fraktionen aus 5058/6434 Steinkohlenbenzin. I. Teil. Fraktion 70-100° und 100-130°. Dehydrogenation of fractions from 5058/6434 bituminous coal gasoline. Part I. Fraction 70-100° and 100-130°.	472 - 480
	7.	Dehydrierung unter Wasserstoffdruck mit bewegtem Kontakt. 9. Bericht: Dehydrierung von Steinkohlenschwerbenzin "Scholven." Dehydrogenation under hydrogen pressure over moving catalyst. Report 9: Dehydrogenation of bituminous coal heavy gasoline "Scholven."	481 - 492
	VI.	Hochdruckversuche Laboratories. Papers on hydrogenation of various coals. Files of Dr. Peters. Folder No. S33/I-D-5.	
	1.	Eignungsuntersuchung einer Probe der Kathildegrube fuer die Hydrierung. (Versuche im Drehautoklaven). Test of sample of Mathilde mine for suitability for hydrogenation (experiments in rotating autoclave).	493 - 495
	2.	Beurteilung und vorlaufige Hydrierergebnisse der rumaenischen Kohleproben von Prof. Heintze in Autoklaven. Valuation and preliminary hydrogenation results of samples of Rumanian coal in the autoclave by Prof. Heintze.	496 - 499
	3.	Kontaktversuche, insbesondere Einfluss des Sulfigranzusatzes bei der Hydrierung von oberschlesischer Steinkohle im Drehautoklaven. Catalyst tests, particularly on influence of admixture of Na_2S in hydrogenation of upper Silesian mineral coal in rotating autoclave.	500 - 501

REEL NO.	INDEX	FRAME NOS.
	4. Abfallende und ansteigende Temperatur bei der Hydrierung von oberschlesischer Steinkohle. (Versuche in Drehautoklaven). Decreasing and rising temperature in hydrogenation of upper Silesian coal. (Experiments in rotating autoclave).	502 - 503
	5. Hydrierverhalten von oxydierten Steinkohlen in Autoklaven bei 600 atm Druck. Hydrogenation behavious of oxydized mineral coal in the autoclave at 600 atm.	504 - 508
	6. Hydrierergebnisse mit 2 Holzteerproben von Schweden im Drehautoklaven. Hydrogenation results on two samples of wood tar from Sweden in the rotating autoclave.	509 - 511
	7. Janina-Kohle. Bisherige Versuchsergebnisse in Drehautoklaven. Janina coal. Present test results in rotating autoclave.	512 - 514
	8. Hydrierversuche in Drehautoklaven mit Ammoniumborfluorid als Kontakt bei Steinkohle. (Versuche bei 300 und 600 atm Druck im Dreh-Autoklaven). Experiments on hydrogenation in rotating autoclave with ammonium boro fluoride as catalyst for mineral coal. (Experiments at 300 and 600 atm in rotating autoclave).	515 - 518
	9. Hydrierergebnisse von zwei Kohleproben der Grube "Gute Hoffnung" (fruecher Janina) im Drehautoklaven. Hydrogenation results of two coal samples from pit "Gute Hoffnung" (formerly Janina), in rotating autoclave.	519 - 522
	10. Untersuchung von Schwelruecksteanden aus Schiefer auf ihre Eignung als Sumpfphasekontakt. (Versuche bei 600 atm in Drehautoklaven.) Testing low temperature carbonizing residues of shale for their suitability as Sumpf phase catalysts. (Experiments at 600 atm in rotating autoclave.)	523 - 526

REEL NO. INDEX FRAME NOS.

11. Ersatz von Ammonchlorid bei Scholvener Kohle. (Versuche im Drehautoklaven bei 350 atm Druck).
Substitutes for ammonium chloride in hydrogenation of Scholven coal. (Experiments at 350 atm in rotating autoclave.) 527 - 529

12. Aeltere Hydrierversuche mit Arsenverbindungen.
Early hydrogenation experiments with arsenic compounds. 530 - 532

13. Hydrierversuche mit Gasreinigungsmassen der Ruhrgas A. G. im Drehautoklaven.
Hydrogenation experiments with gas purification agents of Ruhrgas A.G. in rotating autoclave. 533 - 534

14. Aeltere Hydrierversuche mit chlorierten und oxydierten Steinkohlen im Autoklaven.
Early hydrogenation experiments with chlorinated and oxidized bituminous coal in an autoclave. 535 - 540

15. Hydrierungsergebnisse mit Janinakohle (Auschwitz) K 1262 v. 12.4.43 im Drehautoklaven.
Hydrogenation results with Janina coal (Auschwitz) K 1262 of 4-12-43 in rotating autoclave. 541 - 545

16. Hydrierungsergebnisse mit Myslowitzkohle K 1263 im Drehautoklaven bei 350 und 600 atm Druck.
Hydrogenation results with Myslowitz coal K 1263 in rotating autoclave at 350 and 600 atm pressure. 546 - 548

17. Ersatzmoeglickeiten von Ammonchlorid bei der Hydrierung von Ruhrkohle. (Aeltere Versuchsergebnisse).
Possibility of substituting ammonium chloride in the hydrogenation of Ruhr coal. (Early experimental results.) 549 - 551

18. Vorlaeufige Hydrierungsergebnisse mit elementarem Schwefel bei verschiedenen Produkten. (Versuche im Drehautoklaven).
Preliminary hydrogenation results with elementary sulfur and various products. (Experiments in rotating autoclave.) 552

REEL NO. INDEX FRAME NOS.

19. Versuche zur Isomerisierung von n-Heptan mit 5058 im Drehautoklaven.
Experiments on isomerizing n-heptane over 5058 in a rotating autoclave. 553 - 554

20. Aeltere Hydrierungsversuche im Autoklaven mit elementarem Schwefel.
Early hydrogenation experiments in the autoclave with elemental sulfur. 555 - 557

21. Hydrierversuche mit spanischen Kohlen im Drehautoklaven bei 350 und 600 atm Druck.
Experiments on hydrogenation of Spanish coal in rotating autoclave at 350 and 600 atm. pressure. 558 - 563

22. Versuchsergebnisse mit rheinischer Braunkohle im Autoklaven.
Results of experiments with Rhine soft coal in autoclave. 564 - 565

23. Steinkohlenteerpechzusatz bei Rheinischer Braunkohle (Hydrierversuche im Drehautoklaven).
Admixture of mineral coal tar pitch to Rhine brown coal (Experiments on hydrogenation in rotating autoclave). 566 - 568

24. Aufschluss- und Hydrierversuche im Autoklaven mit estnischen und anderen Schiefern sowie Schieferkonzentraten.
Experiments in autoclave on decomposition and hydrogenation of Esthonian and other shale and shale concentrates. 569 - 573

25. Aufschlussversuche mit bulgarischem Oelschiefer (Bresnik) (S 21) v. 20.10.41 im Autoklaven.
Experiments on decomposition of Bulgarian oil shale (Bresnik) (S 21) of 10-20-41 in the autoclave. 574 - 575

26. Ersatz von Eisensulfat durch Luxmasse bezw. Bayermasse + H_2SO_4 bei der Hydrierung von Oberschlesischer Kohle K 1242. (Versuche im Drehautoklaven).
Substituting iron sulfate by Lux mass or by Bayer mass + H_2SO_4 in hydrogenation of Upper Silesian coal K 1242. (Experiments in rotating autoclave.) 576 - 577

REEL NO.	INDEX	FRAME NOS.
	27. Aktennotiz zur Kaviarbildung bei Rheinbraun. Asche analysen von Rhein Braunkohle. Note on formation of "caviar" with Rhine brown coal. Analysis of ashes of Rhine brown coal.	576 - 579
	28. Einfluss von disponiblem Wasserstoff und Fluechtigem auf Urteerausbeute und Abhaengigkeit der Hydrierbarkeit von Urteerausbeute, H disp. und Fluechtigem bei Oberschlesischen und Dombrowakohlen. Influence of disposible hydrogen and volatiles on crude tar yield, and dependence of hydrogenation suitability on crude tar yield, from the hydrogen disposible and from volatiles in Upper Silesian- and Dombrowa coal.	580 - 582
	29. Hydrierversuche mit Konzentrat aus estnischem Oelschifer im Drehautoklaven bei 300 atm. Experiments on hydrogenation of concentrate of Esthonian oil shale in rotating autoclave at 300 atm.	583 - 584
	30. Hydrierergebnisse der oberschelsischen Kohleproben Fuerstengrube und Valeska-grube im Drehautoklaven. Hydrogenation results of coal samples from Upper Silesian Fuerstengrube and Valeskagrube in the rotation autoclave.	585 - 587
	30A. Prüfung von 2 Generatorflugstaubproben aus Herkules-Schwelkoks auf ihre Eignung als Kontakttrager. (Versuche im Drehautoklaven). Examination of 2 generator dust samples from low temperature carbonisation coke "Hercules" for their suitability as catalyst carriers. (Experiments in rotating autoclave).	588 - 590
	31. Hydrierfaehigkeit und Schwelwuerdigkeit von Ruhrkohlen. Hydrogenation suitability and carbonization value of Ruhr coals.	591 - 592
	32. Aufschlussversuche mit Schiefer von der Grube Nossel (S 20) im Drehautoklaven. Experiments on decomposing shale of the Nossel pit (S 20) in rotary autoclave.	593 - 594
	33. Hydrierversuche mit alten Kohlen im Drehautoklaven bei 600 atm. Experiments on hydrogenation of old coal in rotary autoclave at 600 atm.	595 - 599

REEL NO.	INDEX	FRAME NOS.
	34. Vanadin als Kontakt in Sumpfphase. Aeltere und neuere Versuche im Drehautoklaven. Vanadium as catalyst in Sumpf phase. (Older and more recent experiments in rotary autoclave.)	600 - 601
	35. Zur Anreibeoelfrage bei der Druck-extraktion von Steinkohle. On the prpblem of pasting oil for the pressure extraction of mineral coal.	602 - 606
	36. Kontaktversuche mit Welheim Pech-meisohe im Drehautoklaven bei 600 atm. Catalyst experiments with pitch mash "Welheim" in rotary auto-clave at 600 atm.	607 - 610
	37. Verarbeitung von estnischem Schieferoel. Processing of Esthonian shale oil.	611 - 614
	38. Extraktionsversuche im Drehautoklaven zur Herstellung von Primaerbitumen. Experiments on extraction in rotary autoclave for producing primary bitumen.	615 - 624
	39. Hydrierversuche zur Klaerung des Schwefeleinflusses bei oberschlesischen Kohlen K 1180 und K 1197 im Drehauto-klaven bei 600 atm. Hydrogenation experiments for determining the influence of sulfur in Upper Silesian coal K 1180 and K 1197 in the rotary autoclave at 600 atm.	625 - 633
	VII. Hochdruckversuche Laboratories. Papers on foreign hydrogenation works. Files of Dr. Peters. Folder No. S33/I-0-5.	
	1. Aktennotiz. Besprechung in Paris (Rue Dr. Lanceraux 11) am 22.8.40 ueber die Anlagen der Raffinerie in Gonfreville. Notes on the conference of 22-8-40 at Paris (Rue Dr. Lanceraux) on the installation of the refinery in Gonfreville.	634 - 637

REEL NO.		INDEX	FRAME NOS.
	2.	Kraftstofferzeugung in Nordfrankreich. Production of fuel in Northern France.	638 - 640
	3.	Hydrieranlage Lievin. Hydrogenation plant Lievin.	641 - 650
	4.	Hydrieranlage Bethune. Hydrogenation plant Bethune.	651 - 666
	5.	Fischer-Synthese-Anlage Courrieres. Fischer synthesis plant Courrieres.	667 - 671
	6.	Analysen von Benzinen aus Bethune und Lievin. Analyses of gasolines from Bethune and Lievin.	672 - 674
	7.	Benzinierung von B-Mittelool aus Gardanne-Lignite-Kohle. Benzination of B-middle oil from Gardanne lignite coal.	675 - 686
	8.	Katalytische Druckhydrierung von Gardanne-Kohle in Kleinversuchen in Ludwigshafen/Rhein. Catalytic pressure hydrogenation of Gardanne coal in small scale experiments at Ludwigshafen/Rhine.	687 - 695
	9.	Ausbeute bei Gardanne-Kohle. Yield from Gardanne coal.	696 - 702
	10.	Besprechungsbericht. Besprechung ueber die japanische Kohlehydrier-Anlage am 27.4.1944 in der Laenderbank Berlin. Report on a conference on the Japanese coal hydrogenation plant on 4-27-1944 at the "Laenderbank," Berlin.	703 - 705
	11.	Aktennotiz. Besprechung mit den Japanern ueber die Gewinnung von Isooktan aus Isobutylalkohol am 22.7.1943 in Berlin. Notes on a conference with the Japanese on preparing isooctane from isobutyl alcohol 7-22-1943 at Berlin.	705 - 706
	12.	Benzinqualitaet fuer Anlage Japan. Quality of gasoline for Japan plant.	707 - 710

REEL NO.	INDEX	FRAME NOS.
VIII.	Hochdruckversuche Laboratories. The coals of Upper Silesia. Files of Dr. Peters. Folder No. S33/I-C-6	
	Die Kohlen des oberschlesischen Steinkohlenbeckens. The coals of the Upper Silesian coal area.	711 - 727

TITLE PAGE

I. Hochdruckversuche Laboratories.
Miscellaneous papers on catalysts.
Files of Dr. Reichle.
Folder No. S32/VIII-D-2.

TITLE PAGE

1. Einsatz des Tonerde-W-Ni-Kontaktes 7846 // 250-8376 fuer verschiedens Verfahren.

   Use of alumina-W-Ni-contact 7846 // 250 - 8376 for various processes.

Frame Nos. 1 - 2

Hydrierversuche
LA 556

6. 1. 1942. Pa/Pr.

1

Einsatz des Tonerde-W-Ni-Kontaktes 7846 W 250 = 8376 für verschiedene Verfahren.

1.) Der für Vorhydrierung entwickelte Kontakt wurde bisher für die Vorhydrierung der in der folgenden Tabelle angeführten technischen Produkte eingesetzt und gab dabei die folgenden Ergebnisse:

Tabelle.

Produkt	Anfall AP.	% - 150 im Anfall	% N im Mittelöl	Benzinierbarkeit
1) Scholvener Verfl. M'Öl 180-3300 mit AP -20	50	12	0,008	sehr gut
2) Scholvener n-Mittelöl 180-3400 mit AP -24	44	11	0,009 (1,2 mg/l)	sehr gut
3) M'Öl aus schlesischer Kohle 200-335 mit AP -20	49	12	0,005 (2,4 mg/l)	gut
4) M'Öl + Bi aus schles. Kohle - 325 mit AP + 1	48	35	0,008 (1,4 mg/l)	nicht geprüft, bestimmt gut
5) S-Bi + Mi aus Leuna -325 mit AP + 14	49	25	0,009 (3 mg/l)	gut
6) Ruhrteer a + s-M'Öl 180-3300 mit AP -35	39	9	0,006 (0,5 mg/l)	gut
7) M'Öl aus rhein. Brk. 200-3500 AP + 9	48	ca. 10	0,010 (1,0 mg/l)	in Arbeit
8) M'Öl aus Öl + Pech-Verfl. + Kohle-Verfl. aus Pölitz 60-3600 mit AP 41	62	ca. 21	0,010 (0,6 mg/l)	in Arbeit

Näheres über die Ergebnisse 1, 2, 5 und 6 siehe Zusammenstellungen:

1 und 2: 19 589 i 6th 27.11.41
5 : 19 588 i 8th 28.11.41
6 : 19 615 i 9th 29.11.41

2.) Der Kontakt wurde ferner mit gutem Erfolg eingesetzt für

a) Diisobutylenhydrierung anstelle des konzentrierten W-Ni-Kontaktes 6718 (Einsparung von über 80 % W und Ni). Zusammenstellung 19 5601, Oth 19.11.41.

b) für die Aufhydrierung von Krack-B-Mittelölen im Kreislauf Kracken - Hydrieren ohne Spaltung.

c) für die Spaltung von Steinkohleabtreiber-Schwerölen bei 600 atm.
Im Anfall (ohne Rückführung der Schwerölanteile) ca. 50% Mittelöl mit AP. ca. 45 erhalten. Auf dem Kontakt abgeschiedenes Coronen kann durch Spulung mit B-Schweröl beseitigt werden.

d) für TTH-Verfahren anstelle des konzentrierten Kontaktes 5058 bei Deutzener und Hirschfelder Teer.

e) für die Reduktion von Iso-Alkoholen zu Benzin-Kohlenwasserstoffen.

gemeinsam mit
Dr. Gresl
" Rotter
" Trofimow
" Fürst.

gez. Peters
" Günther

TITLE PAGE

2. Taetigkeitsbericht November 1941.
Report on activity November 1941.

Frame Nos. 3 - 15

Hochdruckversuche
Lu 559.

4.Dezember 1941. Gtk/Le.

Tätigkeitsbericht

November 1941.

1) Kontaktprüfungen für Weisserde-Fabrik.
   a) 6434
   b) 5058
   c) 8376
   d) 7019 Lu
   e) 7019 Pölitz

2) Vorhydrierung.
   a) Neue Kontakte,
   b) Einsatz des 7846 W 250 für verschiedene Öle,
   c) Vorhydrierung auf tiefere AP mit B-Mittelölraffination.

3) Neue Benzinierungskontakte,
4) Neue Aromatisierungs-Kontakte,
5) Versuche zum Vergleich Cracken-Hydrieren,
6) Benzinierung der B-Mittelöle von Grossversuch Ku 501,
7) Benzinierung von B-Mittelölen der 50 at-Erdöl-Spaltung.
8) Cyclohexanherstellung aus Benzol für Dr.Seidel, Lu.
9) Hydrierung von Polymerbenzin für Dr.Schütze, Op.160
10) Einsatz des Kontaktes 7846 W 250 für TTH-Verfahren.
11) Spaltung von Stk-Altstr. Schweröl über festangeordneten Kontakt
12) Versuche im Drehautoklaven.
13) Verzeichnis der Zusammenstellungen.

Gemeinsam mit:
Dr.V.Füner,
Dr. Fürst
Dr. Dehn
Dr. Meier.

gez. Peters
Gradel,
Günther,
Trofimow,
Rotter

1) Kontaktprüfungen für die Walkerdefabrik.

a) 6424i: Die Spaltaktivität der laufenden Produktion ist genügend bis gut. Die Partie 7698-7717, die zuletzt noch mit $H_2 + K_2S$ nachbehandelt wurde, ist in den ersten 6 Tagen sogar wesentlich besser als die vorhergehenden Partien.

b) 5058i: Die Hydrieraktivität der laufenden Produktion ist gut, die Spaltaktivität kaum genügend.

c) 8376 - 7846 W 250: Die Produktion Fass 1 - 15 und der aus dem Abfall der Fässer 1 - 6 hergestellte Kontakt ist einwandfrei.

d) 7019 Lu: Mit der Prüfung der Charge Fass 1006-1045 wird eben begonnen.

e) 7019 Politz: Die geprüften Chargen WPS 7 + WPS 8 (Fass 81 - 100), WPS 10 (Fass 101 - 120), WPS 14 (Fass 121 - 130) zeigten eine geringe Spaltaktivität. Die Aromatenkonzentration betrug 52-55 %. Die Vergasung war nach wie vor wesentlich höher als bei 7019 Lu.

2) Vorhydrierung:

a) Neue Kontakte: Mit dem Kontakt 5502 (Terrana-ZnS-WS_2-NiS) wurde aus Steinkohle B-Mittelöl mit AP 39 erhalten. Die Raffination war aber ziemlich schlecht (Bromzahl 41 mg BH_2/l B-Mittelöl), entsprechend auch die Benzinierbarkeit (47 % Benzin im Anfall bei 20,6 MV gegenüber 60% bei 19 MV bei den 7846-Kontakten).

b) Einsatz des Kontaktes 7846 W 250 für verschiedene Öle. Die Versuche mit Scholvener Öl, Leunaer Öl und Steinkohlenteer-Mittelöl wurden abgeschlossen und zusammengestellt. Hydrierung und Benzinierbarkeit waren durchweg sehr gut. Es laufen noch Versuche mit Pölitzer Öl (Gemisch aus verschiedenen Rohstoffen) und Öl aus rheinischer Braunkohle.

c) Vorhydrierung auf tiefere Anilinpunkte mit anschliessender B-Mittelölraffination.
Von Dr. Donath wurde steinkohlevorfl. Mittelöl bei Drucken von 200-250 at und Temperaturen von 19,5 - 22,5 MV vorhydriert. Das B-Mittelöl von z.B. 250 at und 19,5 MV mit AP. 37 liess sich nur schlecht benzinieren, nach Waschen mit mässig verdünnter H_2SO_4 aber etwa ebensogut wie B-Mittelöl von 250 at und 22,5 MV mit AP 48. Weitere Versuche sind in Arbeit. Von uns wurden ebenfalls Raffinationsversuche schlecht benzinierbarer B-Mittelöle mit H_2SO_4 verd., Terrana oder Silicagel unternommen, die positive Ergebnisse zeitigten.

5) Neue Reduzierungskontakte.

Die Versuche mit Terrana-Fluorid-Kontakten wurden fortgesetzt. Kontakte, mit denen in den orientierenden Versuchen in 10 ccm-Bleibadöfen gute Ergebnisse erhalten worden waren, wurden in den normalen 50 ccm-Öfen eingehend geprüft. Die Ergebnisse entsprechen den Erwartungen auf Grund der Versuche in den 10 ccm-Öfen.

-Bl-

c) Lange Aromatisierungskontakte bei 250 atü.

Mit einem Tonerde-Kieselsäurekontakt (2081) wurde ein Dauerversuch durchgeführt. Der Kontakt zeigte während der Dauer von 550 Betriebsstunden kein Abklingen. Es wurde ein Benzin mit 50 Gew.% Aromaten bei einer Durchschnittsleistung von 0,30 erhalten. Die Vergasung war mit 32 % sehr hoch. Das Benzin hatte 40 % bis 100° siedende Anteile.

Ähnliche Versuchsergebnisse wurden mit einem Tonerde-Terrana-Kontakt erhalten. Die Vergasung betrug hierbei 27,5 %. Die systematischen Versuche in den Bleibadöfen wurden fortgesetzt.

5) Versuche zum Vergleich Hydrierer-Kracker.

Es wurden systematische Versuche begonnen, um die Frage zu klären, welchen Einfluss der Gesamtdruck, der Wasserstoffdruck und der Produktpartialdruck bei gleichartigen Kontakten bezw. Trägern auf die Klopffestigkeit der einzelnen Benzinfraktionen bezw. der Restbenzine daraus ausübt. Als Produkte werden verwendet:

1) das paraffinbasische Bruchsaler Erdöl-Mittelöl
2) das gemischtbasische Heitbrook-Erdöl-Mittelöl
3) als Typ eines naphthenischen Mittelöls 7846-W-250-vorhydriertes Steinkohleverfl. Mittelöl.

Als Katalysatoren bezw. Träger werden verwendet:

1) natürliche Bleicherde (Terrana), HF-behandelt,
2) synthetisches Al-Silicat
3) synthetische Terrana.

Die Versuche werden

1) bei 250 at mit Wolfram oder Molybdän, auf dem Träger ohne Kontaktabklingen
2) bei 250 at mit W- und Mo-freiem Kontakt/n mit abklingendem Kontakt und Regeneration,
3) bei 600 at ohne Kontaktabklingen ausgeführt.

Um den direkten Anschluss an die katalyt. Kraokversuche zu bekommen, ist ein 3 l-Ofen in Betrieb genommen worden, der von Null bis 300 atü gefahren werden kann.

Von den bisher vorliegenden Ergebnissen ist zu erwähnen, dass sowohl bei Erdöl- wie bei Steinkohleprodukt die Oktanzahl der oberen Benzinfraktionen bei der Fahrweise mit Kraok-Kontakt unter Wasserstoffdruok wesentlich besser sind als bei den 6434-Benzinen, aber noch wesentlich schlechter als bei den Kraokbenzinen. Wieweit dies auf die relativ hohen Aromatenkonzentrationen in diesen Fraktionen und wieweit auf „Isomerisierung" zurückzuführen ist, werden erst die noch nicht vorliegenden Untersuchungen der Restbenzine zeigen.

6) Benzinierung der B-Mittelöle vom Großversuch Ka 501.

Das aus Gelsenberger S-Mittelöl erhaltene 8376-B-Mittelöl mit AP 49,5 und das aus K 1744-S-Mittelöl von Ka 904 erhaltene 8376 B-Mittelöl mit AP. 49 ließen sich sehr gut bezw. gut benzinieren. Die Versuche wurden bereits abgeschlossen.

7) Benzinierung von B-Mittelölen der 50 at-Erdölspaltung.

Wir erhielten von Dr. Donath je ein H_2SO_4 gewaschenes 50 at-B-Mittelöl aus Bruchsaler Schweröl und aus Neitbrook-a-Mittelöl zur Feststellung der Benzinierbarkeit. Es handelt sich also im ersten Fall um ein aus Schweröl durch Spaltung gebildetes Mittelöl, im zweiten Fall um einen bei der Mittelölspaltung verbliebenen Rückstand. Vom zweiten Produkt war nur wenig vorhanden, sodass der Versuch nach 60 Stunden beendigt werden musste. Beide Produkte ließen sich gut spalten. Beim Cracken soll ein Unterschied bestehen in dem Sinne, dass der Rückstand schlechter zu spalten ist als neugebildetes Mittelöl. Bei der Hydrierung war ein solcher Unterschied bisher nicht feststellbar.

10

8) Cyclohexanherstellung aus Benzol für Dr.Seidel, Lu.

Benzol wurde über Kontakt 6718 oder 6376 bei 250 at und 15-18 Mo mit Durchsatz 0,5 aufhydriert. Das Anfallprodukt enthielt jeweils weniger als 1 % Aromaten und praktisch kein Methylcyclopentan. In allen seinen Eigenschaften entsprach es den Anforderungen für reines Cyclohexan. Bei Durchsatz 1,0 war die hohe Wärmetönung störend.

9) Hydrierung von Polymerbenzin für Dr.Schütze, Op.140.

Einige Proben Polymerbenzin mit Bromzahlen über 50 wurden bei 250 at H_2 und 12,6 MV über Kontakt 6718 auf Bromzahl unter 0,1 hydriert. Der Kontakt arbeitet ohne Abklingen.

10) Einsatz des Kontaktes 7846 W 250 für TT.H.Verfahren.

Nachdem sich Kat 7846 W 250 bei Deubener Teer gut bewährt hatte, sollte versucht werden, den schwerer verarbeitbaren Hirschfelder Teer über diesen Kontakt aufzuhydrieren. Nach einer kurzen Anfahrperiode mit Deubener Teer allein, wobei ein fast weisses Produkt anfiel, wurde kurze Zeit mit einer Mischung 80 : 20 und später 65 : 35 gefahren. Das Anfallprodukt war hierbei hellgelb bis gelbgrau und hatte während einer Woche ein konstantes spez.Gewicht von 0,820/50°. Seit einigen Tagen läuft der Versuch mit gleichen Teilen Deubener und Hirschfelder Teer. Das spez.Gewicht stieg allmählich auf 0,830 und das Anfallprodukt sieht gelb aus. Auffallend ist, dass in gewissen Abständen mit dem Produkt grössere Mengen Eisensulfid anfallen, was wohl auf im Einspritzprodukt gelöstes Eisenphenolat zurückgeführt werden kann, das im Hirschfelder Teer, infolge seines hohen Phenolgehaltes im verstärkten Maße vorhanden ist.

11) Spaltung von Steinkohlen-Abstreifer-Schweröl über fest-angeordnetem Kontakt.

Um zu klären, welche Unterschiede beim Fahren mit geschleuderter (koronenfreier) und ungeschleuderter Rückführung bestehen und ob das rückgeführte Coronen sich anreichert, wurde ein Versuch mit 8376 Körnung bei Durchsatz 0,5 und 22,5 MV gefahren. Während der ersten 2 Wochen lief der Ofen vollkommen konstant. Das Anfallprodukt hatte ca. 55 % + 350° und Anilinpunkt + 52°. Der Coronengehalt (unlöslicher Anteil) stieg von ca. 0,45 % im Verlauf von 2 Wochen auf 0,8 - 0,9 % und war dann etwa 4 Tage lang konstant. Das spez. Gewicht des Anfallproduktes stieg jedoch plötzlich sehr stark an und der Versuch wurde abgebrochen. Der Ausbau ergab, dass der Kontakt herausgespült war. Aufgrund dieses kurzen Versuches lässt sich nicht sagen, ob Coronen abgebaut wird. Es wurde daher ein neuer Versuch mit 8376-T-Pillen angefahren, bei dem laufend das Anfallprodukt auf Asche untersucht wird.

Bei 450 atm ist als Vergleich zum 8058 bei 450 atm mit Abstreifer-Schweröl von Scholven ebenfalls ein Ofen mit K 8376 T-Pillen angefahren.

12) Versuche im Drehautoklaven.

a) Pechverarbeitung.

Für die Verarbeitung von Pechen mit hohem Festegehalt, die selbst mit Grudemolybdänkontakt nur schwer zu verarbeiten sind, hat sich nach Versuchen im Autoklaven folgender Weg als aussichtsreich erwiesen:

Das Pech wird mit einer Fraktion 160 - 250° aus Steinkohlenteerölen bei 408 bis 425° und 300 atm Druck ohne Kontakt extrahiert. Bei einem Anreiberverhältnis 1 : 1 und ca. 360 Ltr. Wasserstoff/kg Pech wurde ein bei 120°C gut filtrierbares Produkt erhalten. Versuche bei 600 atm zeigten, dass hierbei etwa 50 % höherer Durchsatz gefahren werden kann. 50 % des im Pech enthaltenen organ. Festen (mit Anreiböl bestimmt) werden bei dieser Vorbehandlung abgebaut. Die Vergasung ist sehr gering und beträgt nur 1 - 2 % auf eingesetztes Pech. Das vom Extraktionsmittel befreite Filtrat hat praktisch kein Anreibeölfestes und wird sich nach den bisherigen Erfahrungen auch mit Eisenkontakten gut hydrieren lassen. Das eingesetzte Anreiböl 160 - 250° kann wieder verwendet werden.

b) Kohlehydrierung.

Die Versuche mit den Kohleproben aus Oberschlesien und Dombrova ergaben, dass die Kohleproben der Gruben Paris, Saturn, Blücherschächte, Donnersmarck, Jawischowitz, Myslowitz, Kasimir (Redenfluß) und Oscleds (Karolinenfluß) etwa wie Beuthengrube,

Oscleds (Fannyfluß), Saturn (Milowitz) und Charlottegrube etwa wie Heinitzgrube hydrierbar sind, während die Proben von Jupiter-, Römer-, Brzeszcze- und Oheimgrube sich etwas ungünstiger verhalten dürften.

Vergleichsversuche Snox und Chlor gegen Bisonkat. und Chlor bei 350 atm zeigten bei Hydrierkohle und Anreiböl vom Scholven nur geringe Unterschiede. Zinn und Chlor gibt etwas besseren Abbau, Schwefelchlorür ansteile von Ammonflorid etwas höhere Spaltung vor allem in der Benzinfraktion. In Asphalt-

-12-

gehalt der Vergasung liegen die Zahlen innerhalb der Bestim-
Mangefehler gleich.

15) Verzeichnis der Zusammenstellungen.

Nr.	Datum	Zeichen	Titel.
1	28.10.41	Gr. 19 4551	Zur Anreibeölfrage bei der Druckextraktion von Steinkohle.
2	5.11.41	Tro 19 4911	Prüfung des ausgebauten Kontaktes 7019 aus Grossversuch in Pölitz (Kammer 3).
3	5.11.41	Gth 19 5301	Einfluss des Ni-Gehaltes auf Tonerde-W-Ni Vorhydrierkontakten.
4	10.11.41	Tro 19 5061	Partieprüfung des Kontaktes 7019 für den Weisserdebetrieb. Fass 961 - 1005.
5	10.11.41	Gr. 19 5161	Vergleich der Ölausbeuten beim Schwelen und beim Druckaufschluss bei Ölschiefern.
6	11.11.41	Tro 19 5251	Prüfung des Kontaktes 7019 aus der Produktion Pölitz, W Pö 4, Fass 1-14, Unterkorn.
7	14.11.41	Tro 19 5451	Prüfung des Kontaktes 7019 aus der Produktion Pölitz, W Pö 5 und W Pö 6, Fass 15-40 und Fass 41-60.
8	14.11.41	Gth 19 5491	2-Stufen-300 at-Gasphase-Benzine aus verschiedenen Rohstoffen und mit verschiedenen Vorhydrierkontakten.
9	17.11.41	Gth 19 5571	6434-Kontaktprüfungen für den Weisserdebetrieb.
10	19.11.41	Gth 19 5601	Di-Iso-Butylenhydrierung über verdünnten Kontakt und bei niederen Drucken.
11	25.11.41	Tro 19 5721	Tabellarische Übersicht der wichtigsten Versuchsergebnisse, erhalten bei der Prüfung des Kontaktes 7019 aus der Produktion Pölitz.
12	25.11.41	Tro 19 5731	Prüfung des Kontaktes 7019 aus der Produktion Pölitz, W Pö 7 und W Pö 8, Fass 61-100.
13	26.11.41	Gr 19 5741	Hydrierversuche mit alten Kohlen in Drehautoklaven bei 600 atm.
14	26.11.41	Ro 19 5941	Benzinierung von Bruchsaler Gasöl bei 200 at mit 600 at-Aromatisierungskontakten (L-Benzin)
15	27.11.41	Tro 19 6051	Prüfung neuer Aromatisierungskontakte in 25 ccm Bleibadöfen bei 250 at. Mitteilung I: Der Einfluss von $MgWO_4$.
16	27.11.41	Gth 19 5901	5058-Kontaktprüfungen für den Weisserdebetrieb.
17	27.11.41	Gth 19 5891	Einsatz des Tonerde W-Ni-Vorhydrierkontaktes 5376 = 7846 W 250 für Schalvener a-Mittelöle.
18	28.11.41	Gth 19 5981	Einsatz des Tonerde-W-Ni-Vorhydrierkontaktes 5376 = 7846 W 250 für Braunkohleverflüssigung Leuna.

TITLE PAGE

3. Tonerde-Molybdaen-Nickel und Tonerde-Wolfram-Nickel-Vorhydrierungskontakte.
Alumina-molybdenum-nickel- and alumina-tungsten-nickel pre-hydrogenation contacts.

Frame Nos. 16 - 21

Tonerde-Molybdän-Nickel und Tonerde-Wolfram-Nickel-Verbindungskontakte

Kontakt 7846 (Tonerde 10 MoO_3 3 Ni_2O_3) und
Kontakt 8149 (Tonerde 16 WO_3 3 Ni_2O_3), die Äquivalente von Mo bzw. W enthalten, sind beide in geschwefelter Form gleichwertig und geben bei 250 at sowohl mit Braunkohle wie mit Steinkohleverflüssigungsmitteln sehr gut raffinierte Produkte die trotz des tieferen Anilinpunktes gut über 6434 benzinisiert werden können.

Die Raffinationswirkung mit diesen Kontakten ist stark druckabhängig, so daß bei H-Öl-Drucken am Ofeneingang unter 250 at, wie sie z.B. in Leuna (190 at) oder Scholven (210 at) vorhanden sind, eine zweckmäßige Verwendung dieser Kontakte ohne vorgeschalteten 6658 nicht angebracht ist.

Um gegen Rückschläge gesichert zu sein, erscheint deshalb - wenigstens für eine nicht zu kurze Übergangszeit - die Mitverwendung des erst in den letzten Wochen in der Kleinapparatur erprobten etwas wolframreicheren Kontaktes 8370 angebracht.

Der Kontakt 8370 (Tonerde 30 WO_3 6 Ni_2O_3) hat gegenüber 7846 W und 7846 W den Vorteil, etwas größere Reserven zu haben, bei 250 at und 28,5 MV gibt er um 5 bis 6 Einheiten höhere Anilinpunkte als die beiden anderen Kontakte. Es ist anzunehmen, daß er auch bei 190 at für Braunkohleverflüssigung und bei 210 at für Steinkohleverflüssigung ausreichend ist, und hinsichtlich der Einspritzprodukte einen größeren Spielraum bietet. Die Versuche hierüber sind noch nicht abgeschlossen. Dass die Ergebnisse über den 6658 Ergebnissen ähnlicher sind als bei 7846 ist bereits erwähnt. Abklingen konnte bisher in keinem Fall beobachtet werden. Nur Erfahrungen im Großen über Festigkeit stehen noch aus. Ein Großversuch in Lampar 501 soll in den nächsten Tagen anfahren.

Ein Unterschied zwischen dem Mo-Kontakt 7846 und den beiden W-Kontakten besteht noch insofern als der Mo-Kontakt sich im Betrieb von selbst genügend schwefelt, während die Wolfram-Kontakte vor Gebrauch gut durchgeschwefelt werden müssen, was evtl. für Regeneration von Bedeutung sein kann.

Zur Frage, welcher Kontakt nun letztlich hergestellt werden soll, ist nach dem augenblicklichen Stand der Dinge folgendes zu sagen:

Mit Kontakt 7846 liegen Grossversuche in Lu und Me vor. Gegen eine Herstellung einiger Ofenfüllungen insbesondere unter Verwendung eines vorhandenen aber zu wenig aktiven Dehydrierungskontaktes 7360 ist nichts einzuwenden, da die Grenzen der Anwendbarkeit bekannt sind. Für Pölitz, Brüx und Wesseling wird dieser Kontakt sicher den Anforderungen entsprechen. Für Leuna und Scholven vermutlich nicht ohne vorgeschalteten 5058.

Nach Kleinversuchen ist der Kontakt 8376 (7846 W 250) besser geeignet z.Zt. vieles für eine allgemeinere Einführung dieses Kontaktes in den technischen Anlagen, als Ersatz für 5058, spricht, umsomehr als auch hinsichtlich der Herstellungsweise ein grosser Spielraum vorhanden ist. (Es ist sowohl Oppauer als auch v. Miner-alsch Tonerde brauchbar und das Wolfram kann sowohl als WO_3 WS_2 oder Gelbsalz zugemischt oder aufgetränkt werden.)

Die Entscheidung aber, ob im Anschluss an die vorgesehene 7846-Produktion weiter der Kontakt 7846 Mo oder 7846 W 250 hergestellt werden soll, kann erst getroffen werden, wenn nach einigen Wochen die Erfahrungen der Grossapparatur vorliegen.

Der Kontakt 7846 W 250 könnte dann vor allem dort eingesetzt werden, wo der Kontakt 7846 Mo nicht ganz ausreichend ist.

Für die weitere Entwicklung besteht die ev. Möglichkeit, den Wolframgehalt des Kontaktes 7846 W wieder zu senken, wenn umfangreichere Erfahrungen vorliegen und z.B. Leuna den Wasserstoff-Teildruck, wie vorgesehen, wie die anderen Werke ebenfalls auf 250 at erhöht hat.

Anliegende Tabelle enthält charakteristische Zahlen der besprochenen Kontakte im Vergleich zu 5058.

gez. Peters

Anlage

Tonerde Molybdän Nickel- und Tonerde Wolfram Nickel Vorhydrierkontakte

Kontakt Nr.	7846	8149	8376	5058
Bezeichnung	7846 Mo	7846 W	7846 W 250	Vergleichs-Kontakt
Träger:	akt. Ton	akt. Ton	akt. Ton	kein
kg MoO_3 bzw. WO_3/Liter	70 MoO_3	150 WO_3	250 WO_3	2400 WO_3
kg Ni_2O_3/Liter	23	23	67	-
kg Molybdän bzw. Wolfram je 100 000 Jato I. Bi	1360 Mo	2 300 W	3900 W	29 500 W
Schüttgewicht	0,8	0,8 bis 0,9	0,9 bis 0,9	2,7
Durchsatz	0,8	0,8	0,8	1,0
Temperatur °C	22,5 435°	22,5 435°	22,5 434°	19 (-20) 375-390
Steinkohlenteer-Destillat aus:				
Anfall spez. Gew.	0,846	0,852	0,844	0,814
AP B-Mittelöl	+41	+42	+42	+44 (48)
% Bi bis 150°	13	13	13	19
% Bi bis 190°	28	28	28	34
Phenole B-Mittelöl	0,02	0,02	0,02	0,3
Stickstoff B-Mittelöl	0,008	0,007	0,006	0,010

I.G.Farbenindustrie A.G.
Abt. Hochdruckversuche
Ludwigshafen/Rhein

Soh/Du. den 17.9.41

Eisenkontakt für Sumpfphase.

Wir nehmen Bezug auf die telefonische Unterredung des Linkesunterzeichneten mit Ihrem Herrn Dr. Simon und übersenden Ihnen anbei eine kurze Aktennotiz über den bei uns gefahrenen Vergleichsversuch mit Eisengrude gegenüber Molybdängrude.

Auf Grund der Ergebnisse kann gesagt werden, daß der Eisenkontakt in doppelter Menge gegenüber dem Molybdänkontakt angewandt, voraussichtlich nicht die volle Leistung ergibt; jedoch ist der Versuch zu kurz gelaufen, um ein endgültiges Urteil über den Kontakt abgeben zu können. Eine Verschlechterung in der Vorheizung durch Kontakt-Agglomerationen konnte bei uns nicht beobachtet werden.

Wir wären Ihnen sehr dankbar, wenn Sie uns noch weitere Mitteilungen über Erfahrungen mit diesem Eisenkontakt zukommen lassen würden da wir beabsichtigen, ab Anfang Oktober in der Sumpfphase allgemein auf Eisenkontakt umzustellen.

Heil Hitler!
HYDRIERWERKE PÖLITZ AKTIENGESELLSCHAFT
gez. Wissel ppa. Schmitt

Kenntnis für:
Aug. 17. 9. 41
Nr. 6227
Duden
Wissel
Rumpf
Schmitt
BH
BDH
BD
BR
BG
BS
BK
BL
BP
BV
BZ
TA-Ho
TA-Ni
TA
Einkf.

HYDRIERWERKE PÖLITZ
AKTIENGESELLSCHAFT

Pölitz, den 13. 9. 41
Soh/Du.

20

Vergleich von Fe-Grude mit Mo-Grude bei der Verarbeitung von Pech in der Sumpfphase.

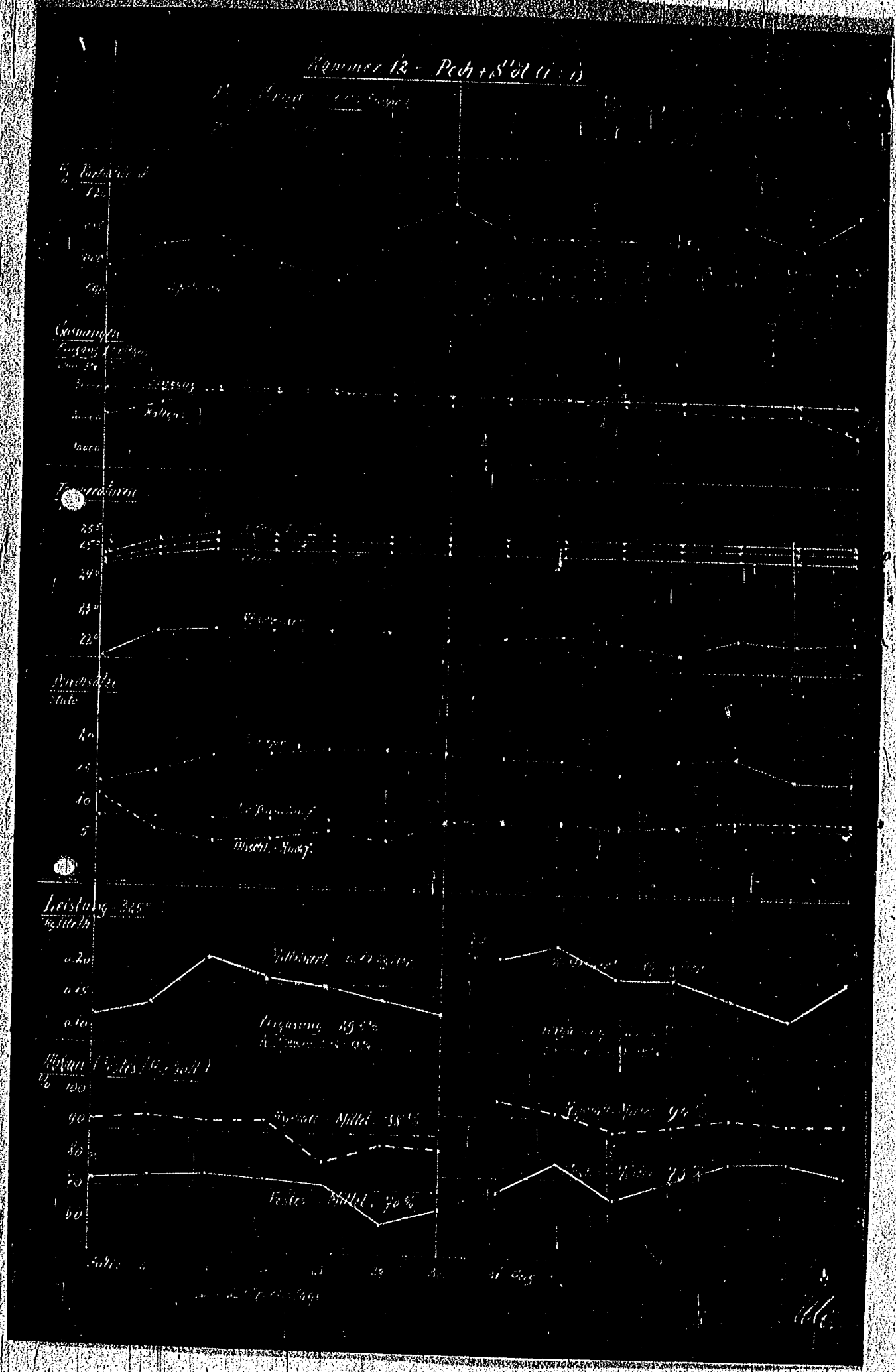
Zwecks Vergleich der beiden Kontakte (Mo 10927 und Mo 11002) wurde in der Sumpfphasekammer 12 ein kurzer Versuch vom 23.7.-6.8.41 durchgeführt. Die Kammer war am 18. 7. nach ihrem Umbau auf Kohleverarbeitung wieder mit Pech angefahren worden. Am 23. 7. bereits wurde wegen geringer Lagermöglichkeit von Mo auf Fe umgestellt, sodaß mit der Mo-Grude noch kein Gleichgewichtszustand erreicht war. Ein Vergleich der Fe-Grude mit der Mo-Grude vor der Periode mit Eisenkontakt kann daher kurvenmäßig nicht erfolgt werden; jedoch ist dies ohne weiteres mit der nachfolgenden Mo-Periode möglich, wenn dort auch noch eine gewisse Beeinflussung durch Fe-Grude vorhanden sein dürfte. Ein exakter Vergleich der beiden Kontakte ist jedoch mit Rücksicht auf die kurze Versuchsdauer kaum möglich.

Auf Grund der vorhandenen Ergebnisse läßt sich sagen, daß der Eisenkontakt in doppelter Menge gegenüber dem Molybdänkontakt angewandt, wahrscheinlich eine schlechtere Leistung ergibt, und zwar sowohl was Abbau von Festem und Asphalt, als auch was Vergasung und Leistung bis 325° anbetrifft. Die Ergebnisse sind aus dem beigegebenen Kurvenblatt zu ersehen, wo sie den betrieblichen Bedingungen gegenübergestellt sind.

Eine Beeinflussung der Kammer-Leistung durch Kontakt-Agglomerationen, vor allem in der Aufheizung, konnte mit Rücksicht auf die kurze Versuchsdauer nicht festgestellt werden.

Dr. Schmitt

ø Dr. Winsel
Dr. Schmitt
BH-Umlauf
Dr. Ruthwelker/Dr. Berger
Dr. Montfort


Kammer 12 - Pech + St'öl (1 : 1)
Leistung 325
Feuchtigkeit
Temperatur
Gasanalyse
Druckdiff.

TITLE PAGE

4. Wolframbedarf fuer die zweistufige Benzinierung mit verschiedenen Kontaktkombinationen.
   Requirement of tungsten for the two stage benzination with various contact combinations.

Frame No. 22

Entwurf

10.7.41 Ro/Pr.

Wolframbedarf für die zweistufige Benzinierung mit verschiedenen Kontaktkombinationen.

(Kilogramm Wolfram auf 100 000 jato L-Benzin, bezw. auf 1 cbm Kontakt)

Kontakt	Schüttgewicht	für Durchsatz	Wolfram kg/100000 jato	Wolfram kg/cbm	% von 5058 (100000 jato)	% von 6434 (100.000 jato	% von 5058/6434 (100.000 jato)
5058	2,55	1,0	29 500	1 890	100	—	—
7846 W (8149)	0,93	0,8	2 310	119	7,8	—	—
6434	0,65	1,0	750	48	—	100	—
7420	0,84	1,0	97	6	—	13	—
5058/6434	—	—	30 250	—	—	—	100
7846 W/6434	—	—	3 060	—	—	—	10,2
7845 W/7420	—	—	2 407	—	—	—	8,1

TITLE PAGE

5. ZnO + MoO_3 bezw. ZnO + $MgMO_4$ statt Vanadin im Aromatisierungskontakt 7019.

ZnO + MoO_3 or ZnO + $MgMO_4$ replacing vanadium in aromatization contact 7019.

Frame Nos. 23 - 30

Hochdruckver...
Lu 558

1 Ruhrchemie A.G.
Fachgebiet Synthese
Oberhausen-Holten

10 März 1941 Tr/Pf.

23

$ZnO + MoO_3$ bezw. $ZnO + MgWO_4$ statt Vanadin im Aromatisierungskontakt 7019.

Es wurden Versuche durchgeführt, das Vanadin beim Aromatisierungskontakt 7019 (aktive Kohle, 15 Cr_2O_3, 5 V_2O_5) durch $ZnO + MoO_3$ bezw. $ZnO + MgWO_4$ zu ersetzen.

Die Versuchsergebnisse mit den geprüften Kontakten sind in Tabelle I zusammengestellt und auf dem Kurvenblatt I eingetragen.

Die bisher besten Kontakte, in ihren Versuchsergebnissen 7019 am Ähnlichsten, sind:

No.	Zusammensetzung	Leistung	Aromaten
7019	akt. Kohle + 15 Cr_2O_3 + $5V_2O_5$	0,33	57
7949	akt. Kohle + 15 Cr_2O_3 + 10 ZnO + 0,5 MoO_3	0,32	50
7971	akt. Kohle + 10 Cr_2O_3 + 10 ZnO + 10 $MgWO_4$	0,29	55

Die Aromatenleistung ($\frac{\%}{100} \times$ Bi Leistung) ist bei diesen erwähnten Kontakten die gleiche und erreicht annähernd die Aromatenleistung von 7019.

Der Kontakt 7949 erreicht mit 0,5% MoO_3 dieselbe Leistung wie 7019, jedoch ist die Aromatenkonzentration um einige Prozent niedriger, während der Kontakt 7971 mit 10 % $MgWO_4$ die Aromatenkonzentration von 7019 erreicht, aber in der Leistung demselben nur wenig nachsteht.

Die Spaltaktivität wird durch Mo-Zusatz kaum beeinflußt, jedoch nimmt die Aromatenkonzentration mit steigendem Molybdängehalt ab.

Die erhaltenen Benzinen haben die gleiche Siedekurve wie 7019 Benzine, die Klopfwerte nach Motor Methode und Motor-Methode + 0,12 Pb sind im allgemeinen um 2-3 Einheiten niedriger als bei 7019 Benzinen.

Die Vergasung beträgt, bezogen auf 160° Benzinleistung, im Mittel 22 % mit einem Butangehalt von 20 - 35° in der Gesamtvergasung. Das Butan enthält bis 19 % Butan gegenüber 10 % bei 7019.

In Tabelle 2 sind die Restbenzineigenschaften vom Kontakt 7949 (aktive Kohle, 10 ZnO, 15 Cr_2O_3, 0,5 MoO_3) zusammengestellt und Versuchsergebnissen mit 7019 gegenübergestellt. Aus den Zahlen ist zu entnehmen, daß das Restbenzin wesentlich besser ist als das Restbenzin aus 7019. Die Oktanzahlen sind wesentlich höher und zwar im 160° Benzin Oktanzahl Motor-Methode 65 gegenüber 59 bei 7019. Diese bessere Klopffestigkeit dürfte im wesentlichen auf den höheren Anteil an Niedrigsiedenden im Restbenzin zurückzuführen sein (45 % gegenüber 31 % bis 100°). Die Zusammensetzung ist bei den Restbenzinen annähernd die gleiche. Hinsichtlich der Zusammensetzung der Extrakte bestehen keine erkennbaren Unterschied.

Die Aromatenverteilung in den Anfallprodukten ist aus den Anilinpunkten (Kurvenblatt 2) zu ersehen. Ähnlich wie bei den Tonerdekontakten ist bei niedrigem Mo-Gehalt der Kontakte die Aromatenverteilung wesentlich günstiger als bei hohem Mo-Gehalt. Bei den Kontakten 7949 (aktive Kohle + 15 Cr_2O_3 + 10 ZnO + 0,5 MoO_3) und 7971 (akt. Ton + 10 ZnO + 10 Cr_2O_3 + 10 $MgWO_4$) liegen die Anilinpunktskurven ähnlich der 7019 Anilinpunktskurve.

Bei den geprüften Kontakten konnte kein Abklingen festgestellt werden.

Die Phenolreduktion ist sehr gut.

Alle Versuche wurden in 200 ccm-Öfen mit Steinkohleverflüssigungsmittelöl Scholven, EP 325°, Anilinpunkt -19 bis -19 und ca. 15 % Phenolen bei 250 at Gesamtdruck ausgeführt. Die Versuche wurden in der Regel in Mischung mit 7019 B-Mittelöl aus dem Großversuch im Verhältnis 1 : 1 mit 0,75 % Schwefelkohlenstoffzusatz bei 492° und Durchsatz 0,8 angefahren und nach 16 Stunden

auf 500° und Durchsatz 1 [illegible] erhöht. Nach etwa 120-160 Stunden wurde auf eigene Rückführung umgestellt. Bei dem Versuch mit Kontakt 7971 wurde die Temperatur auf 510°C erhöht.

Gemeinsam mit: gez. A. Trofimow

Dr. Peters Dr. Pfliner
" Grabl " [illegible]rst
" Günther " [illegible]rschberger
" [illegible]m
" [illegible]ier.

Einspritzprodukt	Stockkohle v. 8.10.40	Stockkohle vom	Gesamt-Be	
Spez. Gewicht	0,950			0,95
Anilinpunkt	- 9			- 13
Siedegrenzen	123/316		150/	317
Phenolgehalt	21			18,6
Kontakt	7019	7912	7926	
Druck	250	250	250	
Temperatur	501	501	501	
Durchsatz	1,0	1,0	1,0	
Gas : Öl	2,0	2,0	2,0	
Spez. Gewicht	0,855	0,842	0,846	0
Benzinkonzentration	36	37	34	
Leistung	0,23	0,32	0,30	0
% Vergasung / B + V	20,0	18,5	21,6	1
Benzin spez. Gewicht	0,807	0,786	0,792	0
Anilinpunkt I/II	-12/48	+ 1/47	+ 1/48	+
Siedebeginn	55	42	46	
% - 70	2	5	3	
% - 100	24	29	24	
% - 150	90	90	91	
% - 160	95	94	9[illegible]	
Endpunkt	168	166	168	
Zusammensetzung				
Paraffine	11,0	12,5	14,0	14
Naphthene	30,5	41,0	39,0	39
Aromaten	57,0	45,0	45,0	45
Ungesättigte	1,6	1,5	2,0	2
O.Z. Motor	78	74	74,5	73
Motor + 0,12 Blei	88	86	~~90,5~~ 7)	87
Mittelöl spez. Gewicht	0,888	0,878	0,876	0,87
Anilinpunkt	- 16	- 2	+ 2	+ 3
Ofen / Datum	Durchschnittswerte nach dem 1.X.40	21/25. 40	21./12.12. 40	1/26.
Betriebsstunden		240	180	225
Ofenblatt		3674	3708	3732
Bemerkungen				
Zusammensetzung des Kontaktes	akt.Kohle 15 Cr_2O_3 5 V_2O_5	akt.Kohle 15 Cr_2O_3 2 MoO_3	akt.Kohle 15 Cr_2O_3 2 MoO_3	akt.Kohle 15 ZnO 1 Cr_2O_3 1,0 MoO

Chlorverflüssigungsmittel Solvon P 1271					
8.10.40	vom	15. 11. 40	vom 19.12.40	vom 6. 1. 41	
,950		0,954	0,958	0,962	
9		- 13	- 14	- 19	
3/316	150/	317	156/323	171/320	
21		18,6	19,2	15,5	
7912	7926	7937	7949	7971	
250	250	250	250	250	
501	501	501	501	501	508
1,		1,0	1,0	1,0	
2,		2,0	2,0	2,0	
84		0,844	0,858	0,856	0,865
7	84	33	34	32	28
,32	0,30	0,31	0,32	0,31	0,25
8,5	21,6	12,1	26,0	26,2	24,9
786	0,792	0,794	0,805	0,794	0,802
/47	+ 1/48	+ 1/48	- 4/48	-3,5/48	-8/47
42	46	39	60	42	44
5	3	4	2	5	5
29	24	25	20	25	21
90	91	90	90	91	91
14	95	95	94	96	97
6	168	167	168	170	167
,5	14,0	14,0	13,0	12,5	10,5
,0	39,0	39,0	36,0	37,0	35,0
,0	45,0	45,0	50,0	49,0	52,0
,0	2,0	2,0	1,0	1,5	1,5
	74,5	73	73	75	72,5
	90,5	87,5	85	87	86,5
8	0,876	0,874	0,904	0,890	0,893
	+ 8	+ 5	- 0	- 10	- 11
0,1	40	25/12,22,	24/86,18,40		
		225	7.1.41	20.1.41	29.1.41
			340	630	170
		3732,	3745		

20

3,2,41
290

3787

Rückführung
P 1271/7949
Ofen 20 Blatt 3746

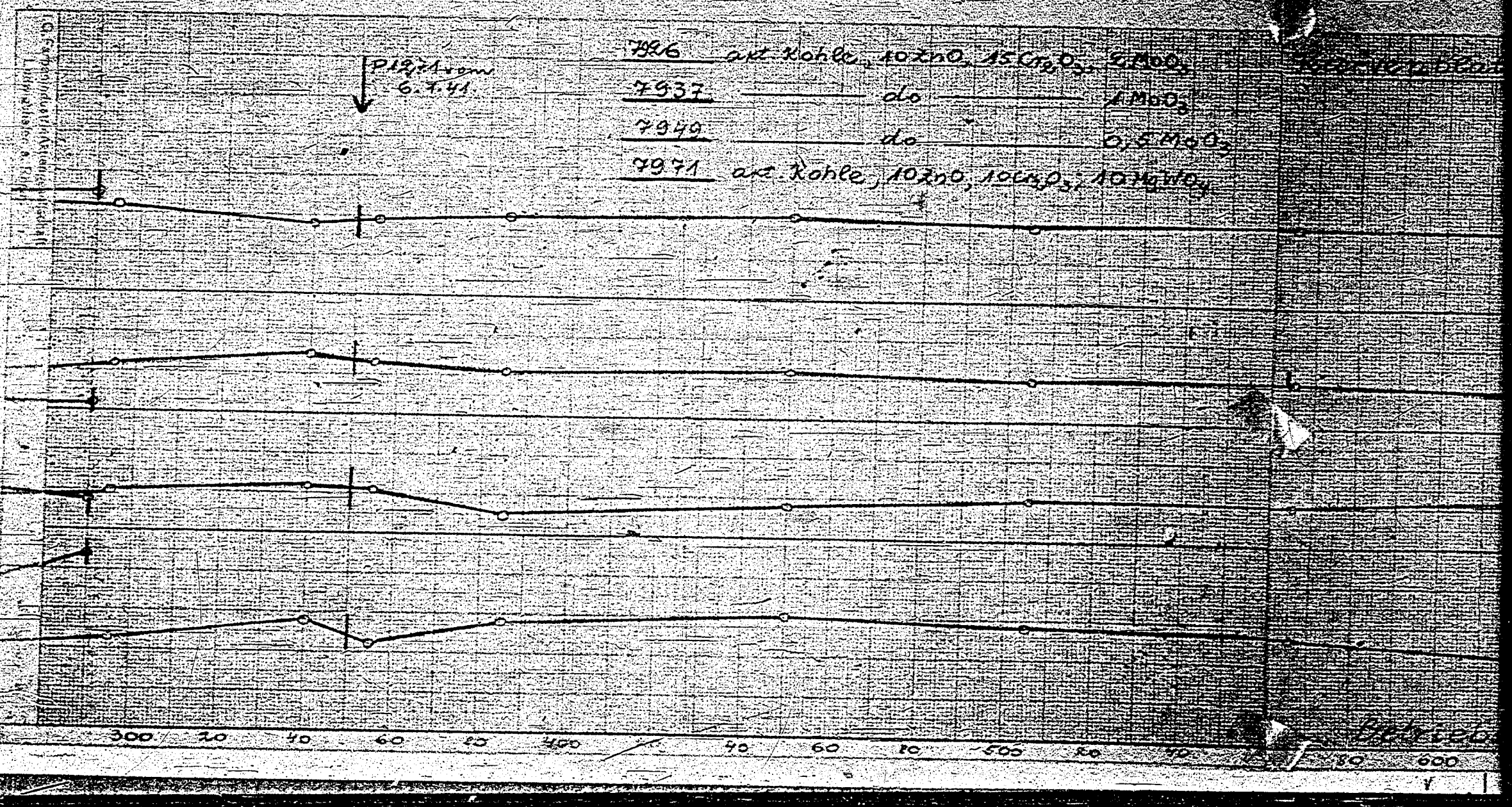
Kohle	akt.Kohle	akt.Kohle	aktive Kohle	aktive Kohle
$2O_3$	10 ZnO	1 ZnO	10 ZnO	10 ZnO
3	15 Cr_2O_3	1 Cr_2O_3	15 Cr_2O_3	10 Cr_2O_3
	2 MoO_3	1 0 MoO_3	0,5 MoO_3	10 $MgWO_4$

Zelle 2.

Reatbenzin bis 165°C.

Kontakt	019	7949 a-Kohle, 10 ZnO, 15 Cr_2O_3, 0,5 MoO_3
8		
Produkt	P 1271	
Benzinkonzentration -165	36	32
Benzin - Leistung	0,33	0,31
% Aromaten im Benzin	57	50
% bis 100° im Benzin	24	37
Anilinpunkt B-Mittelöl	- 16	- 11
% Raffinat im Benzin	43	49,5
Spez. Gewicht	0,755	0,752
Anilinpunkte I/II	45/48	45/47
Siedebeginn °C	53	52
% - 70°	2	5
% - 100°	34	45
% - 120°	64	72
% - 150°	89	91
Endpunkt	163	168
% Paraffin + Olefine	26,5	22,5
% Naphthene + Aromaten	73,5	77,5
Oktanzahlen		
Motor-Methode	59	65
" " + 0,12 Pb	81,5	85
Aromatenzerlegung		
Im Extrakt: % Benzol	22,4	23,5
% Toluol	38,8	41,8
% Xylol	28,4	24,4
% höhere Aromaten	10,4	8,8
Im Benzin: % Benzol	12,8	12
% Toluol	22,1	21
% Xylol	16,2	12
% höhere Aromaten	5,9	4,5
Ofen	Durchschnitt	20
Datum	werte	11.-19.1.41
Betriebstage		
Ofenblatt		3746

KODAK

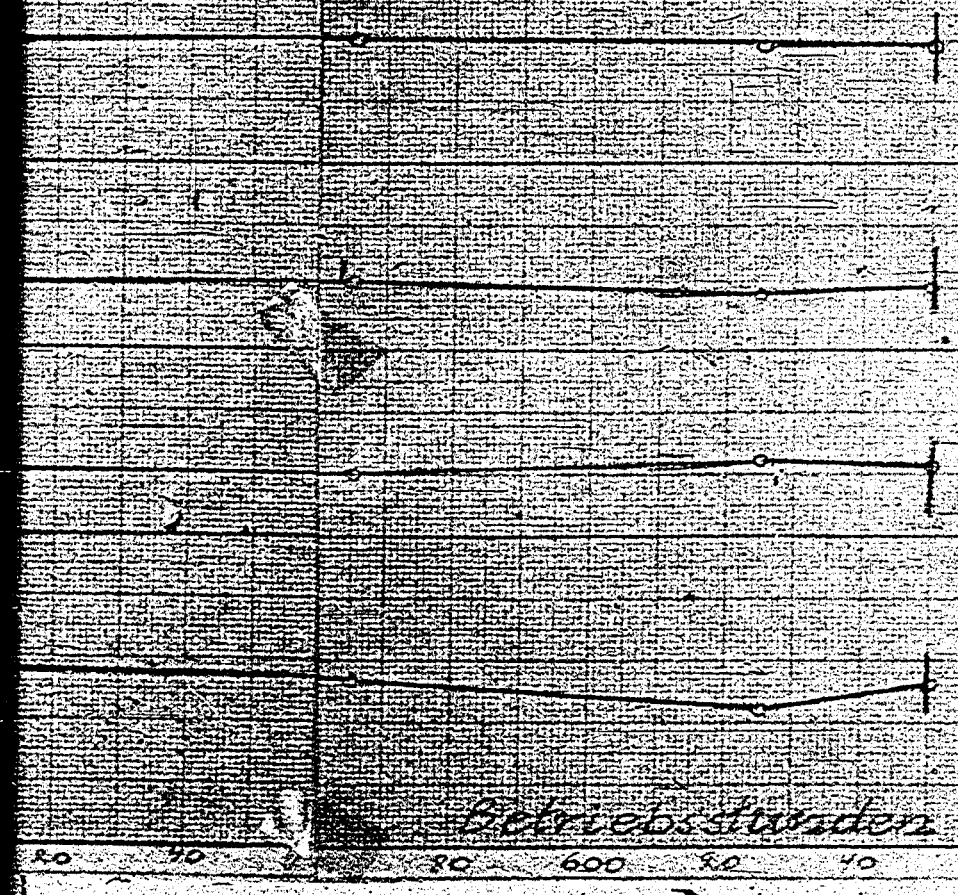

P 1271 vom 6.7.41.
7926 akt. Kohle, 10 ZnO, 1 Cr_2O_3, 2 MoO_3
7937 do 1 MoO_3
7949 do 0,5 MoO_3
7971 akt. Kohle, 10 ZnO, 10 Cr_2O_3, 10 $MgWO_4$
300 20 40 60 80 400 40 60 80 500 20 40 600

5 MoO_2 Kurve 2 bleibt 1

1 MoO_3

0,5 MoO_2

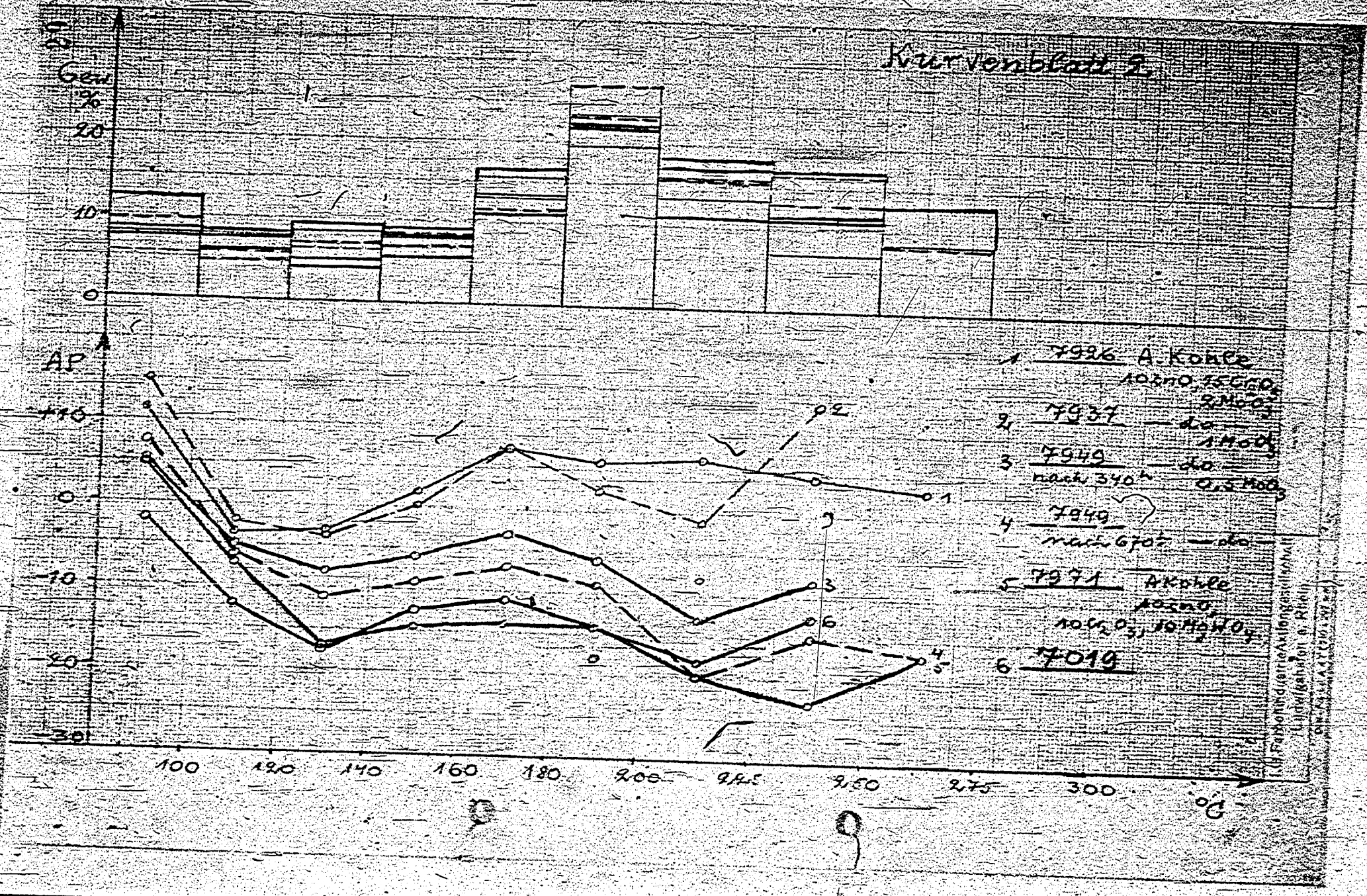
10 mg WO_4



Betriebsstunden

20 40 0 80 600 20 40 60 80

Kurvenblatt 2



1 7926 A. Kohle
10 ZnO, 15 CrO_3, 3 MoO_3

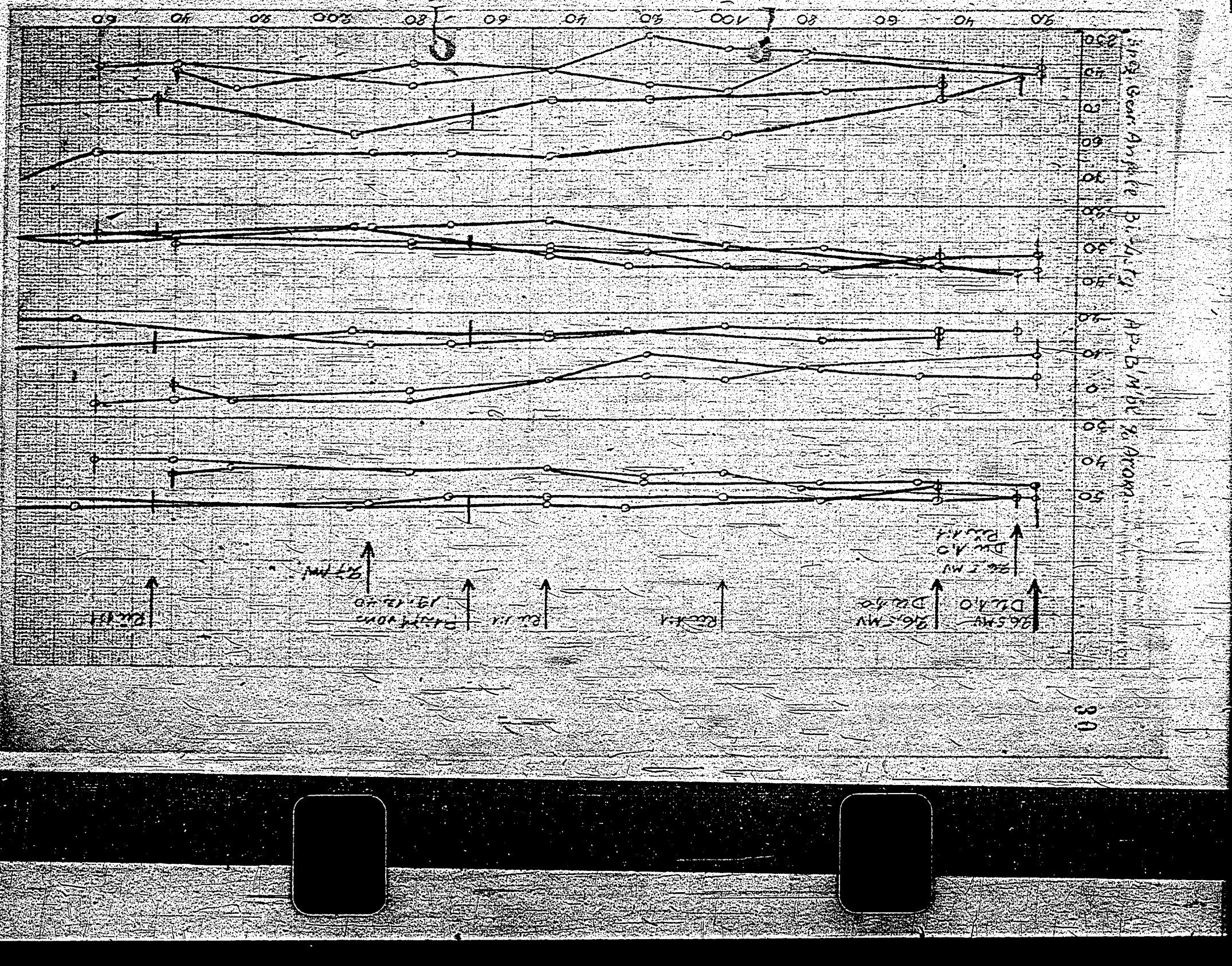
2 7937 — do — 1 MoO_3

3 7949 — do — 0,3 MoO_3
nach 340 h

4 7949
nach 670 h — do —

5 7971 A-Kohle
10 ZnO, 10 Cr_2O_3, 10 H_2WO_4

6 7019


Blue A1
Blue A2
Blue A3
Blue A4
Blue A5
Blue A6
Blue A7
Blue A8
Blue A9
Blue A10
Blue A11
Blue A12
Blue A13
Blue A14
Blue A15
Blue A16
Blue A17
Blue A18
Blue A19
Blue A20
Blue A21
Blue A22
Blue A23
Blue A24
Blue A25
Blue A26
Blue A27
Blue A28
Blue A29
Blue A30
Blue A31
Blue A32
Blue A33
Blue A34
Blue A35
Blue A36
Blue A37
Blue A38
Blue A39
Blue A40
Blue A41
Blue A42
Blue A43
Blue A44
Blue A45
Blue A46
Blue A47
Blue A48
Blue A49
Blue A50
Blue A51
Blue A52
Blue A53
Blue A54
Blue A55
Blue A56
Blue A57
Blue A58
Blue A59
Blue A60
Blue A61
Blue A62
Blue A63
Blue A64
Blue A65
Blue A66
Blue A67
Blue A68
Blue A69
Blue A70
Blue A71
Blue A72
Blue A73
Blue A74
Blue A75
Blue A76
Blue A77
Blue A78
Blue A79
Blue A80
Blue A81
Blue A82
Blue A83
Blue A84
Blue A85
Blue A86
Blue A87
Blue A88
Blue A89
Blue A90
Blue A91
Blue A92
Blue A93
Blue A94
Blue A95
Blue A96
Blue A97
Blue A98
Blue A99
Blue A100

TITLE PAGE

6. Besprechung am 14-3-41 in Lu 558 ueber Massnahmen zur Lagerung von Kontakten und Kontaktrohstoffen mit Hinblick auf die Luftgefahr.

Conference on 3-14-41 at Lu 558 on measures for storing contacts and raw materials for contacts with regard to air raids.

Frame Nos. 31 - 32

Hochdruckversuche
Ho/Im. 598

14. März 1941/PS. 31

Besprechung am 14.3.41 Ho/Im 598

über Maßnahmen zur Lagerung von Kontaktstoffen und Kontakten

Anwesend: Ob.Reg.R. Hoffmann
Dr. Hupfer
Regierungsbaurat Hauke als Vertreter des Luftgaukommandos XVII

Der Lagerung Frischer reife verbrauchter Kontakte sowie auch der dazu benötigten Rohstoffe ist mit Rücksicht auf die Luftgefahr besonderes Augenmerk zu schenken.

Die Rohstoffe sind teilweise hygroskopisch und daher bereits gewichtsempfindlich.

Die Kontakte sind wertvoll.

Sämtliche Kontakte sind empfindlich gegen stärkere Mengen Leuchtgas und teilweise auch gegen Luft.

Verschiedene Kontakte sind brennbar und ziemlich leicht entzündlich.

Goliert und aufbewahrt werden die Kontakte in abgedichteten Kannen. Der Vorrat eines Hydrierwerkes an Frischkontakten beträgt durchschnittlich etwa 150 t, das heißt etwa 1000 Fässer, zu lagern, wozu noch eventuelle Vorräte von zu regenerierenden verbrauchten Kontakten kommen. Es werden folgende Richtlinien empfohlen:

An einer Stelle sollten nicht mehr als etwa 250 Fässer gelagert werden. Das entspricht einem Lagerraumvolumen von etwa 100 m³.

Bei der Unterbringung der Kontakte wird zweckmäßigerweise eine Kontaktsorte nicht auf verschiedene Lager aufgeteilt. Gleichartig aussehende Kontakte sollten dabei ge-

- 2 -

- 3 -

lichst nicht zusammen gelagert werden, sodass bei einer Zerstörung der Fässer ein Sortieren der Kontaktpillen möglich wird.

Für die Unterbringung der Kontakte und der Rohstoffe eignen sich am besten trockene Keller abseits von besonders feuergefährdeten Betrieben in massiven aus nicht brennbaren Baustoffen erstellten Gebäuden. Der Unterbringung in unbeheizten Öfen ist vor allem bei vergoldetallroibenen Kontakten der Vorzug zu geben.

Die Keller sollten entsprechend den nach DVO vom 4.5.36 festgelegten Bestimmungen trümmer- und splitterabweisend ausgeführt sein.

In den Kontaktkellern sind für Brandfälle bevorzugt CO_2-Löschanlagen vorzusehen.

Ausgebrannte, reichgriffelte Kontakte sind wie neue Kontakte zu lagern.

Lgz. H. Hoffmann

TITLE PAGE

7. Kontakt 7846 fuer die Vorhydrierung von Steinkohleverfluessigungsmitteloel Scholven von Bruexer Teer (a-+s-loel) und von S-Mitteloel aus Rhein. Braunkohle.
Contact 7846 for prehydrogenation of Scholven medium oil from coal liquefaction of Bruex tar (a-+s-M oil) and of S-middle oil from Rhine-soft coal.

Frame Nos. 33 - 44

Woodall-Duckham
F/Tu 1158

26. Februar 1941 Grb/H.

33

Kontakt 7846 zur Hydrierung von Steinkohle
[illegible] Komplex von Brüxer Teer
(a + b/M2) und von 3 Mitteln von Main Braunkohl

Über Kontakt 7846 [illegible] Hydrierende
[illegible] Mittelöls aus [illegible] Brüxer Teer-Kreosot
[illegible] Steinkohle verschiedener Herkunft
in Frage.

Es wurden Mittelöle mit AP 40 bzw. 50 Zahlen
der Kontakt 784 arbeitete mit [illegible] Mittelölen
Die Ausbeuten [illegible] enthielt aus niedrigerer
Braunkohle (Siedeende [illegible] 350°) wurde bevorzugt hydriert.

Benzol- und Phenolbildung waren sehr gut bis auf die
Produkte aus Schwelteer durch das Brüxer Teeröl ist
solcher über 5 % verboten. Das Produkt aus niedriger
Braunkohle [illegible] leichten Abklingen, vermutlich wegen an
[illegible] Siedeendpunkte des 70/5 B Mittelöls (350°).

Brauchbare Produkte [illegible] über 843 auf 87er Kraftstoff [illegible] war
arbeitet. Aus Steinkohle [illegible] mit guter Ausbeute
87er Kraftstoff herstellen. Aus der niedrigen Braunkohle
wurde mit weniger guter Leistung ebenfalls ein typgerechter
87er Kraftstoff erhalten. Beim Brüxer Teer war das Benzin
so stark paraffinhaltig, daß trotz Abschneidend bei 140° die
Oktanzahlen noch [illegible] 87er Qualität zugerechneten
Die relativ hohe Leistung erlaubt aber ein noch tieferes
Abschneiden, sodaß auch hiermit genügender Leistung ein 87er
Kraftstoff zu erhalten wird.

Die [illegible] Mittelöle aus Brüxer Teer [illegible]
Braunkohle wurden auch auf Dieselöl verarbeitet. Aus Brüxer

2

Brüxer Teer ließ sich zu sehr gutem Dieselöl (Cetenzahl 52) verstellen; bei dem niedrigen Siedeendpunkt (338°C) mußte allerdings mit Rücksicht auf die verlangte Viskosität von 1,2°E/20° vieles abgeschnitten werden (über 240°: 47% vom Gesamtanfall). Aus rheinischer Braunkohle wurde mit 84 % im Vorhydrierungsanfall ein Dieselöl mit der gerade noch anerkennenden Cetanzahl 37,5 und sonst sehr guten Dieselöl-eigenschaften erhalten.

Gemeinsam mit:

Dr. Peters
Dr. Graßl
Profimow

Dr. Dean
v. Fliner
Pfirst
Meier
Schreiner
Schiffdauer

Gen. Günther

I. Vorhydrierung

In einem ersten Versuch wurden bei 200 atm Ofen über Kontakt 7865 (akt. Tonerde + 10 % MoO_3 + 3 % NiO_3) nacheinander folgende Produkte verarbeitet:

1.) Betriebsstunde 1 - 500

Vorhydrierung von Kohl Benolvan (F 1271) rad. 9.9.40

2.) Betriebsstunden 501 - 1010

Mittelöl aus Brüxer Teer (F 1397)

3.) Betriebsstunden 1011 - 1450

Sumpföl aus K 1/7 (rumänische Braunkohle) v. Ofen 411 entnommen 26.10.40

Die Eigenschaften der Abgangsprodukte befinden sich auf Tabelle I, die Bedingungen und Ergebnisse der Vorhydrierung auf Tabelle II. Der Verlauf der Vorhydrierung ist auf Kurvenblatt 1 aufgetragen.

Nachdem am dritten Tage mit dem Steinkohleprodukt der Kontakt, der erfahrungsgemäß eine gewisse Anlaufperiode hat, konstant geworden war, war während der ganzen Betriebsperiode mit Steinkohleverflüssigung keine Aktivitätsänderung festzustellen. Bei ca 90 % Ausbeute lag der AP des Anfalls bei 41-43, der des Mittelöls bei 43 / 45°C. Die Phenolreduktion war durchweg sehr gut, die Stickstoffraffination befriedigend (drei Werte mit 0,01 %). Die Benzinierbarkeit des B-Mittelöls war aber sehr gut, wie in einem kurzen Vorversuch gezeigt wurde. Die Spaltung (ersichtlich an der Benzin-Bildung -180°) war ebenfalls sehr konstant (30-33%). Der gesammelte Anfall enthielt 20 % Benzin -150°C. Eigenschaften von Benzin und Mittelöl vgl. Tabelle II.

Nach 500 Stunden wurde auf Brüxer Teer (F 1397) Mittelöl (1:1-Mischung) umgestellt und ohne Änderung der übrigen Bedingungen weitere 950 Stunden gefahren. Bei ebenfalls 98 % Ausbeute waren die Ergebnisse wiederum sehr konstant (AP 54 bis 57). Phenolreduktion war weiterhin sehr gut, Stickstoffraffination gut (0,003 bis 0,010, 4 Werte). Die Benzinierbar-

keit des B-Mittelöls war ebenfalls sehr gut. Der gesammelte Anfall der Vorhydrierung enthielt 17,5 % Benzin mit ziemlich schlechter Oktanzahl (69,5) das sich aber mit einem hohen Naphthengehalt (74%) sehr gut für das DHD-Verfahren eignen würde.

Während der Periode mit Brüxer Teer-Mittelöl wurde der Anfall auch zweimal auf Dieselöl untersucht. Infolge des für Dieselölherstellung etwas niedrigen Endpunktes des Ausgangsproduktes mußte der Anfall ziemlich hoch gestrippt werden, um richtige Viskosität (120^0E /20^0) zu erhalten. Es wurden so neben 53% Benzin - 240^0C 47 % Dieselöl erhalten mit Stockpunkt -9^0C und der sehr guten Cetanzahl 52.

Nach insgesamt 1150 Stunden (= 48 Tage) Betriebsdauer wurde über den Kontakt noch ein Verflüssigungsmittelöl aus rheinischer Braunkohle (K 177) verarbeitet. Dieses Mittelöl mit AP + 1 und hohem Saurestoffgehalt wurde auf einen wesentlich über 350^0C liegenden Endpunkt redestilliert, um festzustellen, wie der Kontakt 7846 so hoch abgeschnittene Produkte verarbeitet. Im Verlaufe von weiteren 500 Stunden ließ dann der Kontakt in seiner Hydrier- und Spaltaktivität auch um eine Kleinigkeit nach. Der AP des Anfalls ging von 45 auf 41 zurück, das Siedeende stieg von 343 auf etwa über 350^0C. Die Phenol- und Stickstoffraffination war hingegen unverändert gut. Die Klopfbeute betrug ebenfalls 98%. Der Anfall enthielt 16% Benzin mit OZ Motor nur 68 und 76 % Naphthenen (geeignet als DHD-Ausgangsprodukt). Der Anfall wurde ebenfalls in Benzin (36%) und Dieselöl (64 %) bei 200^0 zerlegt. Da schon auf Grund des AP des Anfalls (44) zu erwarten war, wurde ein Dieselöl mit gutem Stockpunkt (-15) und Viskosität (1,2 ^{0}E/20^0) erhalten, dessen Cetanzahl mit 37,5 aber gerade an der Grenze der heutigen Anforderungen liegt.

Die Ganzhydrierung des Anfalles über 190^0C verlief trotz guter Phenol- und N-Raffination mit schwachem Abklingen, vermutlich wegen des hohen Mittelöl-Siedeendpunktes (355^0). Zur Verarbeitung auf 87er Kraftstoff über 7846/6434 mußte man also das Verflüssigungsmittelöl aus rheinischer Braunkohle tiefer abschneiden (z.B. bei 340^0 oder gar 300^0C).

Der nach insgesamt 1550 std. Betriebsdauer ausgebaute Kontakt bestand aus ziemlich bruchfesten, grausohwarzen Körnern. Staubbildung war außerordentlich gering. Außerdem hatte sich im Ofen eine ca 0,2 mm dicke Kruste gebildet. Die Untersuchung dieser Kruste ergab überraschenderweise einen Gehalt von 44% Ni, 10% Fe und 0,9% Mo. Da das Material des Ofens (N 10) nickelfrei ist, wurden die ausgebauten Kontaktkörner auf ihren Ni-Gehalt untersucht. Sie enthielten 0,38% Ni gegenüber 1,83% Ni im Frischkontakt (lt. Zusammensetzung). Aufgrund dieser Zahlen muß angenommen werden, daß das in den Krusten abgesetzte Ni aus dem Kontakt stammt. Dieser Fall ist der einzige, bei dem bei 7846 eine Krustenbildung im Ofen beobachtet wurde. Ein anderer 7846, der über 3 000 Stunden mit Scholvener M-Öl gefahren wurde, zeigte keinerlei Krustenbildung. Er wird z.Zt. auch auf Ni-Gehalt untersucht.

II/ Weiterverarbeitung der vorhydrierten Mittelöle

Von jeder Periode der Vorhydrierung wurde der Anfall gesammelt, bei 150°C in Benzin und Mittelöl getrennt und die Mittelöle bei 250 at (98%iger Wasserstoff) über 6434 auf 87er Kraftstoff verarbeitet. Die Bedingungen hierbei waren:

Kontakt: 50 ccm 6434 T-Pillen = 44 g
Druck: 250 atü
Durchsatz: 1,5 bzw. 2,0 ccm Gas/kg Öl
Zusatz zum Öl: 2,7 bzw. 2,5
Temperatur: 0,75 % CO_2
Jeweils auf 70-80 % Ölanfall eingestellt
Sie betrug:
a) für P 1271-B-Mö1: 382°C
b) für P 1397-B-Mö1: 365°C
c) für K 177-B-Mö1: zu Beginn 400°C
gegen Ende 417°C.

Die über dem Benzinbereich siedenden Teile des Anfalls wurden, sobald ein gewisser Puffer vorhanden war, in den Ofen zurückgeführt.

Das 7846 B-Mittelöl aus Scholvener Verarbeitung wurde nur in einem 1-tägigen Versuch weiterverarbeitet (Blatt 3057). Hierbei zeigte sich das gleiche Ergebnis, wie es bei einem ebenfalls schon früher ausgeführten Versuch (Blatt 3044).

Im folgenden werden also als Vergleichszahlen die Zahlen von Versuch Blatt 3644 angeführt. Die Benzinierung des B-Mittelöls aus Brüxer Teer (Blatt 3684 B) konnte, wie auf Grund des hohen AP von 57 auch zu erwarten war, mit Durchsatz 2,0 und bei der außerordentlich tiefen Temperatur von 18,5 MV = 365°C ohne Abklingen durchgeführt werden. Mit nur 17,4 % Vergasung wurde Benzin -140° mit Dampfdruck 0,44 und den OZ 74,5 (Motor) und 87,5 (mit 0,12 Blei) erhalten. Nach Zumischung des Vorhydrierungsbenzins (80:20) waren bei 54 % -100°C die Oktanzahlen nicht mehr ganz für einen 87er Kraftstoff ausreichend (73/86). Einzelheiten vgl. Tabelle III und IV.

Bemerkenswert ist noch eine Beobachtung, die schon früher einmal bei der Benzinierung von 6434-B-Mittelöl aus Böhlener Teer gemacht wurde: Während das 7846-B-Mittelöl vom Brüxer Teer AP 57°C hat, hat das entsprechende 6434-C-Mittelöl AP 49. Dies bedeutet, daß der 6434 keine weitere Aufhydrierung bringt. Der Abfall des AP vom B- zum C-Mittelöl hat seinen Grund wohl darin, daß bei der niedrigen Temperatur die höher hydrierten (? paraffinischen) Anteile aus dem 7846 B-Mittelöl wesentlich leichter gespalten werden als die weniger hydrierten (naphthenischen?) Anteile und infolgedessen im C-Mittelöl diese weniger hydrierten Anteile angereichert sein müssen.

Die Benzinierung des B-Mittelöles aus rheinischer Braunkohle (Blatt 3731) wurde bei 383°C angefahren. Innerhalb weniger Tage mußte die Temperatur auf 408°C erhöht werden und, da die Spaltung auch hier allmählich wieder zu weit zurückging, am 20. Tage sogar auf 417°C. Die Vergasung war mit 24,6% auch unter Berücksichtigung der etwas zu scharf durchgeführten Stabilisation (Ddr. ca 0,25 im Fertig-Benzin) relativ hoch, wohl als Folge der hohen Benzinierungstemperatur. Die Grund-O.Z. des Fertig-Benzins ist mit 70 (Motor) ziemlich niedrig für einen 87er Kraftstoff, mit 0,12 %Blei-Zusatz wurde aber die ausreichende OZ 88 erreicht. Gegen Ende des Versuches wurde aus dem Anfall auch noch mit 27 % ein Leichtbenzin bis 100°C herausgeschnitten (Leistung 0,38). Die OZ dieses Benzins sind mit 78 (Motor) und 95 (+0,12 Blei) nicht ganz so gut wie aus Steinkohle oder Steinkohlenteer (79/97). Einzelheiten s. Tabelle III und IV.

Tabelle I

Eigenschaften der Ausgangsprodukte

Ausgangsprodukt	P 1271 red.V. 9.9.40 Schalvenez Verd. Mittelöl	P 1397 a+s-Möl 1:1 a+s-Mittelöl aus Drutxer Teer	K 177 S-Möl v. Ofen 411 red. am 26.10.40 (aus rhein. Rk)
spez. Gew./20°	0,956	0,960	0,974
kp	12,9	+11,5	+1
Phenolgehalt	17	24,1	23,2
Siedebeginn °C	145	198	169
% 225	37	3	15
250		22	29
275	70	48	44
305	86	73	61
325	-	89	75
350		-	92
Siedeende °C/%	322/98,5	343/98	360/98
spez. Gew. unp. Isoliert	0,936	0,918	0,951
kp	-12	-22	-8,5
% Unges. KW	12		5
kp/spez. Gew. 180-210	+6/864		-2/846
210-240	-2/892		-4/873
240-270	-14/938	+18/900	-4/913
280-310	-24/982	+24/920	+3/954
El.-Analyse % C	86,64	-	84,07
% H	9,53		9,51
% O	3,00		5,25
N	0,75		1,11
S	0,08		0,06
%H/100 C	11,00		11,31
Hdi/1000	10,38		10,25

Tabelle II

Verhydrierungen mit Kontakt 7946

Ausgangsprodukte	P 1271 redestl. Scholven	P 1397 a-MÖl Brux	K 177 a-MÖl Rheinbraun
Bedingungen			
Druck	250	250	250
Temperatur	434	434	434
Durchsatz	0,8	0,8	0,8
Gas:Öl	3,0	3,0	3,0
Zusatz ($\%SO_2$)	1,0	1,0	0,75
Anfall spez. Gew.	0,840	0,830	0,852
AP	44	57	44
Phenol o/o	unter 0,02	unter 0,02	unter 0,02
Benzin %/spez. Gew.	20,5/0,771	17,3/0,754	16,1/0,756
AP I/II	33/42	40/46	38/45
Siedebeginn	80	73	80
-100	32	46	39
Siedeende	161	142	156
%Paraffine	6,5	19,0	16,5
Naphthene	84,0	74,0	78,0
Aromaten	9,0	6,0	6,5
Ungesättigte	0,5	1,0	1,0
Jodzahl	0,5	-	-
Teste	gut	gut	gut
O2 Motor	71	69,5	66,0
40,09 Bl	83	-	-
Mittelöl %/spez. Gew.	75,7/0,856	82,5/0,845	83,9/0,869
AP	44,5	57	45
Siedebeginn	138	155	151
-180	11	5	7
-225	38	34	34
-300	56	88	81
-325	-	94	92
-350	-	-	-
Siedeende	303/99	338/99	355/99
Phenolgehalt	Unter 0,02	unter 0,02	unter 0,02
N-Gehalt	0,010	0,010	0,009
Ofen/Datum 1940	328/5.-24.10	328/25.10.-18.11	328/19.11.-6.12.
Betriebsstunden	1-500	501-1050	1051-1550
Ofenblatt	3583a	3583b	3583a

Tabelle III

stabilisierte 6434-Benzine

Tabelle III

Stabilisierte 6434 Benzine

Ausgangsprodukt	Schalvaner Mot.	Bataxer Teer	Rheinbraunk
Anspritzprod.	B 1271-7846 B-Mot. -150 v. Ofen 327 v. 7.-14.10.40.	B1397-7846 B-Mot.150 v. Ofen 328 v. 25.10.-17.11.40.	K 177-7846 B-Mot.150 v. Ofen 328 v. 19.11.-8.12.40.
Spez. Gew.	0,86		0,869
Anilinpunkt	39		45
Siedegrenzen	147-208	156-338	151-355
Phenolgehalt	unt. 0,02	unter 0,02	unter 0,02
N-Gehalt	0,005	0,010	0,009
Kontakt	6434	6434	6434
Druck	250	250	250
Temperatur °C	370	395	408
Durchsatz	1,1	2,0	1,5
Gas : Öl	2,7	2,5	2,7
Spez. Gew.	0,744	0,742	0,782
Benzinkonzentration	61	55	57
Leistung	0,86	1,04	0,77
Vergasung/Std.	21,2	20,4	24,6
Benzin spez. Gew.	0,725	0,718	0,723
" Anilinpunkt	47	54	49
Siedeanalyse			
% 70	44	51	56
% 100	12	16	13
% 150 bzw. 140	5	7	5
Endpunkt	06/150	06/140	06/150
Dampfdruck	157	143	156
	0,52	0,44	0,32
Zusammensetzung			
Paraffine	41	56	47
Naphthene	52	40	46
Aromaten	6	3	6
Ungesättigte	1	0	1
O.Z. Mot.	75,5	74	77
Mot.+0,09 Bl.	90,0		
Mot.+0,12 Bl.		87,0	89,5
Mittelöl spez. Gew.	0,830	0,812	0,826
" Anilinp.	41	49	48
Ofen/Datum 1940	9/11.11.	20/30.11.	5/30.12.
Betriebstage	13	11	15
Ofenblatt	13644	13688	13731

Tabelle IV

Mischbenzine aus Vorhydrier 6434 Stufe

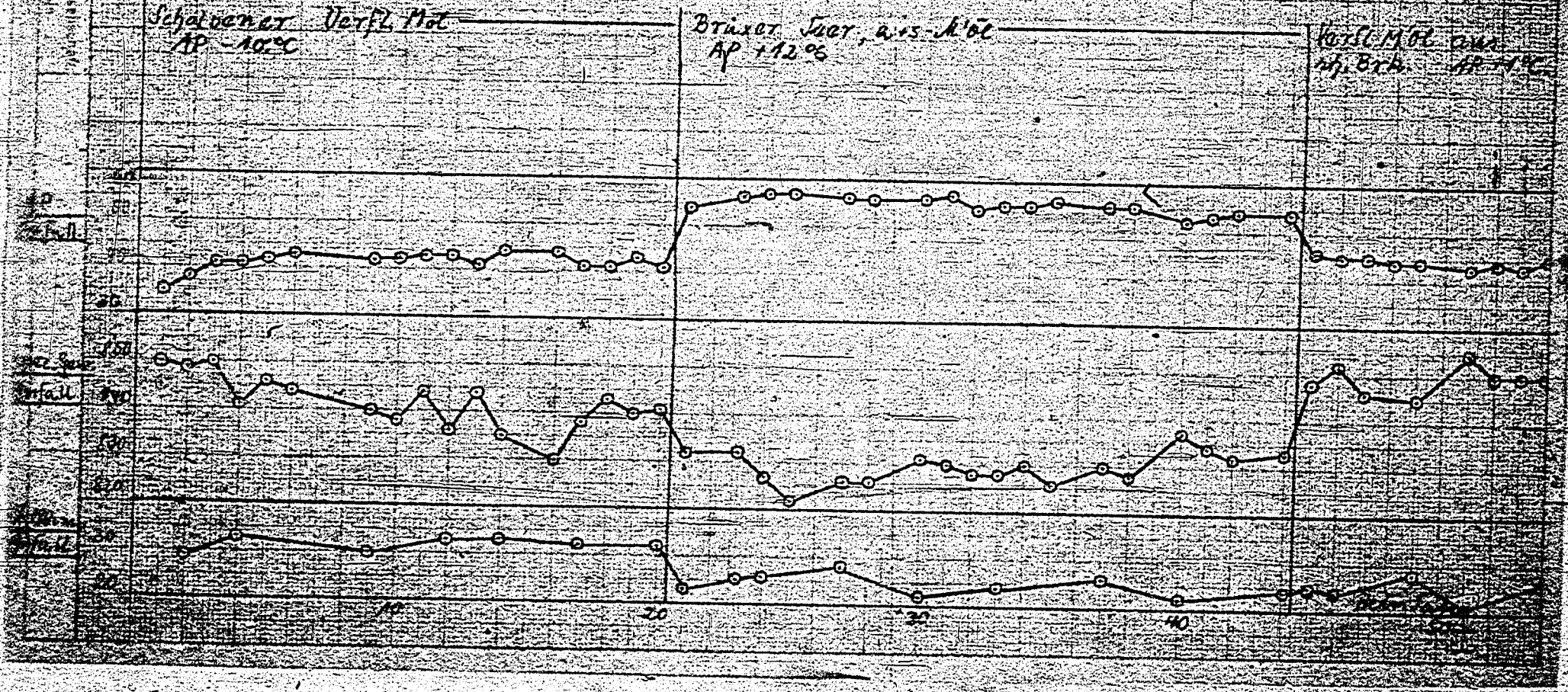
Ausgangsprodukte	Schib.	Vorher 8-Mol	Drilker Teer	Phath. Braunkohle
Mischung 6434:Vorhy.	80:20		79:23	80:20
Durchsatz Vorhydrierung	0,8		0,8	0,8
In 6434 Stufe				
Temperatur	374		365	408
Benzinkonzentr.	64		55	57
Leistung	0,86		1,04	0,7
Vergasung	21,2		17,4	24,6
Gesamtprozeß:				
Leistung	0,41		0,45	0,38
Vergasung	18,5		16,0	21,8
Benzin spez. Gew.	0,73		0,734	0,7
Anilinpunkt	44		50	47
Siedebeginn	57		55	59
% 10	6		8	7
% 140	46		44	53
% 150 bzw. 140	94/150		96/140	96/150
Endpunkt	150		143	157
Dampfdruck	0,44		0,40	bei 0,25
Zusammensetzung				
Paraffine	35		47	40
Naphthene	59		47	53
Aromaten	5		5	6
Ungesättigte	1		1	1
O.Z. Mot	75		73	70,5
Mot. +0,09 Blei	88,5			
Mot. +0,12 "	90,5		86	88
Ofen/Datum	9/17.11.		10/30.11	5/30.12.
Betriebstage	15		11	
Ofenblatt	3644		3684a	3731

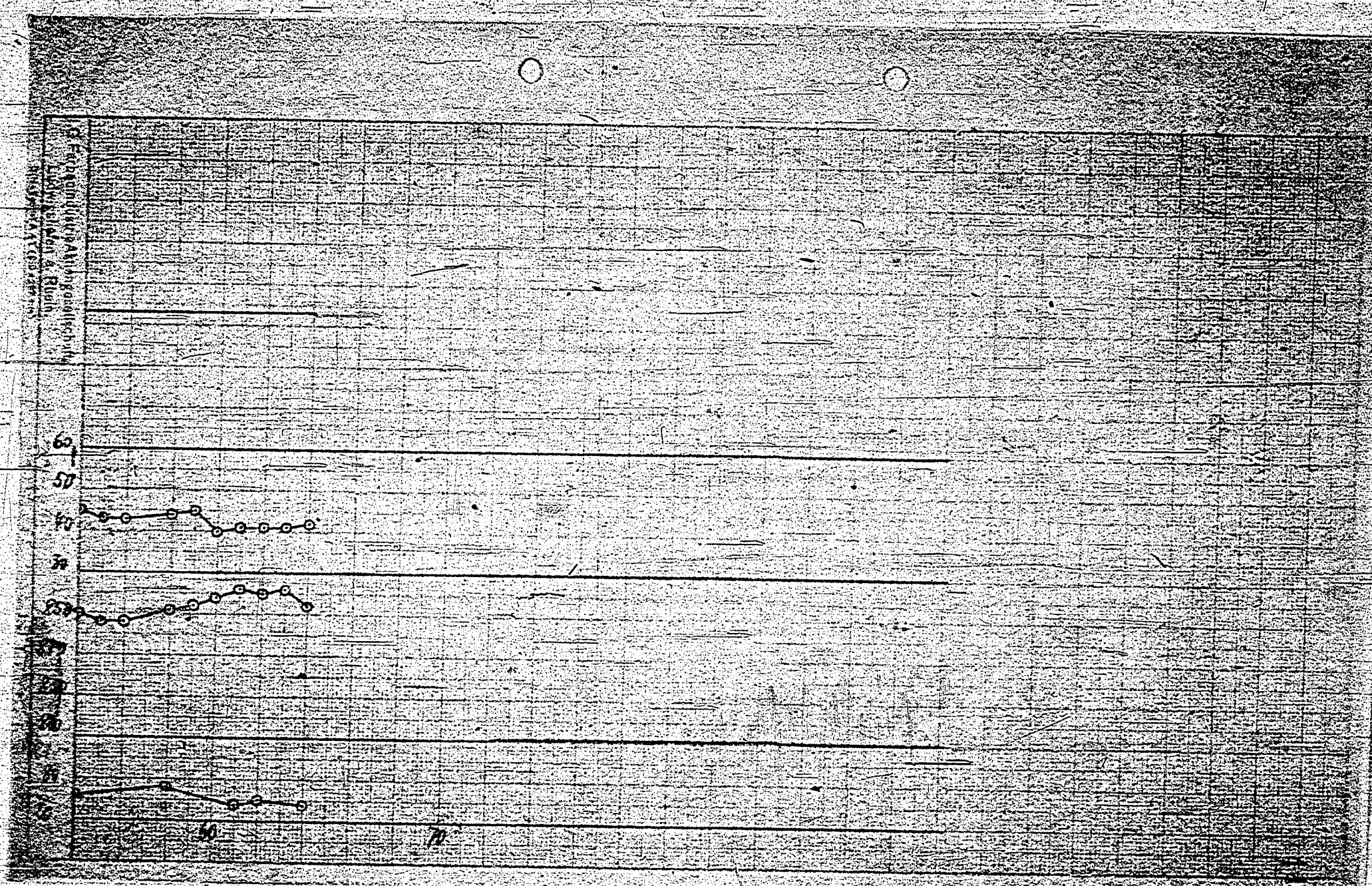
Verhydrierung v. Schal v. Verfl. Mot, Brüxer Teer a.d.S Mot u. Verfl. Mot aus Sch. Benzin über Kontakt 7846 (Zonarbo - Mo-Ni) bei 250 ati. (Durchs. 439°C, 47% C₄)

Schalbener Verfl. Mot
AP -10°C

Brüxer Teer, a.d.S.-Mot
AP +12°C

Kotsch. Mot aus Sch. Benz. AP -4°C





TITLE PAGE

8. 7019-Kontaktschwund bei normalem Betrieb mit Steinkohleverfluessigungsmittelöl.
Reduction of 7019-contact in normal operation with coal liquefaction middle oil.

Frame Nos. 45 - 51

Hochdruckversuche
Pa/v.Pö/Lu 558

17. Februar 1941/Pr.

7019-Kontaktschwund

bei normalem Betrieb mit Steinkohleverflüssigungsmittelöl.

Zusammenfassung.

Zur Feststellung der Abhängigkeit des Schwundes beim Aromatisierungskontakt 7019 von der Zeit wurden von einem 9-tägigen und einem 32-tägigen Versuch die Kontaktausbauten genau untersucht.

Die wichtigsten Zahlen sind in folgender Tabelle dem Ausbaubefund von Kammer 501, die sechs Monate in Betrieb war, gegenübergestellt:

Ofen/Blatt	327/3540	330/3533	Kammer 501
Betriebsstunden	204	760	4 730
Gewichtsverlust %	6,7	12,3	28,5
davon Wasser %	3,8	6,1	10
O-Verlust aus O-Bilanz %	2,9	6,5	28

In anliegendem Kurvenblatt sind die Kontaktverluste graphisch aufgetragen.

Die Wasserabgabe des Kontaktes erfolgt danach anfangs zwar schneller als im weiteren Verlauf des Betriebes, ist aber nicht nach kurzer Zeit beendet, wie zu vermuten wäre, sondern nähert sich erst nach einigen tausend Stunden langsam einem Grenzwert.

Die Geschwindigkeit des Kohlenstoff-Abbaues beträgt etwa 2 % C in den ersten 100 Stunden und nimmt im Laufe von 700 Stunden auf etwa 0,5 % C in 100 Stunden ab und erfolgt dann offenbar über längere Zeit mit dieser Geschwindigkeit.

Bei den zwei Versuchen über 204 und 760 Betriebsstunden war das Vanadin-Chrom-Verhältnis im ausgebauten Kontakt unverändert. Ein Vanadinverlust war also danach nicht festzustellen.

Gemeinsam mit,
Dr. Günther
Dr. Graßl
Trofimov

gez. v.Füner

gez. Peters.

Anlage:
1 Kurvenblatt

Versuchsbericht:

Die Versuchsbedingungen waren:

500 ccm-Ofen; Kontakt 7019 4-6 mm Körnung

250 atü

26,5 MV = 500°C

Durchsatz 1, Rückführung 1 : 1

2 m^3 Wasserstoff je Liter Kontakt und Stunde

Einspritzprodukt: Steinkohleverflüssigungsmittelöl P 1271 mit Anilinpunkt -14°C und 18 % Phenolen.

Die 160°-Benzinleistung war bei beiden Versuchen im Mittel 0,26 bis 0,28, die Aromatenkonzentration im Benzin 50 bis 52 %, der Anilinpunkt des B-Mittelöles -17 bis -20°C.

Nach 9 bzw. 32 Tagen wurden die Versuche unterbrochen und die Kontaktausbauten untersucht.

Ausbau-Befund und Bilanz.

I. Ofen 327/3540 vom 13.-22.9.1940:

Einbau 450 ccm = 315 g mit 20,4 % Asche; 8,0 % H_2O.
In der Asche 7,5 % Vanadin = 11 % V_2O_3
32,9 % Chrom = 48 % Cr_2O_3.

Ausbau 227 g ganze Pillen mit 20,3 % Asche, 4,9 % H_2O und 8,2 % Vanadin = 12 % V_2O_3 und 32,9 % Chrom = 48 % Cr_2O_3 in der Asche;
58 g halbe Pillen mit 25,4 % Asche und 3,3 % H_2O
9 g Staub mit 38,6 % Asche und 2,6 % H_2O
294 g

Verlust 315 -294 = 21 g = 6,7 Gewichts-%.

Der Gewichtsverlust von 6,7 Gewichts-% setzt sich zusammen aus dem Wasserverlust, Verlust an Sauerstoff, der durch die Reduktion von V_2O_5 und CrO_3 zu V_2O_3 und Cr_2O_3 entstanden ist, und dem Verlust an C-Substanz.

In vorliegendem Fall betrügt der Wasserverlust allein 12 g = 3,8 %, da beim Einbau der Kontakt 25,2 g H_2O enthielt, beim Ausbau dagegen 13,2 g (Pillen 11,1 g H_2O, halbe Pillen 1,9 g und Staub 0,2 g). Der Verlust an Sauerstoff kann im Maximalfall 3,6 % betragen. Durch diese beiden primär verlaufenden Reaktionen kann somit der Gewichtsverlust befriedigend erklärt werden.

Die überschlagsweise Durchführung der C-Bilanz führt zu folgendem Ergebnis:

Eingebaut C 315 g -(8 % H_2O + 20,4 % Asche) = 225,6 g C
(25,2 g O + 64,2 g O = 89,4 g O)

Ausgebaut C in ganzen Pillen
227 g -(4,9% H_2O + 20,3 % Asche) = 169,8 g C
(11,1 + 46,1 = 57,2)

C in halben Pillen
58 g -(3,3% H_2O +25,4 % Asche) = 41,4 g C
(1,92 + 14,73 = 16,65)

C Staub
9 g -(2,6% H_2O+ 38,6 % Asche) = 5,3 g C
(0,23 + 3,48 = 3,71)

216,5 g C

C-Verlust = 225,6 g -216,5 = 9,0 g = 2,9 %.

Dieser C-Verlust ist der maximale C-Verlust, da bei der Berechnung des eingebauten C die Reduktion von CrO_3 zu Cr_2O_3

in der Asche nicht berücksichtigt wurde. Vanadinverlust ist in diesem Fall nicht zu ersehen.

II. Ofen 330/3533 vom 2.9.-7.10.

Einbau 500 ccm = 365 g mit 20,4 % Asche, 8,0 % H_2O.
In der Asche 7,5 % Vanadin = 11% V_2O_3
32,9 % Chrom = 48% Cr_2O_3.

Ausbau 280 g ganze Pillen mit 22 % Asche, 2,15 % H_2O
und 7,4 % Vanadin = 10,85 % V_2O_3 und
31,4 % Chrom = 45,9 % Cr_2O_3,
30 g halbe Pillen mit 26,1 % Asche und 2,4% H_2O
10 g Staub mit 72,4 % Asche und 2,1% H_2O
320 g

Gewichtsverlust: 365 -320 = 45 g = 12,3 %

Verlust an Wasser beträgt:

H_2O im Einbaukontakt 29,2 g

H_2O im Ausbau: ganze Pillen 6 g
+ halbe " 0,7 g
+ Staub 0,2 g
6,9 g

H_2O-Verlust = 29,2 -6,9 g = 22,3 g = 6,1 %.

O-Bilanz:

Eingebaut O 365 g -(H_2O + Asche) = 261,3 g
29,2 74,5
103,7

Ausgebaut O ganze Pillen 280 -(H_2O + Asche) = 213,5
6,0 60,5
66,5

halbe Pillen 30 -(H_2O + Asche) = 21,4
0,72 7,85
8,62

Staub 10 -(H_2O + Asche) = 2,6
0,2 7,2
7,4 237,5

O-Verlust = 261,3 -237,5 = 23,8 = 6,5 % des Gesamtkontaktes = 9,1 % des O-Gehaltes.

Dieser berechnete O-Verlust ist ein Maximalwert, da hier auch der Verlust durch Ein- und Ausbau (Staub) und auch der Sauerstoff-Gewichtsverlust durch die Reduktion von CrO_3 zu Cr_2O_3 inbegriffen ist.

Zur Kontrolle der mechanischen Verluste wird die Aschebilanz durchgeführt.

Asche im Einbaukontakt: 365 x 20,4 = 74,5 g

Asche im Ausbaukontakt:

ganze Pillen	280 x 22	= 61,6 g
halbe Pillen	30 x 26,1	= 7,83 g
Staub	10 x 72,4	= 7,24 g
		76,67 g.

Die Aschebilanz fällt somit um 2,16 g(= 2,9 %)im Ausbau zu hoch aus und lässt keinen Schluss über die Höhe der mechanischen Verluste an Kontakt zu.

Vanadinverlust ist in den Pillen des ausgebauten Kontaktes nicht vorhanden, da das Vanadin-Chrom-Verhältnis unverändert geblieben ist.

H₂O-Verlust
CO₂-Verlust
100
200
300
400
500
600
700
800
Betriebsstundenzahl
Gew.%
28
26
24
22
20
18
16
14
12
10
8
6
4
2
CO₂-Verlust
H₂O-Verlust
H₂O-Verlust

TITLE PAGE

9. Vergleich der Dehydrierungskontakte 7911 (Leuna) und 7360 Ch. 6 (Lu) bei 10 und 25 atm und gestaffelter Temperatur (Teil 2).

Comparing dehydrogenation contacts 7911 (Leuna) with 7360 Ch. 6 (Lu) at 10 and 25 atm and various steps of temperature (part 2).

Frame Nos. 52 - 64

Hochdruckversuche
Lu 558

52

22.1.1941. Ho/Pf.

Vergleich der Dehydrierungskontakte 7911 (Leuna) und 7360 Oh. 6 (Lu) bei 10 und 25 atm und gestaffelter Temperatur (Teil 2).

Zusammenfassung.

Bei der vergleichenden Prüfung des aktivierten Dehydrierungskontaktes von Leuna (7911) und des aktivierten Dehydrierungskontaktes (Lu) (7360 Oh. 6) mit gestaffelter Temperatur unter sonst gleichen Bedingungen [1] wie in der ersten bei homogener Temperatur durchgeführten Versuchsreihe (Bericht I vom 7.12.40) zeigen beide Kontakte die gleiche Aktivität [2] und die gleiche Aromaten-Ausbeute Reaktion.

Die abfallende Temperaturstaffelung im Ofen machte sich bei beiden Kontakten in gleicher Weise durch eine Abnahme der Ausbeute bemerkbar. Diese Abnahme betrug bei 26-37°C Temperaturabfall 1-2%, bei 40-50°C dagegen 4-5 %. Die im 100-Ltr.-Ofen und in Kammer 504 mit technischem Kontakt (bei starkem Temperaturabfall) erhaltenen Ausbeuten sind um etwa 3 % schlechter als in den 1-Ltr.-Ofen mit Spitzenkontakt (7360 Oh. 6 oder 7911) bei starkem Temperaturabfall erhaltenen.

---

1) Einspritzprodukt Vorhydrierungsbenzin Leuna >90°.

2) Gegenüber den Versuchen der Versuchsreihe mit konstanter Temperatur hat die Aktivität des 7911 etwas zu und die des 7360 Oh. 6 etwas abgenommen (Betriebsdauer beim 7911: 12 Regenerationen; beim 7360 Oh. 6: 40 Regenerationen).

Versuchsverlauf.

Die vergleichende Prüfung der Dehydrierkontakte 7911 (Leuna) und 7360 Ch. 6 (Lu) wurde mit gestaffelter Temperatur im Ofen unter sonst gleichen Bedingungen wie bei den früheren Versuchen (Bericht vom 7.12.40) fortgesetzt:

Ausgangsmaterial:	Vorhydrierungsbenzin Leuna P 1424 90-175° = 85 % vom Gesamtbenzin
Ofenvolumen:	ca. 1000 ccm
Gesamtdruck:	10 und 25 atm
Mittlere Ofentemperatur:	480°, 490°, 500°, 508°
Temperaturstaffelung	a) Temperatur abfallend um 26-37°
	b) " " " 40-50°
	c) " ansteigend " 30-33°
Durchsatz:	0,5 kg/Ltr.xStd.
cbm Gas/kg Einspritzung:	0,6
Zyklusdauer:	8 Stunden.

Die gesamten Versuchsergebnisse sind in Anlage 1 enthalten. Die wichtigsten Werte sind in den Kurvenblättern 1-5 in Abhängigkeit von der mittleren Temperatur im Ofen bezw. vom Aromatengehalt des Anfallproduktes aufgetragen.

1) Vergleich der Aktivität der beiden Kontakte.

In der im Bericht 1 beschriebenen Fahrperiode vom 19.11. - 24.11. (homogene Temperatur) war der Kontakt 7360 Ch. 6 (Lu) aktiver als der Kontakt 7911 (Leuna). Die Differenz zwischen den zur Erzielung einer bestimmten Produktqualität (Aromatengehalt) Anteile - 100°) benötigten Ofentemperaturen betrug 15°C. In der in diesem Bericht beschriebenen daran anschließenden Fahrperiode vom 25.11. bis 2.12.1940 (gestaffelte Temperatur) besitzen beide Kontakte die gleiche Aktivität. Der Kontakt 7360 Ch. 6 ist gegenüber der ersten Fahrperiode etwas inaktiver, der Kontakt 7911 etwas aktiver geworden. Dies zeigt ein Vergleich der unter vergleichbaren Bedingungen (gleiche Temperaturstaffelung, gleicher Druck) erhaltenen Werte im Kurvenblatt 1. Bei einer im Ofen ansteigenden Temperaturstaffelung benötigen beide Kontakte zur Erreichung eines Aromatengehaltes von 58 % im Anfallprodukt etwa 460-465°C. Bei abfallend gestaffelter Temperatur bedarf der Kontakt 7360 Ch. 6 zur Erreichung eines bestimmten Aromatengehaltes bei 10 atm einer etwas höheren, bei 25 ata einer etwas niedrigeren Temperatur als der Kontakt 7911.

2) Aromaten-Ausbeute-Relation; Einfluß der Temperaturstaffelung.

a) 10 atm.

Vergleicht man jeweils die bei gleicher Temperaturstaffelung mit 7360 Ch. 6 und 7911 erhaltenen Werte des Kurvenblattes untereinander, so ergibt sich, daß sich beide Kontakte hinsichtlich der Ausbeute-Aromaten-Relation (entsprechend der nur wenig verschiedenen Aktivität) praktisch nicht unterscheiden. Ein Einfluß der Temperaturstaffelung ist deutlich zu erkennen: Bei 26-37% Temperatur-

abfall erhält man bei gleicher Produktqualität eine um etwa 1-2 % schlechtere Ausbeute als bei homogener Temperatur. Bei 40-50°C Abfall beträgt die Ausbeutedifferenz sogar 4-5 %.

b) 25 atm.

Bei 25 atm ergibt sich im wesentlichen das gleiche Bild wie bei 10 atm; jedoch streuen die Einzelwerte stärker (Kurvenblatt 3).

3) Einfluß der Kontaktaktivität auf die Ausbeute.

Bei den mit homogener (Bericht 1) und mit gestaffelter Temperatur (Bericht 2) durchgeführten Versuchen ist die Aktivität des 7360 Ch. 6 und des 7911 in den einzelnen Versuchsläufen nicht immer die gleiche [1]. Um den Einfluß der Schwankungen der Kontaktaktivität auf die Ausbeute festzustellen, wurden die (mittlere) Temperatur und die Ausbeute eines jeden Versuches nach den Kurven der Kurvenblätter 1 und 2 auf ein Anfallprodukt mit 62,5 % Aromaten extrapoliert und die auf diese Weise gefundenen Werte in Kurvenblatt 4 eingezeichnet.

Bei homogener Temperatur im Ofen hängt demnach beim Fahren auf einen bestimmten Aromatengehalt die Ausbeute des Anfalls eindeutig von der jeweils benötigten Ofentemperatur ab: Sämtliche Werte lassen sich durch eine glatte Kurve (4a) miteinander verbinden. Je niedriger die benötigte Ofentemperatur (d.h. je aktiver der Kontakt) ist, um so größer ist die Ausbeute [2].

1) Worauf diese Schwankungen der Kontaktaktivität beruhen, konnte bisher noch nicht eindeutig entschieden werden.

2) Diese Beziehung zwischen Kontaktaktivität und Ausbeute bei vorgegebener Produktqualität gilt wahrscheinlich ganz allgemein, für die Dehydrierung. (Vgl. Ber. Dr.No. v. 13.8.40 Dehydr. in den 10 ccm-Öfen 408.)

Bei Verwendung einer (im Ofen abfallenden) Temperaturstaffelung von 25-3 °C besteht die gleiche Beziehung zwischen der mittleren Ofentemperatur und der Ausbeute. Bei stärkerer Temperaturstaffelung (40-50°) dagegen ist die Ausbeute nahezu unabhängig von der benötigten mittleren Ofentemperatur 86 %, ein Wert, der nach Kurve 4a bei homogener Temperatur ein Dehydrierungskontakt liefert, bei dem ein Anfallprodukt mit 62,5 % Aromaten erst bei 520°C erreicht wird.

4) Druckeinfluß bei beiden Kontakten.

Eine Druckänderung wirkt sich bei beiden Kontakten bei gestaffelter Temperatur in ähnlicher Weise wie bei homogener Temperatur aus: Bei gleichem Aromatengehalt des Anfallproduktes praktisch gleiche Ausbeute bei 10 und 25 atm, solange sich die Temperaturstaffelung in mäßigen Grenzen hält (ca. 35°); bei stärker Temperaturstaffelung (40-50°) scheint die Ausbeute bei 25 atm etwa kleiner als bei 10 atm zu sein. (Kurvenblatt 2 und 3). Wie bei homogener Temperatur ist auch bei gestaffelter Temperatur bei beiden Kontakten die Spaltung bei 25 atm größer als bei 10 atm. Die Aromaten - C_4-Relation ist bei beiden Drucken etwa die gleiche wie in Bericht 1 (Kurvenblatt 5).

5) Vergleich der Ergebnisse der 1 Ltr.-Öfen mit den Ergebnissen des 100-Ltr.-Ofens 703 und der Kammer 504.

In Kurvenblatt 6 sind in Abhängigkeit vom Aromatengehalt des Anfalls die Ausbeuten an C_4-freiem Produkt aufgetragen, die im Mittel in den 1-Ltr.-Öfen mit 7360 Oh. 6 oder 7911 bei homogener, mäßig abfallender (26-37°C) und stark abfallender Temperatur (40-50°C) und im 100-Ltr.-Ofen und in Ka 504 mit technischem Kontakt (bei stark abfallender Temperatur) erhalten werden. Danach sind die im 100-Ltr.-Ofen und in Ka 504 mit technischem Kontakt erhaltenen Ausbeuten um ca. 7-8 % bezw. 3 % schlechter als die in den 1 Ltr.-Öfen bei homogener bezw. stark abfallender Temperatur in den 1-Ltr.-Öfen mit Spitzenkontakt erhaltenen.

Gemeinsam mit:

Dr. Oettinger
" v. Füner
" Reitz
" Fürst.

Lez. Normannacher
" Goliath

1 Anlage.

Ausgangsmaterial: 5058 Vorhydrierungsbenzin Lorna >90°
Spez. Gew. 0,770 A.P. 43 E.P. 102 E.Z.

Kontakt: gr MoO$_3$/Li		7 9 1 1 Lorna					
Temperatur (Mittel) °C	490	508	501	503	484	492	
Temperatur E_1 E_3	26,6/26	27,9/27	27,9/26,5	26,5/26,6	24,6/25,2	27/26	27,
E_4 E_5	25,5/25	26,5/26	26/25,5	26/25,5	25,6/26,6	25,5/25	26,
H_2-Druck atm	10	10	10	10	10	25	2
Durchsatz kg/Ltr. Kath.	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0
Zyklusdauer	8	8	8	8	8	8	8
Zahl der Regenerationen	10	11	12	13	14	15	1
Ausbeute:							
% Produkt	93,4	89,7	85,2	86,8	93,3	87,9	9
% Gas C_1 - C_4	6,3	10,6	14,1	12,6	6,2	11,8	1
% Koks 1)	(0,3)	(0,7)	(0,7)	(0,6)	(0,5)	(0,3)	(0
Kohlenstoffbilanz Gesamtanfall/ Einsatz	103	99	92	92	94	90	8
Anfall							
Spez. Gewicht	0,802	0,801	0,802	0,790	0,790	0,796	0
Anilinpunkt I	-2,0	-7,5	-8,5	-5,0	-0,5	-4,0	-4
II	60,5	59	59,5	58,7	60,2	62,2	62
Aromaten	59,5	63	65	60,5	58	63	6
Anilinpunkt - 150	7,0	3,5	-0,5	2,3	8,0	3,5	-2
> 150	-28,0	-24,0	-29,0	-26	-18,8	-32	-27,
Jodzahl	4,7	2,6	5,95	5,55	11,5	1,75	2,
Siedebeginn	60	50	55	48	67	46	4
% - 100	8,3	12,2	13,5	14,0?	7,5	19,0	2
% - 150	75	75,0	76,8	76,0	75	80,0	81
% - 180	94,2	93,0	92,2	92,0	95	94,5	93
Endpunkt	212/97,5	222/97	218/96,5	205/96,5	202/98,5	206/97	201/
Ofen	308 II	308 II	308 II	308 II	308 II	308 II	308
Datum	25.11. 9-17h	26.11. 9-17h	27.11. 9-17h	28.11. 10-18h	29.11. 9-17h	30.11. 11-19h	1.12 9-1

1) Die Koksmengen wurden nach Beendigung des 100-Ltr.-Ofens [illegible]

Anlage 1

ngsbenzin Leuna > 90°

A.Z. 45 S.Z. 102 E.F. 174 Zusammensetzung: Paraffine 43
Naphthene 43
Aromaten 11,5
Ungesättigte 2,5

u n a	ca. 110 g/Li					7 3 60 Ch. 6 Ta. ca. 50 g/Li					
3	484	492	508	505	490	506	503	480	492	508	504
5/6	24,6/25,1	27/26	27,9/27	28,5/26,6	26,9/26	28/27	28,5/26,6	24,4/25	26,8/26	27,9/27	28/26,6
25,5	25,6/26,6	25,5/25	26,5/26,1	26,1/25,6	25,4/25	26,4/25,8	26/25,5	25,3/26,2	25,5/25,1	26,5/26,2	26/25,5
0	10	25	25	25	10	10	10	10	25	25	25
5		0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,6
		8	8	8	8	8	8	8	8	8	8
		15	16	17	37	38	39	40	41	42	43
,8	93,3	87,9	88,2	83,3	93,4	89,6	88,4	95,4	93,2	94,0	89,5
,6	6,2	11,8	11,4	16,3	6,2	9,9	11,1	4,7	6,6	15,4	9,9
6)	(0,5)	(0,3)	(0,4)	(0,4)	(0,4)	(0,5)	(0,5)	(0,)	(0,2)	(0,6)	(0,6)
	94	90	89	93	92	95	90	95	92	96	97
798	0,799	0,790	0,794	0,790	0,798	0,801	0,800	0,801	0,795	0,802	0,797
,0	-0,5	-4,0	-6,6	-7,5	0,2	-4,0	-4,7	-0,9	-1,8	-10,4	-9,5
,7	60,2	62,2	62,8	62	59,5	58,5	58,5	60	62	63,6	62,5
,5	58	63	66	66	56	59,5	60,0	58	61	70	68
,3	8,0	3,5	-3,8	-4,5	11,0	7	5,0	-10	0,1	-6,0	0,5
	-18,8	-32	-27,2	-40	27,1	-24	-30,0	-23	-31,4	-44,8	-41,0
55	11,5	1,75	2,9	6,0	6,2	6,4	7,95	9,1	0,55	2,2	1,8
	67	46	46	38	65	59	54	78	46	49	44
,0?	7,1	19,0	21,0	24,0	9,0	10	13	5	14,0	19,8	18,5
,0	75	80,0	81,5	79,0	74,0	73,5	74	72,5	77,0	78,0	77,0
,0		94,5	93,5	91,0	94,0	92	92	92,5	94,0	92,2	92,0
06		/97	201/96,8	204/95,0	216/98	206/97,5	218/97	200/97	209/87	229/96,0	200/97
		II	308 II	308 II	308 I	308 I	308 I	308 I	308 I	308 I	308 I
h	29.11. 9-17h	30.11. 11-19h	1.12. 9-17h	2.12. 9-17h	26.11. 9-17h	27.11. 10-18h	28.11. 10-18h	29.11. 10-18h	30.11. 11-19h	1.12. 9-17h	2.12. 9-17h

Ltr.-Ofen/gereinigt.

Kurventafel 1

Versuch: Ab- und Anlaufkurven der Polymerisationsgeschwindigkeit von Styrol (Styrol) von 73,60 bis 86,6 % Ester

bei 10 und 20 atm durch gleichbleibende Temperatur von 40 °C

Temperaturbereich: T = 24 + 90° (Styrol-Polymerisation)

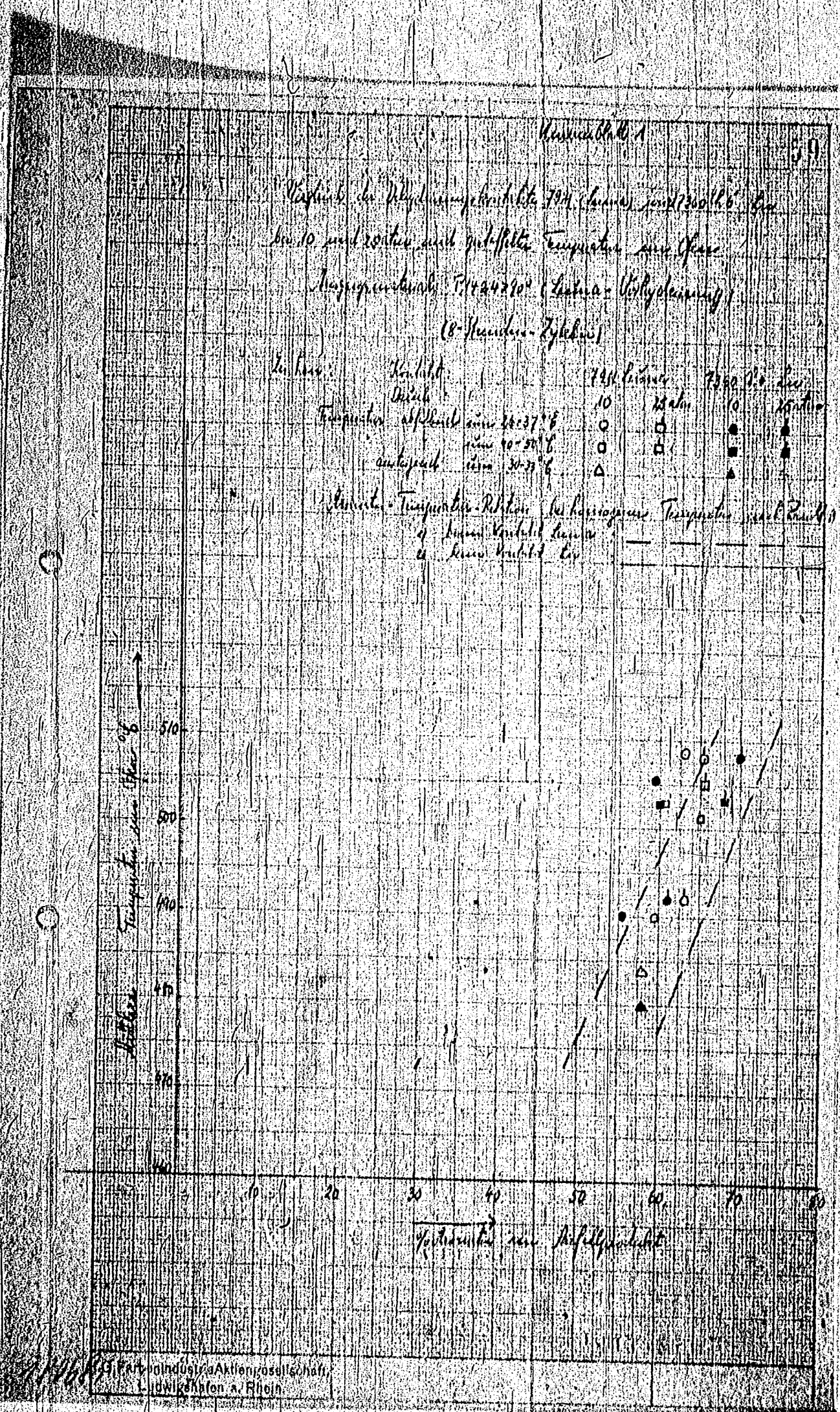
(8-Stunden-Zyklen)

Styrol			79 % Ester	73,60 %		
Druck			10	20 atm	10	20 atm
Temperatur abfallend	von 24–37 °C	○	□		●	▲
	von 40–50 °C	▫	□		■	▲
ansteigend	von 30–35 °C	△			▲	

Styrol-Temperatur-Reihen bei konstanten Temperaturen und Druck

a) bei Styrol 79 % Ester — — — —

b) bei Styrol 73,60 % Ester — — — —



I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein

Versuch Nr. 60

Vergleich der Alkylaminkatalysatoren 7911 (Lauge) und 7360 (Pb-Salz)

bei 10 Mol% zugesetzter Temperaturen eines Ofens

Reaktionsmischung: P 1424 + 90° (Lauge-Vorkondensat)

(8% Stearinsäure-Zusatz)

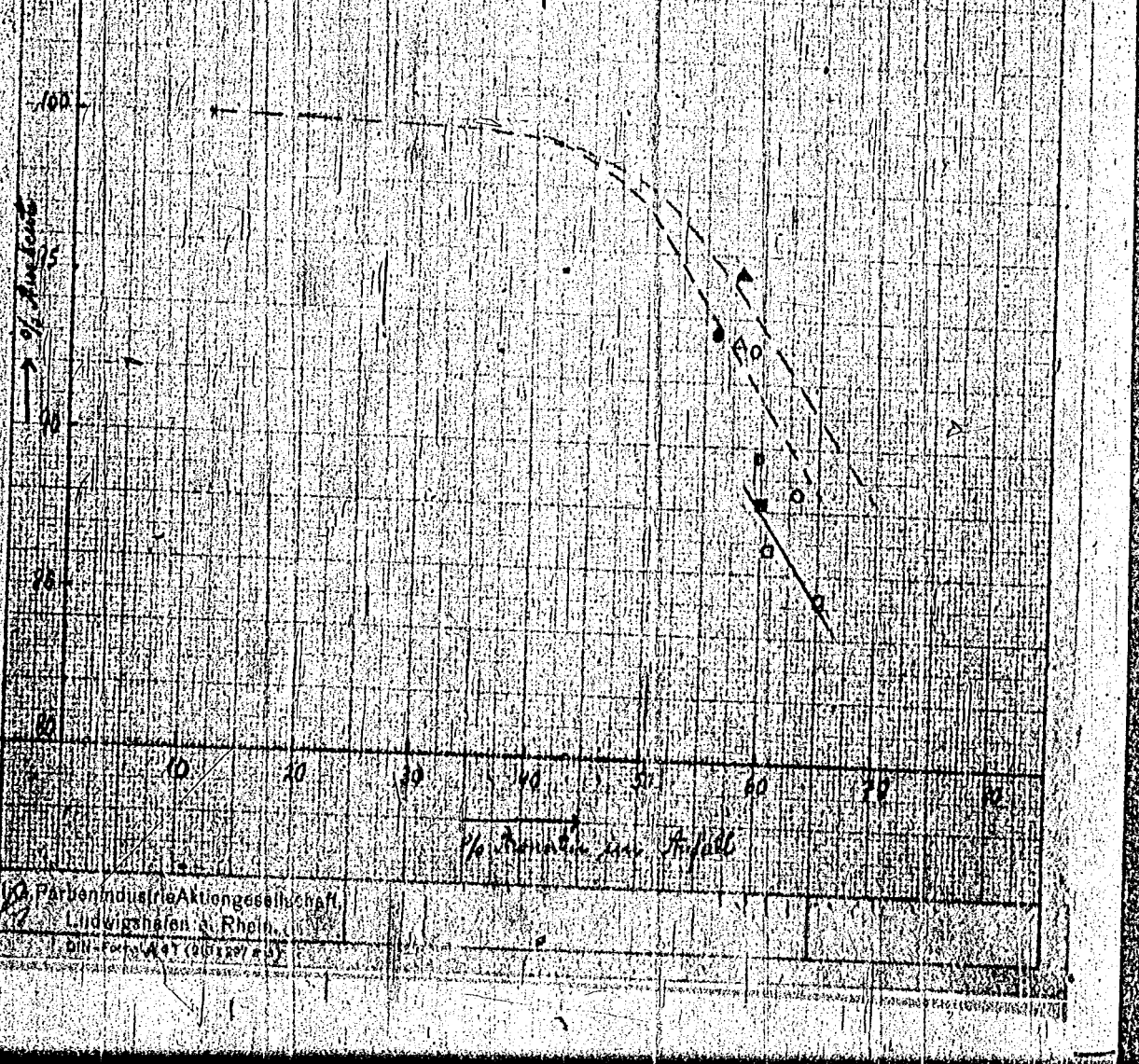
Katalysator

Katalysator		7911 Lauge	7360 Pb-Salz
Temperatur abfallend beginnt	216-37°C	○	●
" " endet	99-50°C	□	■
" ausfließend beginnt	30-33°C	△	▲

Bemerkungen: Farbschale: Reaktionsmasse beim Ausgießen — Temperatur beim Ausgießen

" Inhalt Kristallisat beginnt — —

" " Kristallisat endet — —



Versuch Nr. 3

Vergleich der Regulierventilstellung 7,5 (Linien) mit 7,36 (Kreuze)

bei 25 atü mit gesättigtem Dampf

Anzeige-Instrument: P (424 295 (Linien-Übertragung)

(8-Stunden-Hyktem)

Zeichen:

Versuch: 7,5 Linien 7,36 Kreuze

Temperatur abfallend von 26-37° C ○ ●

" " von 48-37° C □ ■

Bemerkung: Punktierte Kurven = Temperatur-Temperatur nach Versuch 1

" " " = Druck-Druck "

" " " = Gewicht "

Versuch 1844 62

Temperatur-Koeffizienten, bezogen auf eine Luftfeuchtigkeit gleich der Raum-

a) der Raumtemperatur (Raum-Koeff.)

b) der gesättigten Temperatur

Luftfeuchtigkeit 74% Versuch 1360 1846 Liter

Temperatur: Versuch 10 25 Stdn. 10 25 Stdn.

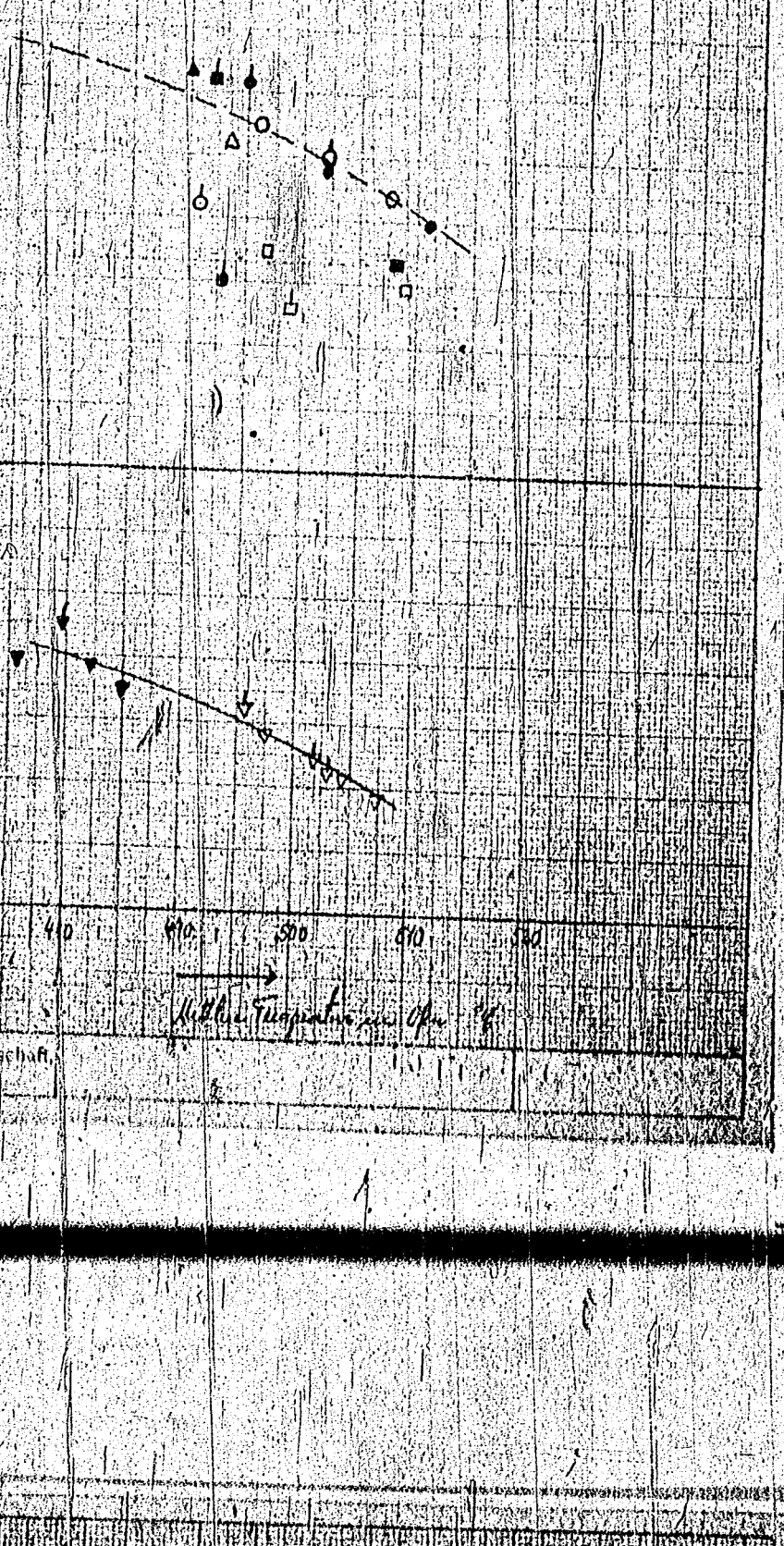
Raumtemperatur ▽ ▽ ▽ ▽

gesättigte " zwischen 26-37° C ○ ○ ● ●

" " zwischen 40-50° C □ □ ■ ■

" " darüber hinaus △ ▲

Zu b) ist die Kurve von a) gestrichelt dargestellt.



Farbenindustrie Aktiengesellschaft,
Ludwigshafen a. Rhein.

BASF Badische Anilin- & Soda-Fabrik Aktiengesellschaft Ludwigshafen a. Rhein

Versuch 1645 GR

Aufnahme der Verflüssigungskurve für Äthan zwischen 47,9° C und der kritischen Temperatur zum Stoff

Messapparatur nach P 1424/90 (Linde-Verflüssiger)

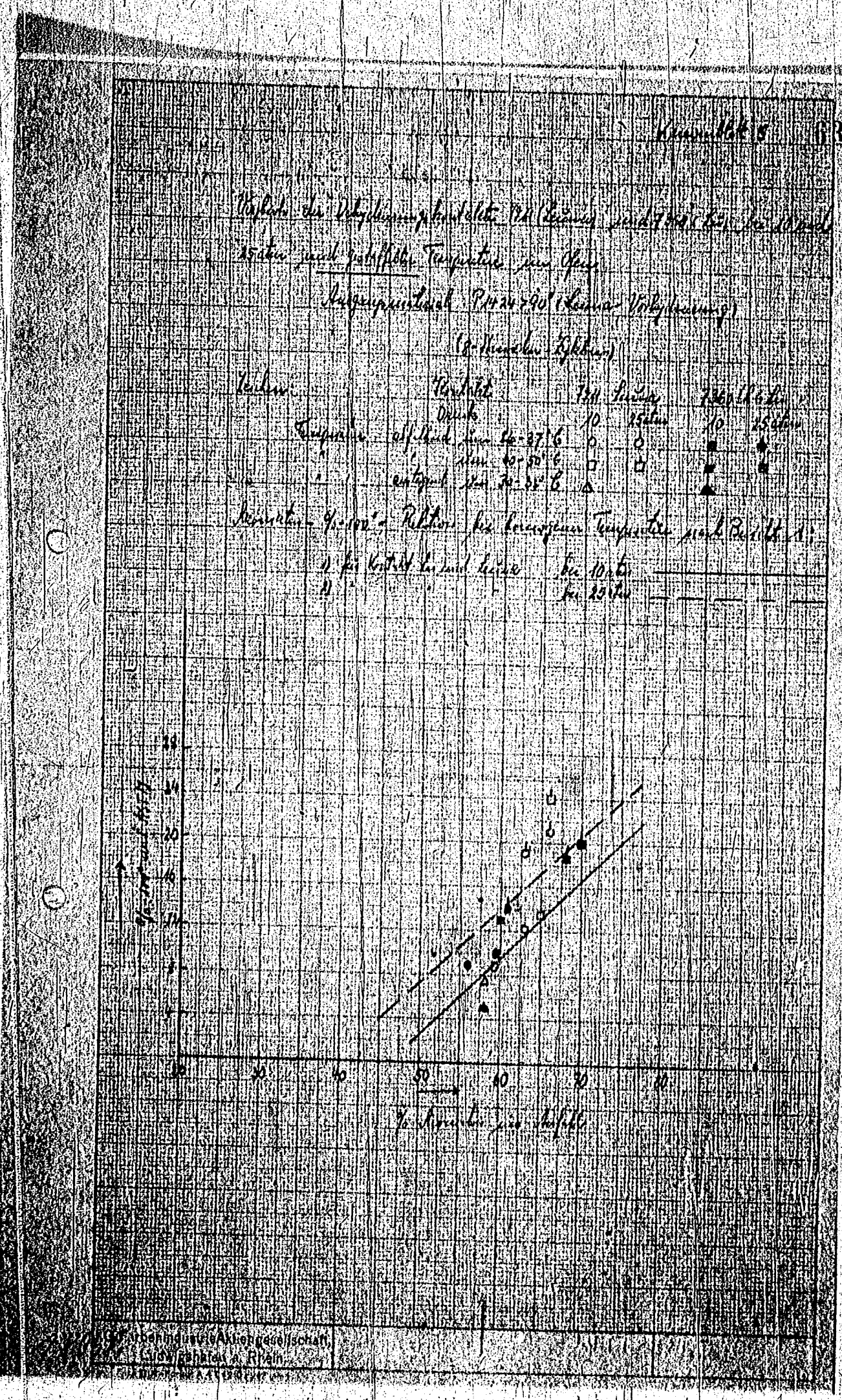
(8-Kugelrohr-Zylinder)

		Manometer	Thermometer	Thermometer	Thermometer
Leerrohr		Druck	Temperatur	Temperatur	Temperatur
		10	25 Gew.-%	10	25 Gew.-%
Temperatur	aufsteigend	von 46–37° C	○	○	●
		von 40–30° C	□	□	■
	absteigend	von 30–38° C	△		▲

Messpunkte = % Inhalt des Rohres bei verschiedenen Temperaturen gleich Beginn der Verflüssigung

1) für Kurve 10 Gew.-%: bei 10 at

2) für Kurve 25 Gew.-%: bei 25 at



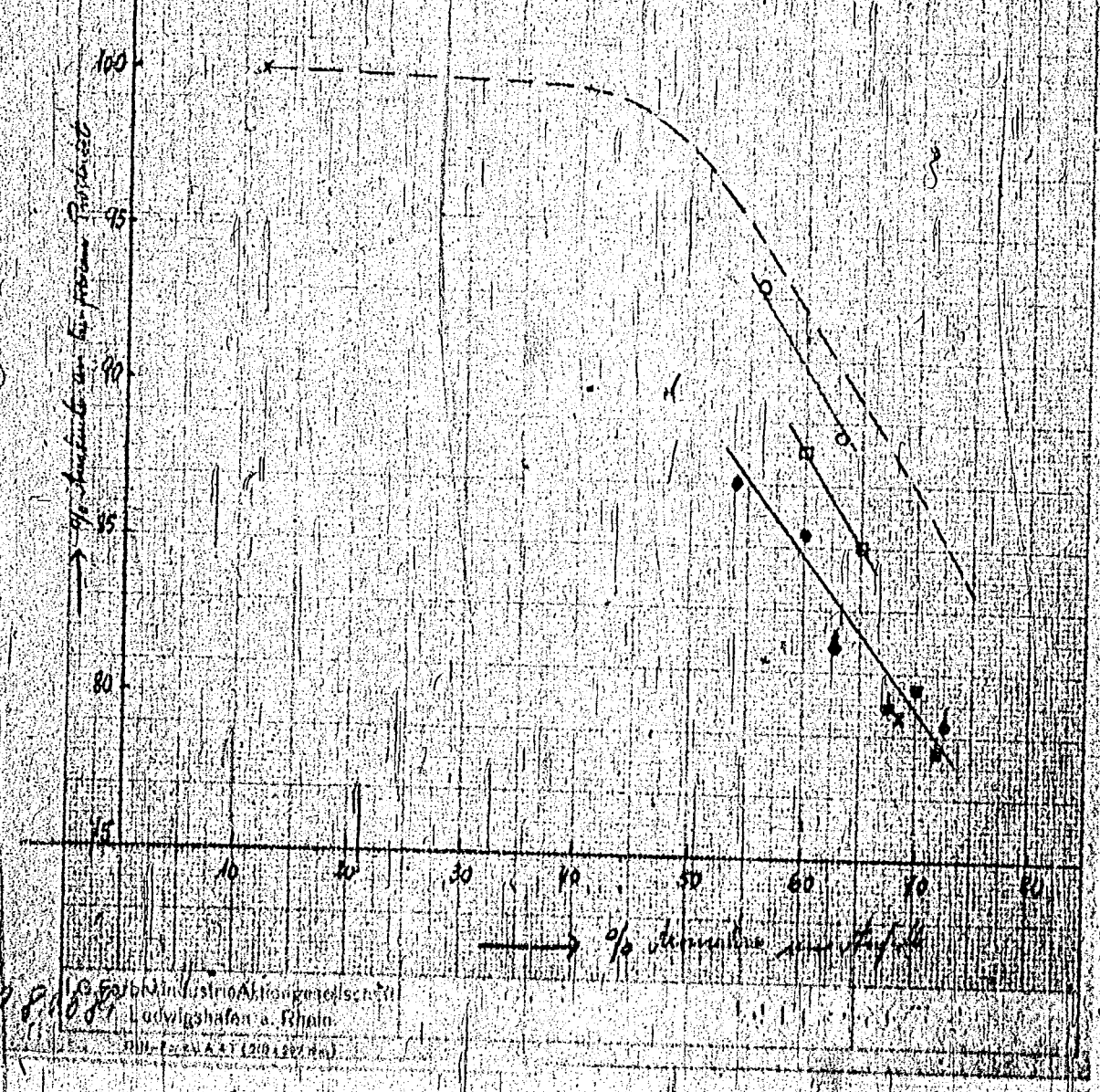
BASF Badische Anilin- & Soda-Fabrik Aktiengesellschaft Ludwigshafen a. Rhein

Messapparatur nach P 1424/90 (Linde-Verflüssiger) Versuch 1645

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein

Kupplungsversuche mit P 1424 90° (Leuna Verfahren) Kupplung 6

1) Maschine 504 P 1424 Ka 175°, 50 atü Endkühl. ×
2) Ofen 703 a) alte Platte aus P 1424 90-240° 50 atü 15 atü ●
b) neue Platte aus P 1424 90-175° 50 atü 15 atü ▲
3) 1½ Ltr. Ofen (alte Platte aus P 1424 90-175° (Leuna 190)
a) Kompressor Temperatur (50 atü 15 atü) —
b) Temperatur abfallend von 26-37°C (50 atü 15 atü) ○
" " von 40-58°C (" ") □



I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein

BASF Badische Anilin- & Soda-Fabrik Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein

TITLE PAGE

10. Aktennotiz ueber die Kieselgelbesprechung in Op. 299.
Notes on conference at Op. 299 on silica gel.

Frame Nos. 65 - 66

Hochdruckversuche
Lu 558

21.1.41.v.Fu/R.

65

Aktennotiz über die Kieselgelbeurteilung in Op. 292

Anwesend: Dr. Gloth, Op.
Dr. Rabe, Op.
Dir.Dr. Urban, Scholven
Dr.v.Füner, Lu.

Herr Dr. Urban berichtet über die geplante Trocknung von CV_2b, welches im ungetrockneten Zustand Korrosionen in Kesselwagen und Tanklagern hervorruft, mit Kieselgel. Die Trocknung soll beim Füllen der Kesselwagen erfolgen. Der Kesselwagen mit 15 t wird in ca 8 Minuten gefüllt. In dieser Zeit muss die Trocknung vollzogen sein. Dr. Urban denkt sich die Trocknung so einzurichten, dass in den Weg zum Kesselwagen 2 Türme mit je 1 - 1,5 cbm eingebaut werden, die wechselweise im Betrieb oder in Regeneration stehen. Die Regeneration (Trocknung) erfolgt durch Ausblasen bei 100-180°. Das im Laboratorium beobachtete geringe Braunwerden des Kieselgels durch Polymerisation soll nach Meinung von Dr. Gloth der Absorptionskraft für Wasser des Kieselgels nicht schaden. Nach etwa 10 oder mehr Regenerationen muss dann eine Reaktivierung eingeschaltet werden, die darin besteht, dass das Gel bei 400-500° mit Luft geblasen wird und die Polymerisationsprodukte abgebrannt werden. Aus der Praxis der Äthylentrocknung soll die Erfahrung vorliegen, dass so reaktivierte Kieselgeldie ursprüngliche Aktivität aufweist. Nach Angaben von Dr. Rabe soll das Kieselgel etwa 10 - Gewichts - % Wasser aufnehmen können; das Schüttgewicht beträgt 0,45, so dass 1 cbm etwa 45 kg aufnehmen wird. Nach Schätzung von Dr. Urban würde dann ein System aus 2 Türmen 8 Tage in Betrieb bleiben und muss dann regeneriert werden. Dr. Gloth wies darauf hin, dass in Op. fast keine Erfahrungen über die Trocknung von Flüssigkeiten vorliegen, so dass in Scholven die Angaben überprüft werden müssen.

- 2. -

Dr. Urban will die Arbeit der Trockenanlage mit Messung des Trübungspunktes überwachen. Dr. Gloth versprach Dr. Urban einen Bericht von Oppau zur Verfügung zu stellen, in dem die Trocknung von Benzin, Benzol, Alkohol und Aceton mit Kieselgel behandelt wird. Dr. Urban erhielt zwei Exemplare einer Werbeschrift über Kieselgel und seine Anwendung. Dr. Urban bestellte sofort 5 cbm Kieselgel nach Scholven von der Körnung 2 - 6 mm. Der Preis beträgt bis 200 kg 2,80 RM /kg über 1 000 kg 10 % Rabatt (?), über 5 000 kg 20% (?) Rabatt. Die Körnung 0 - 2 mm soll dagegen 1,50 RM /kg mit dem gleichen Mengenrabatt kosten. Dr. Gloth hat deswegen vorgeschlagen die kleine Körnung für die Benzintrocknung zu prüfen. Zum Schluss hat Dr. Urban auch noch gebeten, dass ihm auch noch Proben von aktiver Tonerde für Versuchen zum Trocknen des Benzins geliefert werden, um ein anderes Trockenmittel in Reserve zu haben, falls es sich herausstellen würde, dass die durch Kieselgel hervorgerufene Polymerisation zu im CV_2 verbleibenden unliebsamen Polymerisaten führt. Die Tonerde wird beim Trocknen den CV_2 nach unserer Erfahrung nicht dunkel und ruft keine Polymerisation der Ungesättigten hervor. Ob aber der Trockeneffekt ausreicht, soll erst geprüft werden.

gez. v.Fruer

TITLE PAGE

11. Vorlaeufiger Vergleich des Kontaktes 7612/3500C mit 7612 und 7360/3500C bei der Dehydrierung.
Preliminary comparison of contact 7612/3500C with 7612 and 7360/3500C in dehydrogenation.

Frame Nos. 67 - 69

Hochdruckversuche
No/Lu 558

21. September 1940/F.

67

Vorläufiger Vergleich des Kontaktes 7612/350°C mit 7612 und 7360/350°C bei der Dehydrierung

Frühere Versuche hatten gezeigt, dass die Kontakte 7612 (7360 + 1 % Cr_2O_3) und 7360/350°C (bei 350° aktivierte Tonerde + 6 % MoO_3) bezogen auf gleichen Aromatengehalt im Anfallprodukt eine um etwa 5 % bessere Ausbeute ergeben als der Kontakt 7360. Daraufhin wurden Versuche mit dem Kontakt 7612/350°C (7360/350°C + 1 % Cr_2O_3) durchgeführt. Als Resultat ergab sich, dass dieser Kontakt bezüglich der Ausbeute nicht besser ist als die Kontakte 7612 und 7360/350°C. Die Prüfung der Kontakte mit anderen Produkten wird fortgeführt.

In einem 1 Liter Ofen wurde der Kontakt 7612/350°C unter den gleichen Bedingungen und mit dem gleichen Einspritzprodukt (6/19/6434-Benzin >90° aus estnischem Schieferoel B 1317) wie die Kontakte 7612 und 7360/350°C (vgl. Bericht Dr. Fromherz vom 30.8./17242.) auf seine Dehydrierwirkung geprüft. Die Versuchsbedingungen, Bilanzen und Produkteigenschaften sind in der anliegenden Tabelle enthalten. In der anliegenden Figur sind die mittlere Reaktionstemperatur in MV und die Ausbeute an C_4-freiem Produkt in Abhängigkeit vom Aromatengehalt des Anfallproduktes aufgetragen. Nach Kurve 1 ergibt sich, dass zur Erzielung des gleichen Aromatengehaltes im Anfallprodukt beim Kontakt 7612/350° etwa die gleiche mittlere Temperatur wie beim Kontakt 7612 erforderlich ist, während der Kontakt 7360/350° eine um 2/10 MV höher Temperatur benötigt. Die Ausbeute ist bei allen drei Kontakten bezogen auf gleichen Aromatengehalt des Anfallproduktes innerhalb der Fehlergrenzen die gleiche.

gemeinsam mit:

Dr. Oettinger Dr. Fürst
" v. Füner " v. Kuffling
" Meier
" Fromherz