

den Ergebnissen derselben wird der folgende Teil dieser Abhandlung bekanntmachen.

### 3. Art der durchgeführten Untersuchungen

#### 3.1 Die Apparatur

Die Untersuchungen wurden in kleintechnischen Versuchsofen etwa folgender Konstruktion ausgeführt:

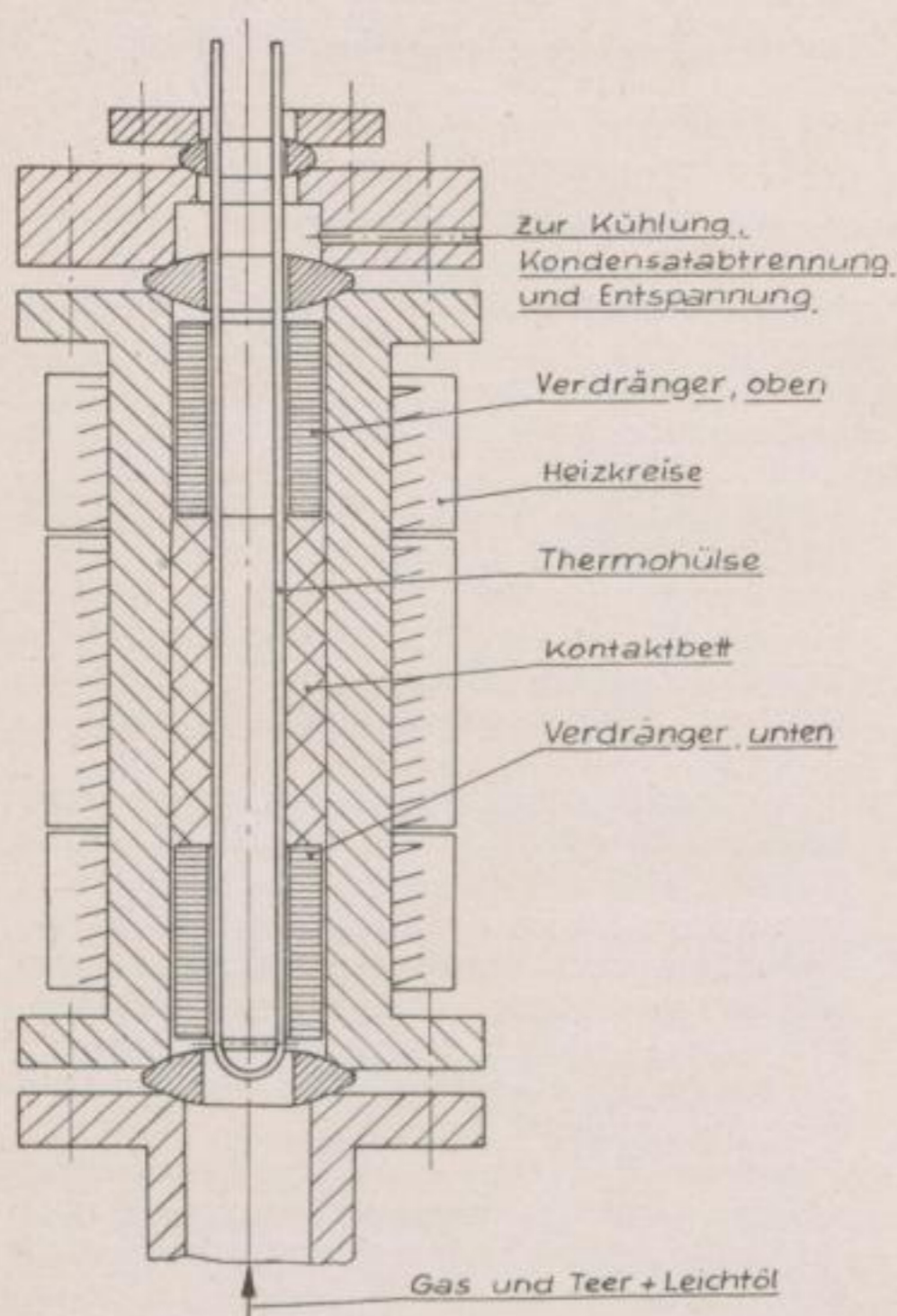


Bild 2. Prinzipschema eines Kleinapparaturofens (nicht maßstäblich)

Der Ofen ist ein 150 cm langes HD-Rohr von 45 mm innerem Durchmesser, das äußerlich durch 3 Heizkreise elektrisch beheizt wird. Zentral ist in diesem Rohr eine druckfeste Hülse für den Thermoelementsatz angeordnet, in der die Elemente während des Betriebes vertikal verschoben werden können. Damit wird der Ofen täglich durchgeeicht. Oben und unten befindet sich je ein Verdränger, d. h. ein durchbohrter Metallkern von 38 cm Länge. Zwischen diesen beiden Kernen liegt das Kontaktbett von 800 cm<sup>3</sup> Volumen, dessen Temperatur mit Hilfe von 3 Heizkreisen mit einer maximalen Differenz von  $\pm 2^\circ$  konstant gehalten werden kann. Von unten strömt das Gemisch der Reaktionspartner in den Ofen. Im Gebiet des unteren Verdrängers wird es auf Reaktionstemperatur aufgeheizt. Oben verlassen die Dämpfe den Ofen, die dann später kondensiert, vom Gas getrennt und entspannt werden.

#### 3.2 Die Reaktionsteilnehmer

Als flüssiger Reaktionspartner wird eine Teer-Leichtöl-Mischung vom Großbetrieb verwendet mit ca. 15% Leichtöl. 50 Vol.-% dieser Mischung sieden bis 350°C.

Als gasförmiger Reaktionsteilnehmer wird Kreislaufgas der großtechnischen Anlage verwendet, das ca. 80% H<sub>2</sub>, 19% CH<sub>4</sub> + N<sub>2</sub> zu etwa gleichen Teilen und 1% H<sub>2</sub>S enthält. Das Gas steht normalerweise unter einem Druck von 280–285 at. Die Teermischung wird durch Kolbenpumpen mit konstanter Drehzahl und variablem Hub fast kontinuierlich vor dem Ofen in den Gasstrom gedrückt. Die Dosierung des Teers wird an der Pumpe, die des Gases mit Hilfe eines Ventiles hinter dem Ofen vorgenommen.

#### 3.3 Die Katalysatoren

Als Katalysatoren werden, ebenso wie im großtechnischen Verfahren, zwei Typen verwendet.

5058 ist ein reines Wolframsulfid, das auf besondere Weise hergestellt worden ist. Seinen rein chemischen Eigenschaften nach kann man diesen Katalysator nicht als „saurer“ Katalysator bezeichnen. Hinsichtlich seiner hydriertechnischen Eigenschaften ist er aber, besonders im Vergleich zu anderen, ein „saurer“ Katalysator, da sich bei ihm gewisse Parallelen zu den typisch sauren, kieselsäurehaltigen Crackkatalysatoren abzeichnen.

8376 ist eine aktive Tonerde, auf die im Molverhältnis 2:1 Wolfram und Nickel aufgetränkt und später in Sulfide verwandelt wurden. Dieser Katalysator ist hydriertechnisch als typisch „basisch“ zu bezeichnen. Wir kommen auf die charakteristischen Unterschiede dieser beiden Katalysatoren noch bei der Besprechung der Versuchsergebnisse zurück.

Bei den Versuchen insbesondere mit dem Kontakt 5058 wurde vor Beginn der eigentlichen Versuchsreihe erst die „Spitzenaktivität“ gebrochen, um einen allzugroßen „Gang“ der Ergebnisse auszuschalten. Dies bewirkte u. a., daß die Ergebnisse einer Versuchsreihe mit denen einer anderen nicht absolut vergleichbar sind, was auch nicht beabsichtigt war.

#### 3.4 Die Reaktionsbedingungen, Standardwerte und Variationsbreite

In der folgenden Tabelle 3 sind die Standardbedingungen für die einzelnen Versuchsreihen angeführt sowie der Bereich, in dem diese Bedingungen während der Versuche variiert worden sind.

Tab. 3

Bedingung	Katalysator 5058		Katalysator 8376	
	Standard-Wert	variiert von bis	Standard-Wert	variiert von bis
T: (mV)	16.0	10.5–21.0	18.0	10.5–26.0
(= °C)	323	230–408	357	230–493
E: cm <sup>3</sup> /h = 1/l Kat/h	300 0.375	50–900 0.0625–1.125	300 0.375	100–900 0.125–1.125
G: 1/h = 1/l Kat/h	800 1000	800–3000 1000–3750	800 1000	200–3000 250–3750

Die Standardbedingungen entsprechen etwa denen, unter denen eine neue Kontaktcharge im Großbetrieb betrieben wird. Für einzelne Versuchsreihen wurde beim 5058 als Standardtemperatur auch 314, 331 oder 340°C gewählt, wie man später bei der Diskussion der Ergebnisse sehen wird. Es ist dies jedoch nicht von prinzipieller Bedeutung.

Während der Durchführung jeder einzelnen Versuchsreihe wurden zwischendurch mehrere Male und