

zurück, die im Betrieb nicht zu beseitigen sind; beim Einbringen der Filterhilfe - Aufschlämmung verschmutzt diese und damit auch das Filter an solchen Stellen sieht dann die Filterhilfe schlecht auf. Bei fortgeschrittener Verschmutzung muß schließlich das Asbesttuch gründlich abgebürstet werden, ehe wieder neue Filterhilfe mit Erfolg aufgebracht werden kann.

Das Dorrfilter wurde gegen Ende des Vers. 2 und im Vers. 3 benützt. In Versuch 2 wurden im Mittel folgende Werte für einen Zyklus ermittelt:

Gesamtdauer: 17 Stunden		
Einsatz:	27 kg Filterhilfe	Austrag:
	1580 " Filtergut	1375 kg Filtrat
	168 " Waschöl	400 " Filterkuchen
	<u>1775 kg</u>	<u>1775 kg</u>

Die Filterleistung betrug 93 kg/st und auf die Flächeneinheit bezogen 53 kg/m² st; die Bestwerte erreichten dabei 115 kg/ st bzw. 66 kg/m² st. Bei 15 Stunden reiner Filtrierzeit und 8 U/ st der Trommel errechnet sich die verfügbare Gesamtfläche zu $15 \cdot 8 = 1,75 = 210 \text{ m}^2$ und folglich zu 7,5 kg/m² Filtergut bzw. 1,9 kg/m² Filterkuchen, d. i. eine Filterkuchendicke von etwa $1\frac{1}{2}$ mm. Das auch schon vorher zu anderen Versuchen benützte Filtertuch (Asbestgewebe) wurde für den Versuch 3 durch ein neues ersetzt.

Bei den Filtrationen für den Versuch 3 wurde probiert durch zeitweiliger Ausflicken des Messer-Vorschubes, also durch Abschneiden des Filterkuchens allein, den Bedarf an Filterhilfe und damit an Verlusten zu senken. Es wurde jedoch regelmäßig festgestellt, daß dann die Filterleistung mehr oder weniger schnell und meist beträchtlich zurückging. Der gegenteilige Versuch, nämlich mit schneller laufender Filtertrommel (12 U/St statt 8 U/St) bei gleichem Vorschub des Messers (0,25 mm pro U), dünnere Filterschichten zu bilden und dadurch die Filterleistung zu steigern, brachte keinen Vorteil; zwar nahm die reine Filtrationsleistung etwas zu, aber dafür mußte schon nach etwa 10 Stunden neue Filterhilfe aufgebracht werden; außerdem stieg natürlich auch der Verbrauch an Kieselgur um 30%.

Die meist benützte Schaltung (8 U/St der Trommel und 0,25 mm Vorschub des Messers/U) ergab die besten Leistungen (bei 130-140° C); das Aufbringen der Filterhilfe erforderte dabei 2 Stunden, und während 15 Stunden konnte filtriert werden, wobei 30 mm Filterhilfsschicht abgeschnitten wurden.

Im Versuch 3 wurden folgende Mittelwerte für den Zyklus gefunden:
Gesamtdauer: 17 Stunden

Einsatz:	25 kg Filterhilfe	Ausbeute:	3000 kg Filtrat
	3400 " Filtergut		500 " Filterkuchen
	75 " Waschöl (geschätzt)		
	<u>3500 kg</u>		<u>3500 kg</u>

Die Leistung des Filters betrug also 200 kg/St bzw. 115 kg/m² St. Die Flächenbelastung 16 kg/m² Filtergut bzw. 2,4 kg/m² Filterkuchen und die Kuchenstärke etwa 2 mm. Der Filterkuchen enthielt durchschnittlich 40% Öl.

Die Auswaschung war dabei zu klein; sie läßt sich jedoch noch verstärken. Trotzdem bereitete auch dieser Filterrückstand keine Schwierigkeiten in der Schwelerei. Die Filtrate des Dorrfilters waren (bzw. in Vers. 3) reiner als die vorherigen; sie enthielten i.M. nur 0,1% Asche.

Bei dieser besseren Filterleistung fällt auch der Verbrauch von Filterhilfe nicht mehr so sehr ins Gewicht. Auf 2000 kg Filtergut d.h. auf 1000 kg Einsatzkohle bzw. 300 kg Primärbitumen wurden zuletzt (Vers. 3) nur noch 15 kg Filterhilfe verbraucht; da 100 kg Filterhilfe (Kieselgur) RM 25.- bis RM 28.- kosten bedeutet dies immer noch eine Belastung von RM -.50 je 100 kg Primärbitumen.

Es wird nötig sein, statt der teureren Kieselgur einen billigeren und doch ebenso wirksamen Hilfsstoff zu finden. Möglicherweise kann dieser aus dem Schwelrückstand durch geeignete Sortierung gewonnen werden.

Im Vergleich zu den technischen Filtrationen zeigen die Laboratoriumsfiltrationen in einem Druckfilter (mit 125 cm² Filterfläche), wobei 500 g Füllung mit 2 - 4 stü bei 150° C filtriert wurden, in beiden Versuchen ziemlich gleichmäßige Filterleistungen. Sie betrugen im allgemeinen etwa 45 kg/m² St. Die Flächenbelastung betrug 40 kg/m² Filtergut bzw. 6 - 12 kg/m² Filterkuchen, das sind Filterkuchen von 3 - 10 mm Stärke. Die Leistung schwankte, von einigen besonderen Ausnahmen abgesehen, zwischen 35 und 55 kg/m² St. Dabei sind diese Werte als reine Filtratleistung (ohne Filterkuchen) berechnet; der Filterkuchen wurde auch nicht auf dem Filtrat gewaschen. Außerdem wurde das Filtergewebe (Monel-Metall) nach jeder Filtration gründlich gereinigt.

An diesen Werten gemessen, erscheinen die geringen Leistungen des Kellyfilters verständlich. Umso mehr fällt die Leistung des Dorrfilters auf, bei dem z.B. reine Filtrationsleistungen bis zu 200 l/m² St. festgestellt wurden. Die geringe Flächenbelastung über jedem Zellenfilter eigen ist, erklärt diesen Unterschied zum Teil.

Die erhaltenen Filterkuchen wurden in einem vorhandenen Schweißofen (Nr 885) geschwefelt oder richtiger gesagt trockendestilliert. Der Schweißofen hat ein Schweißrohr, massen Austrag und Vor- und Nachkondensation; das Schweißrohr hat 3000 mm Länge und 200 mm Durchmesser, die Schnecke dreht sich stündlich 84 mal. Der Durchsatz an Filterkuchen war bei 17 - 18 kg/Stk begrenzt durch die Fördergeschwindigkeit der Schnecke; der Ofen verstopfte, wenn man ihm mehr Material zusetzte. Bei Einhaltung obiger Grenze jedoch wurde der Filterkuchen anstandslos verarbeitet, und der anfallende Rückstand enthielt i.H. nur 1 % Öl in der wasserfreien Substanz; schätzungsweise 2 % des Einsatzes fallen als Staub im Schweißöl an.

Aus	1 000 Filterkuchen, welche
	366 Restkohle,
	243 Asche und
	391 Öl enthielten, wurden
	566 Rückstand (wasserfrei gerechnet) erhalten
mit	328 Restkohle,
	232 Asche und
	6 Öl.

Die Restkohle hat nicht (durch Verkohlen) zugenommen, sondern (durch Verschwelen) wenig abgenommen.

Vor- und Nachkühleröl wurden durch Schleudern von Staub und Wasser befreit, und das Öl destilliert.

Zur Destillation (Nr 882) dienten Rührwerksblasen mit 300 bzw. 500 l Nutzinhalt. Das Lösungsmittel wurde im Vakuum (60 - 65 cm) von Primärbittumen abdestilliert; das letztere wurde bei etwa 200° - 220° in Kühlwannen abgelassen und erstarrte. Die Erweichungspunkte des so erhaltenen Primärbittumens lagen zwischen 80° und 150°, die Aschengehalte meist zwischen 0,1 und 0,5 %.

Versuch mit Kogasinzusatz.

Am Ende des Versuches 3 wurde der S.4 beschriebene Kogasinzusatz zum Lösungsöl angewandt; dem Lösungsöl wurden 8 % Kogasin II zuge-mischt. Dadurch ging das SpätesGew. auf 0,980 und der Anilinpunkt auf 20° C. Schon nach einigen Stunden traten kleine Widerstände in der Ent-spannungsleitung auf. Diese waren durch die Hochdruckspülung anfänglich noch leicht zu beseitigen, später jedoch schwieriger, sodaß schließlich ein kurzes Leitungsstück zwischen den Wirbelventilen völlig verstopft.

Die daraufhin benützten Entspannungsmaschinen arbeiteten ungestört. Aber bald traten zweimal nacheinander Verstopfungen in den Vorwärmern auf, die wieder in Ordnung gebracht werden konnten. Schließlich mußte der Versuch völlig abgebrochen werden, weil die Leitung vom Reaktionsrohr zu den Entspannungsmaschinen sich so verstopfte, daß sie nicht wieder frei gemacht werden konnte. Die Filtration des Rohaufschlusses geschah auf dem Dorrfilter; die Leistung ging dabei auf etwa die Hälfte zurück, d.h. rund 60 kg/m² Std.

Der Kogasinzusatz hat also garnicht die erwarteten Filtrationsverbesserungen gebracht, vielmehr war die Leistung kleiner, und außerdem traten im Hochdruckteil große Schwierigkeiten auf; Verstopfungen in der Ausgangsleitung waren hier sonst garnicht und (früher bei Uhde) schon lange nicht mehr zu beobachten. Vielleicht rühren die Verstopfungen und Filter-schwierigkeiten daher, daß von Kogasin-freiem Lösungsöl auf Kogasin-haltiges im laufenden Betrieb umgeschaltet wurde. Möglicherweise muss dieser Übergang vermieden werden. Dafür könnte eine Beobachtung sprechen, die bei Autoklavenversuchen gemacht wurde: In einem Falle war ein Rückstand, der vom kogasinhaltigen Öl sehr gut abzufiltrieren war, wesentlich mit kogasinfreiem Lösungsöl gewaschen worden; dabei ging die Waschfiltration außerordentlich lang, und der Rückstand war nachher schmieriger als vor der Waschung. Bei einem Wiederholungsversuch sollte der Übergang von einem Öl auf das andere vermieden werden; dann ist zu hoffen, daß der Vorteil des Kogasinzusatzes ohne solche Schwierigkeiten zur Geltung kommt.

Zusammenfassung:

Es wird das Uhde - Pfaffmann - Verfahren beschrieben, die Apparaturen, die Versuchsschwierigkeiten, die Ergebnisse am Beispiel zweier Gasflamkohlen des Ruhrgebiets und die Aufarbeitung der Produkte mittels Filtration, Schmelzung und Destillation.

Die durchgeführten Versuche zeigen den Stand des Verfahrens, der im Detail erreicht wurde bis zur Erlangung des Primärbitumens. Die Weiterverarbeitung des Primärbitumens, bzw. seine Verwendung als Zweibstoff, Heizstoff oder Rohstoff für andere Zwecke wurde nicht berührt.

Als Wasserstoffquelle wurde hier Wasserstoffgas mit 95% H₂ verwendet.

zum Unterschied von Dortmund, wo meist Koksgas mit 55% H_2 und mehrfach auch gespaltenes und gewaschenes Koksgas mit 75% - 80% H_2 benutzt wurde. Die mit Hy-Gas erhaltenen Ergebnisse sind den früheren recht ähnlich. Man wird auch künftig daran danken können, nicht so hochprozentiges Wasserstoffgas anzuwenden.

Der angewandte Druck von 350 atü stellt etwa das unterste Druckgebiet dar, weil bei Drücken unterhalb 300 atü die Verdampfung des Lösungsmittels zu stark wird. Die Frischgasmenge kann bei dem angewandten Druck und der Temperatur (etwa 410°) höchstens auf das Doppelte gesteigert werden, wenn eine gefährliche Eindickung des Reaktionsgemisches vermieden werden soll.

Die Bilanzen zeigen einen Aufschluss von 80% - 90%; die Restkohlenmenge ist abhängig vom Aschengehalt der angewandten Kohle. Die Versuche wurden ohne Kontaktverwendung durchgeführt; bei Anwendung von Kontakten läßt sich auch die Restkohle noch etwa zur Hälfte umsetzen. Die Gasbildung ist klein.

Die Elementarbilanzen zeigen, daß das Verfahren den Kohlenstoff und Wasserstoff der Kohle unter Anlagerung von weiterem Wasserstoff herausarbeitet. Sauerstoff, Stickstoff und Schwefel werden größtenteils entfernt. Eine wasserstoffärmere Restkohle bleibt zurück.

Die Filtration des Rohaufschlusses befriedigt noch nicht. Das Dorrfilter verwirklicht ein Prinzip, das für solche Rückstände geeignet ist, weil es sowohl das Verstopfen der Filterporen beseitigt, als auch dünne Filterkuchenschichten liefert. Damit wird den unangenehmen Eigenschaften des Rohaufschlusses von der apparativen Seite her entgegengewirkt. Die Verbesserung der Filtration durch chemische Beeinflussung hat in den Autoklavenversuchen großen Erfolg gehabt durch Zugabe kleiner Mengen paraffinischer Öle zu dem überwiegend aromatischen Lösungsmittel. Die erste Anwendung dieser Laboratoriumserfahrung auf den Versuchsbetrieb glückte nicht. Als Ursache dieses Mislingens wird der kontinuierliche Übergang von reinem Lösungsmittel auf solches mit paraffinischem Zusatz angesehen.

Das Uhde - Pfirrmann - Verfahren liefert also mit Hilfe von wenig Wasserstoff (Verbrauch: 3 - 4% der Kohle) bei guter Wasserstoffausnutzung (40 - 45% des eingebrachten Wasserstoffs) in einem Durchgang (sowohl des Gases, als auch der Kohle und ihrer Produkte) aus gewöhnlicher Steinkohle das von Asche praktisch freie Frischgas in einem Ausbeute bis zu 85%. Über 90% des Kohlenstoffs der Kohle erscheinen

00002543

22

~~00001850~~

in Form von Gasprodukten. Sauerstoff, Stickstoff und Schwefel sind
beim größten Teile entfernt, Kohlenstoff und Wasserstoff sind bis
auf etwa 96 % zugeeignet, wobei der Aufschluss der Kohle bei tiefer
Temperatur also schonend erfolgt ist. Das Primärprodukt ist hochmole-
kular und reaktionsfähig.

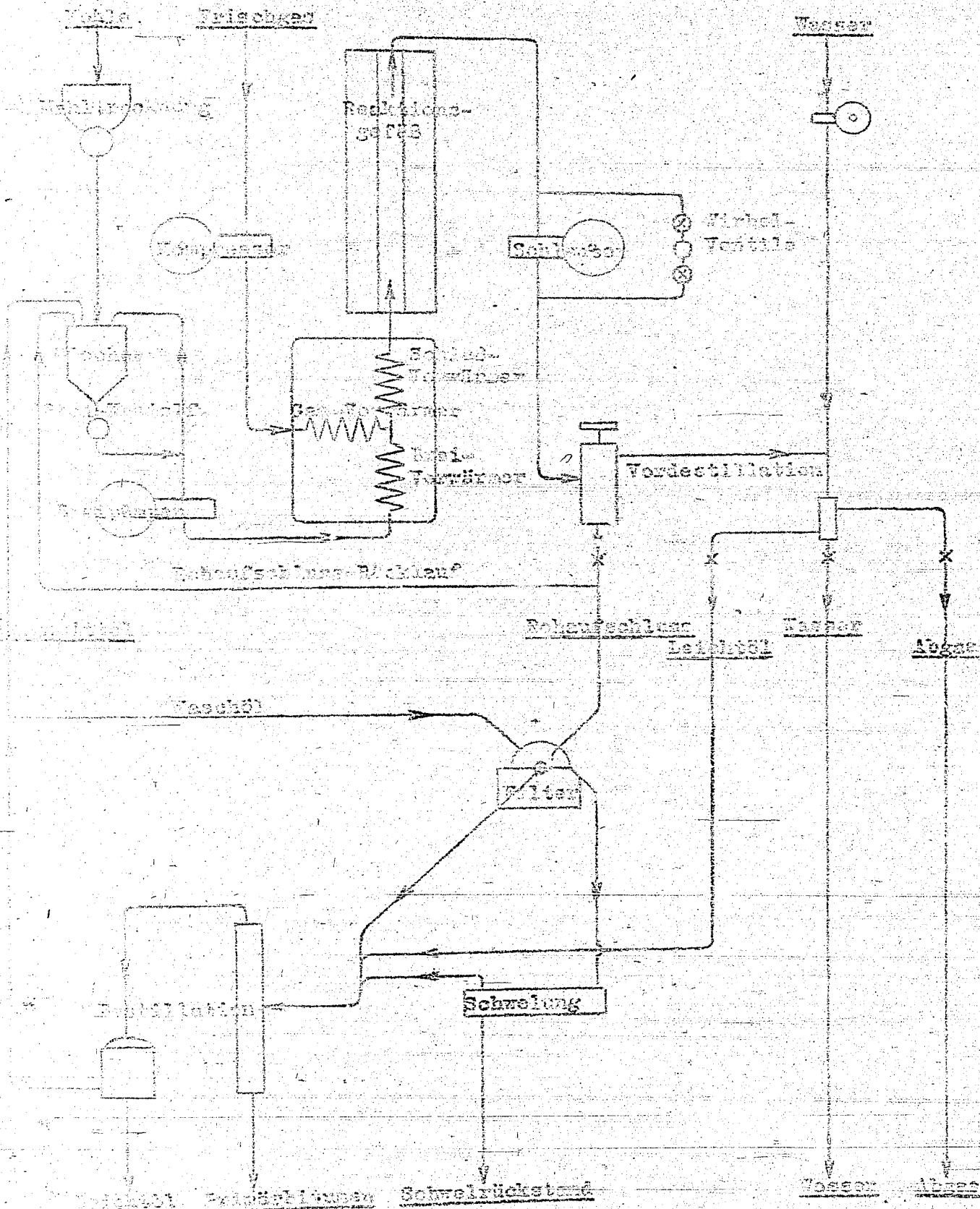
W. W. W. W.

00002544

~~00002544~~

Schaltbild.

Anlage 1.



11/15/51
H.H.

3086

00002545

~~00002545~~

Fließbild (Vers. 1)

Anlage 2.

(bezogen auf 1000 Trockenkohle)

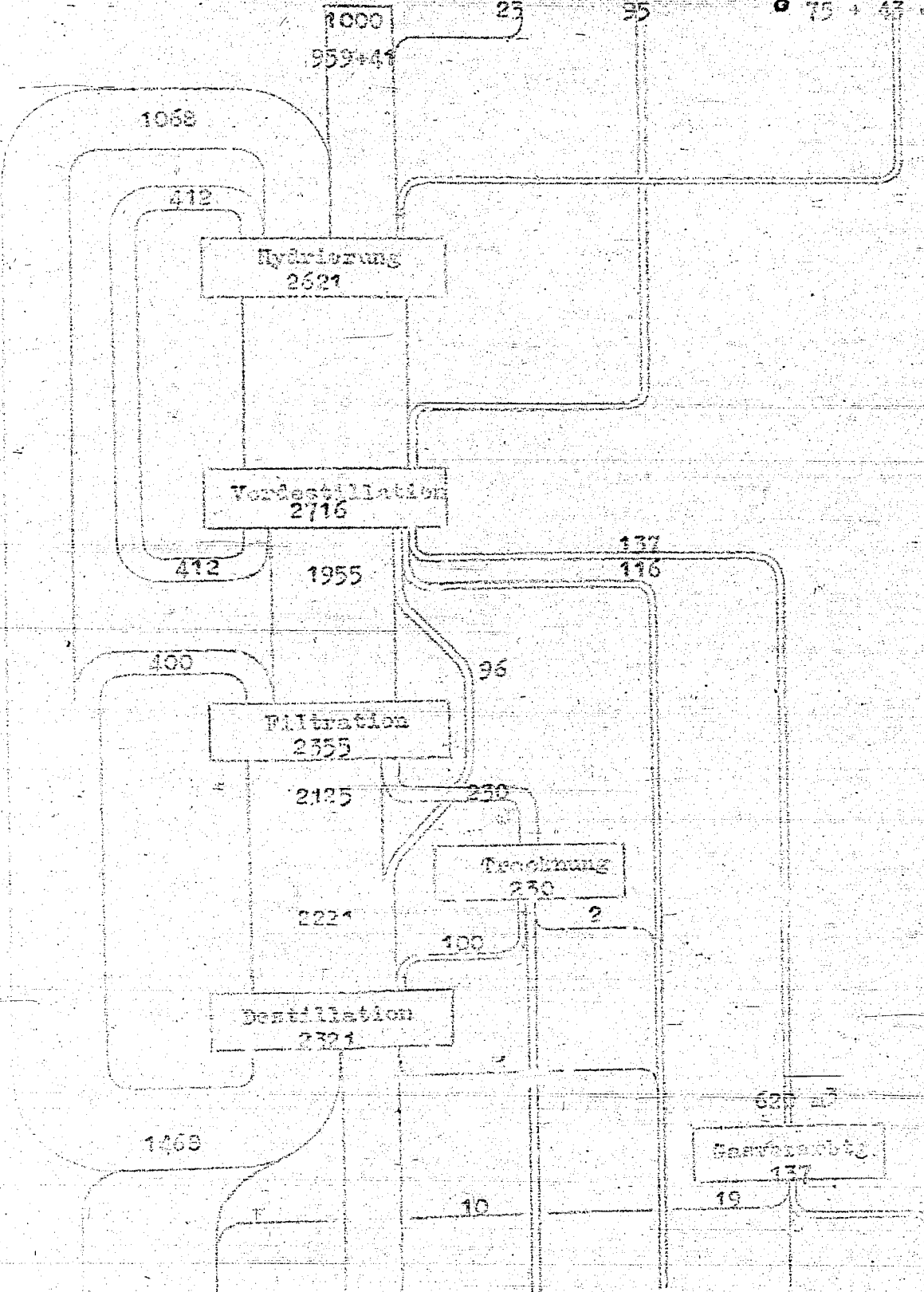
Trocken-Kohle+Feucht:

Wasser

963 m³

Frischgas

75 + 43 = 118



Teil 1
39

F.G. Schmel-Nickel
312 35+32+128

Wasser
12

Gas
9

Abgas
43+64+103

12.10.30
HMB

3077

~~Geheim~~
Anlage 3.

00002546

Bilanz - Auszug
(bezogen auf 1 000 kg Trockenkohle)

	Versuch 2	Versuch 3
	Werra	Waldenburg
Steinkohle der Zeche		
Kohleleistung kg/Std	11,2	14,2
Gasleistung m ³ /Std	11,9	13,1
Reaktionstemperatur °C	409°	412°
Trockenkohle (darin Reinkohle) kg	1000 (899)	1000 (959)
(und Asche)		
dazu Lösungssol kg	1070 (101)	1068 (41)
dazu Rücklauf (Rohaufschl.) kg	521	412
Frischgas m ³	1098	963
H ₂ im Frischgas kg	26	75
Rest im Frischgas kg	45	43
Abgas m ³	695	620
H ₂ im Abgas kg	49	45
Rest im Frischgas (einschl. Kondensierbar.) kg	103	92
Verbrauchter Wasserstoff kg	37	30
Gesamt-Produkte (aus Kohle geb.) kg	1004	922
Primärbitumen+Ölbildung kg	660	622
Leichtbenzin a.d. Abgas kg	21	19
C ₃ -und C ₄ -KW-Stoffe " kg	11	9
Gasbildung (nichtkondens.) kg	20	21
Wasserbildung kg	25	2
Rückstand (darin Restkohle) kg (und Asche)	359 (177) (82)	126 (92) (33)
Verlust (gegen Kohle+verbr. H ₂) kg	33	31
Verlust (bez. a. Gesamtdurchs.) %	0,9	0,9
Auf die Reinkohle bezogen:		
Aufschlussgrad %	89,7	95,1
Ges. Ausbeute (PB+L+Benzin +C ₃ C ₄ -Kwt) %	77,0	88,6
Asche im Prim. Bitumen, Bilanz %	0,07	0,03
Rückschl. Pkt. " / Proben	250	1130

00002547

~~00001954~~

Anlage 4

Einsatzkohlen und Rückstände

Anlage 4	Vers. 2 und 3 Einsatzkohle	Vers. 2 Werne-Kohle			Vers. 3 Kaiserstuhl-Kohle		
		Rein- Kohle	Rein- Kohle	Rein- Kohle	Rein- Kohle	Rein- Kohle	Rein- Kohle
1	1	88,68	88,18	86,42	81,75	85,24	87,35
2	1	3,17	3,17	5,86	4,40	5,16	6,80
3	1	2,22	10,78	2,01	8,97	7,54	4,77
4	1	0,41	0,75	0,49	0,75	0,68	0,65
5	1	0,92	1,23	0,42	3,13	4,38	0,43
6	1	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
7	1		3,57	6,56		3,27	5,21
8	1		39,3			32,1	
9	1		64,3			67,3	
10	1						
11	1						
12	1						
13	1						
14	1						
15	1						
16	1						
17	1						
18	1						
19	1						
20	1						
21	1						
22	1						
23	1						
24	1						
25	1						
26	1						
27	1						
28	1						
29	1						
30	1						
31	1						
32	1						
33	1						
34	1						
35	1						
36	1						
37	1						
38	1						
39	1						
40	1						
41	1						
42	1						
43	1						
44	1						
45	1						
46	1						
47	1						
48	1						
49	1						
50	1						
51	1						
52	1						
53	1						
54	1						
55	1						
56	1						
57	1						
58	1						
59	1						
60	1						
61	1						
62	1						
63	1						
64	1						
65	1						
66	1						
67	1						
68	1						
69	1						
70	1						
71	1						
72	1						
73	1						
74	1						
75	1						
76	1						
77	1						
78	1						
79	1						
80	1						
81	1						
82	1						
83	1						
84	1						
85	1						
86	1						
87	1						
88	1						
89	1						
90	1						
91	1						
92	1						
93	1						
94	1						
95	1						
96	1						
97	1						
98	1						
99	1						
100	1						

Einsatzkohlen und Rückstände

		Vers. 2		Vers. 3	
		Werne- Kohle	Trocken- Rückstand	Kaiserstuhl- Kohle	Trocken- Rückstand
Waggon	1	2,1	-	2,25	-
Asche	1	9,9	31,7	4,00	25,0
Reinkohle	1	88,0	68,3	93,75	75,0

00002548

~~00002548~~

Anlage 5.

G. S. S. S.

Versuch 2.

Versuch 3.

	Frischgas		Abgas		Frischgas		Abgas	
	l/m ³	gr/m ³	l/m ³	gr/m ³	l/m ³	gr/m ³	l/m ³	gr/m ³
H ₂ O	-	-	5	7	-	-	5	7
CO ₂	2	4	14	25	2	4	6	11
CO	5	6	10	11	6	7	10	11
C ₁ +C ₂ -Kwst.	24	16	67	51	27	18	66	50
C ₃ +C ₄ -Kwst.	-	-	8	16	-	-	6	16
C ₅ +höher-Kwst.	-	-	9	29	-	-	9	29
N ₂	956	79	865	71	946	78	878	72
H ₂	13	15	22	25	18	21	15	21
Summe	1000	120	1000	235	1000	128	1000	217
Mittel des Dichte = schreibens		120		222		123		221

00002549

Anlage 6.

Elementarbilanz von Verd. 2.auf 1000 Trockenkohle bezogen.

	C	H	O	N	S	Summe
Reinkohle	739	46	96	7	11	899
Frishgas CO ₂	1		3			4
CO	3		4			7
C ₁₊₂ -Kwt	13	4				17
H ₂		96				96
H ₂				16		16
Frishgas-Gesamt	17	90	7	16		130
<u>Gesamtanfang:</u>	<u>756</u>	<u>136</u>	<u>103</u>	<u>23</u>	<u>11</u>	<u>1029</u>
Frishgasbrenn	571	45	38	3	3	660
Restkohle	145	8	18	1	5	177
H ₂ O-Bildung		3	22			25
H ₂ O					5	5
CO ₂	5		12			17
CO	3		5			8
C ₁₊₂ -Kwt	27	8				35
C ₃₊₄ -Kwt	9	2				11
C ₅₊₆ -Kwt	17	3				20
H ₂		49				49
H ₂				17		17
Gas-Gesamt	61	62	17	17	5	162
<u>Gesamtergebnis:</u>	<u>777</u>	<u>116</u>	<u>95</u>	<u>21</u>	<u>13</u>	<u>1024</u>
Verlust	21	18	8	2	2	5

00002550

Anlage 7.

Elementarbilanz von Vers. 3.Auf 1000 Trockerkohle bezogen.

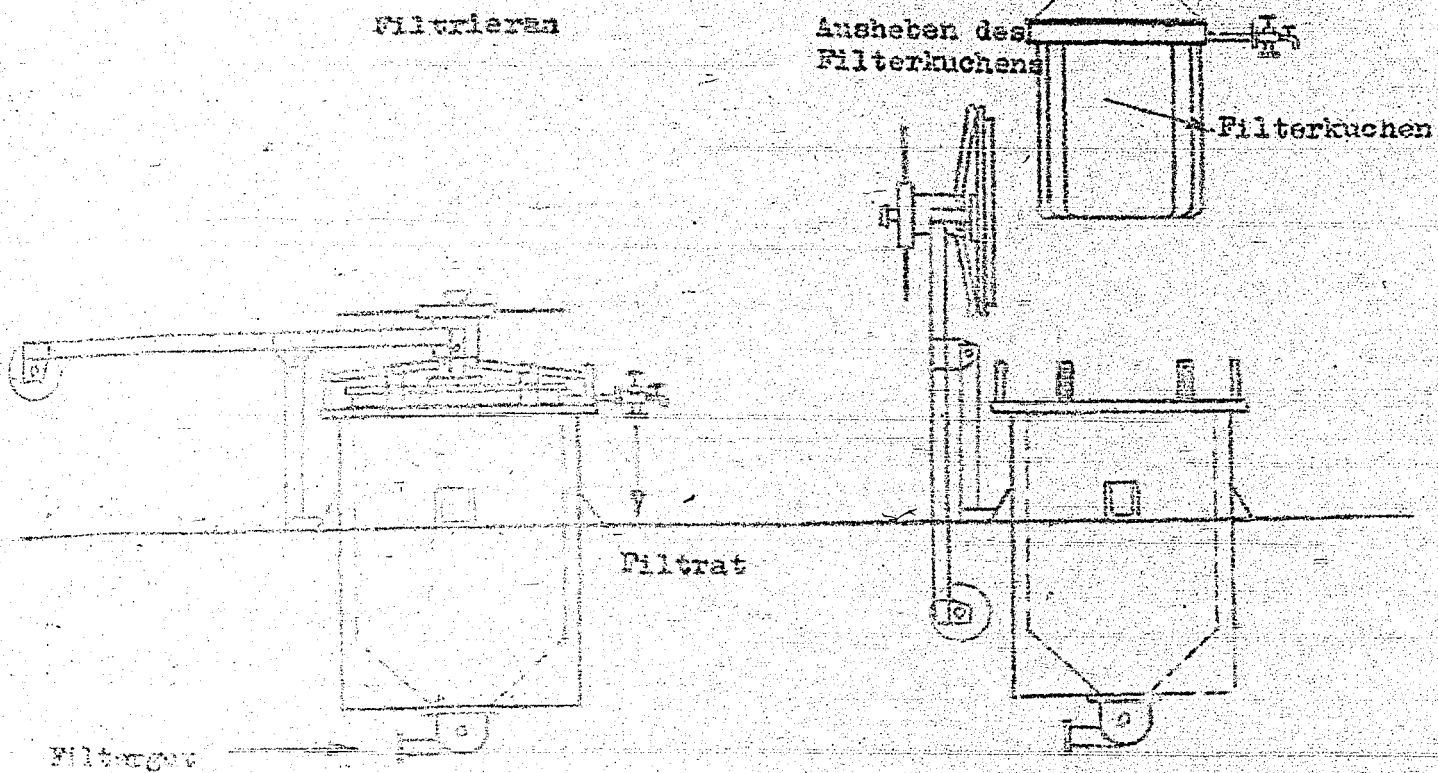
	C	H	O	N	S	Summe
Brennstoffe:	817	50	72	7	13	959
Wasserdampf H_2O	1		3			4
CO	3		4			7
CO_2 -Kont	13	4				17
H_2		75				75
N_2				20		20
Luftgas-Gesamt:	17	79	7	20	-	123
<u>Gesamtverbrauch:</u>	<u>834</u>	<u>129</u>	<u>79</u>	<u>27</u>	<u>13</u>	<u>1082</u>
Produktbildung:						
Wasserdampf	716	56	39	5	4	822
Luftgas	82	4	3	1	5	95
H_2O -Bilanz (geschätzt)		2	16			20
H_2S					4	4
CO_2	2		5			7
CO	3		4			7
CO_2 -Kont	24	7				31
CO_2 -Kont	8	2				10
CO_2 -Kont	15	3				18
H_2		45				45
N_2				13		13
Gesamt:	52	57	9	13	4	135
<u>Gesamtprodukt:</u>	<u>852</u>	<u>119</u>	<u>69</u>	<u>19</u>	<u>13</u>	<u>1072</u>
Differenz	+18	-10	-10	-8	0	-10

00002551

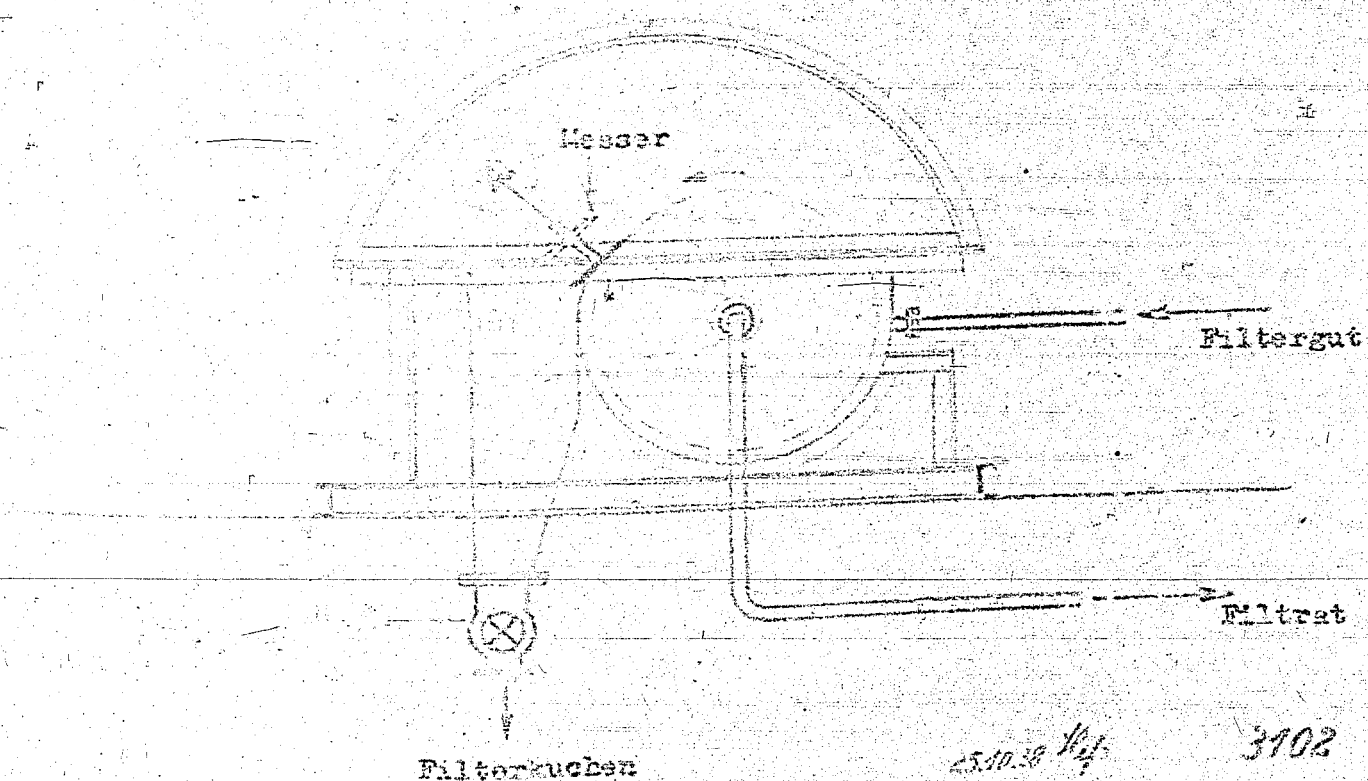
~~00002551~~

Kelly filter.

Anlage 8.



Dorrfilter.



25.10.58 1/4 3702

Betreff: Versuchsüberprüfung gasförmiger Kohlenwasserstoffe
aus Gasen durch Wäsche mit Flüssigkeiten

Klasse

Abteilung

Patent:

Bericht de Herr Dr. Piller

vom 5. Dezember 1938

TSS20000

Berichtesammlung des Versuchs-Laboratoriums

Bericht Nr.

199

00001059

Gesehen vom Abteilungsvorstand:

Gesehen von der Direktion:

Vertraulich

Zirkuliert in folgenden
Abteilungen:

Zurück an Büro Me 219

Empfänger	Eingang	Weiter	Unterschrift
Stickstoff-Direktion			
Herrn Dir. Dr. Müller-Cunradi			
Herrn Dr. Fr. Winkler			
Herrn Dr. Häuber			
Herrn Dr. Hirschbeck			
Herrn Dr. Stadler			
Ammoniak-Lab. Op.			
Hr. Dr. Klein, Amm. Lab. Op.			
Zwischenprodukten-Abt., La			
Hr. Dr. Weigmann, I. G. Offenbach			
Ammoniakwerk Merseburg			
Hr. Dr. Ester, Merseburg			
Hr. Dr. Herold, Merseburg			
Buna-Werke GmbH., Schkopau.			

Ammoniakwerk Merseburg
G.m.b.H.
Haupt-Erichte-Sammlung
Referate-Büro

Me Nr. 1892 / I A

Bag Target

3048 - 30/4.02

Aufzubewahren im Archiv des:

Eingegangen beim Archivar:

Laufende Nr. des Archivs:

Zurück an Referate-Büro

~~00001950~~

Es besteht Veranlassung, auf die **Rundschreiben der Werksleitung** vom 21. 5. 31 u. 13. 7. 31 betr. Spionageabwehr hinzuweisen und insbesondere darauf aufmerksam zu machen, daß

Berichte

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

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

3287-3M-386

00002552

00002553

~~00001031~~

Bericht des Herrn Dr. Feiler

Versuche über Abtrennung gasförmiger Kohlenwasserstoffe
aus Gasgemischen durch Wäsche mit Flüssigkeiten.

Ammoniakwerk Merseburg
G.m.b.H.
Haupt-Eerichte-Sammlung
Referate-Büro

Me Nr. 1892 / Ib

Stickstoffabteilung/

Kohlenwasserstoff-Versuche Op.

5. Dezember 1938.

Versuche über Abtrennung gasförmiger Kohlenwasserstoffe
aus Gasgemischen durch Wäsche mit Flüssigkeiten.

I n h a l t .
=====

1.) Einleitung.

2.) Laboratoriumsversuche

- a) Bestimmung der Löslichkeit reiner gasförmiger Kohlenwasserstoffe in organischen Flüssigkeiten.
- b) Bestimmung der Löslichkeit von CO_2 , H_2S und SO_2 in organischen Flüssigkeiten.
- c) Absorptionsversuche mit verflüssigten Gasen.
- d) Absorptionsversuche mit Lösungen von Ag , Cu^{I} und Hg^{I} -Salzen.

3.) Waschversuche mit technischen Gasgemischen in kleintechnischer Apparatur in Op 106.

- a) Entfernung gasförmiger Olefine aus Braunkohlackgas durch Ölwäsche.
- b) Entfernung von Methan aus Kreislaufgas der Ammoniakfabrik durch Ölwäsche.
- c) Entfernung von Acetylen aus Methanspaltgas durch Ölwäsche.
- d) Waschversuche mit Ölen, Wasser und Salzlösungen in Stufen.
- e) Entfernung gasförmiger Olefine aus Braunkohlackgas durch Wäsche mit Suprosalzlösungen.

4.) Technische Versuche in Leuna (Me 907 b).

Abtrennung von Olefinen aus Braunkohlackgas und aus Spaltgas aus Abgasen der Kohlehydrierung durch Ölwäsche.

5.) Zusammenfassung.

6.) Anhang.

Übersicht über eigene Arbeiten, Berichte der Werke Lu u. Op auf diesem Gebiet, sowie über einschlägige Patentliteratur.

1. Einleitung.

Das Problem gasförmige Kohlenwasserstoffe, insbesondere gasförmige Olefine aus Gasgemischen abzutrennen trat in den letzten Jahren immer mehr in den Vordergrund. Infolge der zunehmenden Verwendungsmöglichkeiten von Äthylen, Propylen, Butylenen, Äthan, Propan, Butanen, Butadien, Acetylen und Vinylacetylen für die verschiedensten Zwecke ist es von besonderem Interesse die Möglichkeiten zu prüfen die genannten Gase aus den in großer Menge vorkommenden Naturgasen, Destillationsgasen, Krackgasen, Abgasen der Hydrierung, Kokereigasen, deren Umwandlungsprodukten sowie anderen technischen Gasgemischen abzutrennen. Bezweckt wurde durch vorliegende Arbeiten unter Umgehung des Trennungsverfahrens nach Linde, welches für die Trennung der gasförmigen Kohlenwasserstoffe nur bedingt brauchbar ist, andere Trennungsverfahren zu finden. Aus diesem Grunde wurden im Laboratorium von 1926 bis 1937 - zeitweise unterbrochen durch vorrangigere Arbeiten - in dieser Richtung Versuche auf breiter Basis durchgeführt und einige Methoden von 1928 bis 1930 in kleintechnischem Maßstab in Op 106 und von 1929 bis 1930 in technischem Maßstab in Leuna Me 907 b erprobt.

2. Laboratoriumversuche.

a) Bestimmung der Löslichkeit reiner gasförmiger Kohlenwasserstoffe in organischen Flüssigkeiten.

In einer Spezialapparatur wurden die Löslichkeiten von Methan, Äthan, Propan, n-Butan, iso-Butan, Äthylen, Propylen, n-Butylen, iso-Butylen, Butadien, Acetylen und Vinylacetylen in einer großen Anzahl (170) organischer Flüssigkeiten bei 20°

00002556

~~00001554~~

und Atmosphärendruck untersucht. Die Ergebnisse sind zusammengestellt in dem Bericht der Stickstoffabteilung, Oppau vom 1.7.1937

Dr. Feiler: " Die Löslichkeit gasförmiger Kohlenwasserstoffe in organischen Flüssigkeiten "

Die Versuche zeigten ganz allgemein, dass die verschiedenen gasförmigen Kohlenwasserstoffe mit zunehmender C-Zahl in organischen Flüssigkeiten besser löslich sind und dass für sämtliche gasförmigen Kohlenwasserstoffe besonders gute organische Lösungsmittel existieren. Für die praktische Abtrennung gasförmiger Kohlenwasserstoffe aus Gasgemischen wurde durch diese Versuche wahrscheinlich gemacht, dass eine weitgehende Abtrennung bzw. Anreicherung von gasförmigen Kohlenwasserstoffen durch Ölwäsche möglich, eine scharfe Trennung der einzelnen gasförmigen Kohlenwasserstoffe durch Ölwäsche jedoch unmöglich ist.

b) Bestimmung der Löslichkeit von CO₂, H₂S und SO₂ in organischen Flüssigkeiten.

Es ist bei der Abtrennung gasförmiger Kohlenwasserstoffe aus technischen Gasgemischen durch Wäsche mit organischen Flüssigkeiten auch wichtig die entsprechenden Löslichkeitsverhältnisse von CO₂, H₂S und SO₂ zu kennen. Diese Gase weisen nämlich, wie Vorversuche zeigten, im Gegensatz zu anderen Bestandteilen technischer Gasgemische, wie H₂, N₂ und CO beträchtliches Lösungsvermögen in organischen Flüssigkeiten.

-/-

00002557

~~00002555~~

auf und können in technisch wichtigen olefinreichen Gasen, wie z.B. bei der Krackung von Braunkohle oder partiellen Veresterung schwefelreicher Hydrier- oder Destillationsgase anfallen, in beträchtlichen Mengen vorkommen. Aus diesem Grunde wurde in einem Spezialapparat (wie unter a) die Löslichkeiten von CO_2 , H_2S und SO_2 in organischen Flüssigkeiten bei 20° und Atmosphärendruck untersucht und die Ergebnisse niedergelegt in dem Bericht der Stickstoffabteilung, Oppau vom 1.9.1938.

Dr. Feiler: "Die Löslichkeit von Kohlensäure, Schwefeldioxyd und Schwefelwasserstoff in organischen Flüssigkeiten"

sowie in den Anmerkungen O.Z. 11169, O.Z. 111670 und O.Z. 11171 vom 2.12.1938.

Die Versuche zeigen, dass in Anwesenheit größerer Mengen CO_2 , H_2S und SO_2 , diese Gase infolge ihrer hohen Löslichkeit bei Mischung mit organischen Flüssigkeiten zusammen mit den gasförmigen Kohlenwasserstoffen ausgewaschen werden; ist also eine Abtrennung reiner gasförmiger Kohlenwasserstoffe durch Öl-Wäsche beeinträchtigt, müssen CO_2 , H_2S und SO_2 vorher nach anderer Methode abgetrennt werden.

c) Absorptionsversuche mit verflüssigten Gasen. (Journal 9, Versuche 1936).

Wie unter a) beschriebenen Löslichkeitsversuche zeigten u.a., dass sich gasförmige Kohlenwasserstoffe ganz allgemein in organischen Flüssigkeiten mit niedrigem Siedepunkt am besten lösen! (Siehe vorgenannten Bericht Dr. Feiler "Die Löslichkeit gasförmiger Kohlenwasserstoffe in organischen

Flüssigkeiten" Seite 8). Es war somit naheliegend nicht nur Versuche mit entsprechend niedrigsiedenden organischen Flüssigkeiten, sondern auch mit verflüssigten Gasen durchzuführen. Dabei muss die Absorption in allen Fällen bei entsprechend niedrigen, dem Dampfdruck des Lösungsmittels und der Verflüssigungstemperatur der abzutrennenden gasförmigen Kohlenwasserstoffe angepassten Temperaturen vorgenommen werden. Es sei erwähnt, dass ähnliche Versuche im Werk Oppau bereits durchgeführt wurden:

(A. F. 74 75: 120 (Stallmann und Schilling) und
B. F. 332 333 (Hokertz, Klein und Speyerer).

Für einige bei gewöhnlicher Temperatur gasförmige, verflüssigte chlorierte Kohlenwasserstoffe sind die gefundenen Löslichkeiten von gasförmigen Mothar-Kohlenwasserstoffen und Olefinen in folgender Tabelle zusammengestellt.

Löslichkeit von Kohlenwasserstoff in l. des Waschmittels bei -40° und gewöhnlichem Druck:

Waschmittel	CH_4	C_2H_6	C_2H_4	C_3H_8	C_3H_6
Chloroform	—	—	—	150	120
Äthylchlorid	—	20	10	1790	490
Propylchlorid	—	—	—	300	560

Aus der Tabelle und aus Versuchsversuchen mit entsprechenden Flüssigkeiten geht hervor, dass es möglich ist auf diese Weise C_1 und C_2 Kohlenwasserstoffe von den niedrigeren gasförmigen Kohlenwasserstoffen weitgehend abzutrennen; ^{es}gelingt so auch Äthylen von Propylen weitgehend abzutrennen.

Die Versuche führten zu den Anmeldungen O.Z. 9810 und O.Z. 9812, werden z.Zt. noch fortgeführt und zu gegebener Zeit ausführlicher in einem Bericht niedergelegt. (F.Z. 832 742).

a) Absorptionsversuche mit Lösungen von Cu^{I} , Hg und Hg^{I} Salzen.
(Journal 9, Versuche 1928 bis 1929)

Bekanntlich gehen Cu^{I} , Hg und Hg^{I} Salze, insbesondere in gelöster Form mit Olefinen, leicht in ihre ursprünglichen Komponenten spaltbare Additionsverbindungen ein. Es sind auch zahlreiche Verfahren bekannt nach diesem Prinzip Olefine aus Gasgemischen abzutrennen. (Siehe Patentsammlung im Anhang dieses Berichts.)

Eigene Versuche mit den genannten Salzlösungen zeigten, dass Ag^- und Hg^- Salzlösungen für die Abtrennung von Olefinen aus Gasgemischen praktisch nicht geeignet sind infolge leichter Zersetzbarkeit unter Metallabscheidung. Waschversuche mit Cu^{I} Salzlösungen wurden 1929 in der klimatechnischen Apparatur Op-106 mit Braunkohlcrackgas durchgeführt (siehe später). Von Dr. Häuber und Dr. Hirschbeck wurde die Abtrennung von Olefinen mittels Cu^{I} -Lauge später zu einem technisch brauchbaren Verfahren entwickelt. (Siehe Bericht der Stickstoffabteilung vom 1.7.1938: Dr. Häuber-Hirschbeck: Herstellung von konzentrierten, gasförmigen Olefinen (insbesondere von Äthylen) aus gasförmigen oder verdampfbaren Paraffinkohlenwasserstoffen).

Die eigenen Untersuchungen wurden ausgedehnt insbesondere auf die Diolefine, wobei die leicht zersetzlichen Additionsverbindungen von Hg^{I} -, Ag^- und Cu^{I} -Salzen mit Butadien entdeckt

00002560

~~00001323~~

wurden, von denen insbesondere die feste CuCl -Verbindung von Bedeutung ist. (A.P. 1 795 549 vom 12.12.1938 und Journal 9, Versuche vom 15.1.1928 bis 16.6.1929). Nach Abschluss der Versuche mit Cu^{I} -Salzen und Butadien werden die Ergebnisse in einem gesonderten Bericht niedergelegt.

3. Waschversuche mit technischen Gasgemischen in kleintechnischer Apparatur Op 106. (Versuche gemeinsam mit Dr. Weigmann).

Die Waschversuche wurden unter erhöhten Drucken in mit Raschigringen gefüllten Wäschern verschiedener Größe durchgeführt. Die Waschflüssigkeit wurde jeweils im Kreislauf durch die Wäsher gepumpt und nach dem Wäsher die gelösten Gasanteile durch Entspannen aus der Waschflüssigkeit entfernt (Journal 9, Versuche 1928 bis 1930).

a) Entfernung gasförmiger Olefine aus Braunkohlcrackgas durch Ölwäsche.

Die Versuche werden durchgeführt mit einem Gas, welches erhalten wird durch thermische Spaltung von Braunkohle nach dem Verfahren von Dr. Fr. Winkler-Dr. Feiler D.R.P. 513 845 und Zusätzen (Siehe auch Bericht der Stickstoffabteilung vom 9.3.1929 „Herstellung von olefinreichen Gasen aus bitumenhaltigen Kohlen“).

Das Gas wurde vorher durch Laugewäsche von H_2S und CO_2 befreit, und ist zusammengesetzt im Durchschnitt:

22,0 % Olefine

20,0 % CO

23,0 % H_2

30,0 % CH_4

5,0 % N_2 .

-/-

Versuchsbedingungen:

Temperatur . . . : 15-30°
Drucke . . . : 10-200 at
Wascher . . . : Höhe 1,6 m, l.W. 120 mm.
Waschöldurchsatz : 10-20 l/Std.
Gasdurchsatz : 2,0-2,5 cbm Gas/Std.

Untersuchte Waschmittel:

Braunkohlentserdestillat,
Glykol,
Paraffinöl,
Maschinenöl,
Tetralin,
Crackbenzin.

Ergebnis:

Von den untersuchten Waschmitteln verhalten sich am günstigsten Tetralin und Crackbenzin. Bei Drucken oberhalb 40 atü gelingt es unter den angegebenen Bedingungen die Olefine beinahe restlos auszuwaschen. Das Entspannungsgas enthält 40-54 % Olefine, Rest fast ausschließlich Methan und Methanhomologe. Getrennte Isolierung der reinen Olefine, Äthylen, Propylen, Butylene gelingt nicht.

b) Entfernung von Methan aus Kreislaufgas der Ammoniakfabrik durch Ölwäsche.

Es wurde versucht aus Kreislaufgas der Ammoniakfabrik (1928) durch Ölwäsche das Methan abzutrennen (Journal 9, Juni 1928).

~~00002562~~

Durchschnittliche Zusammensetzung des Kreislaufgases:

68,0 % H_2

6,0 % CH_4

26,0 % N_2

Versuchsbedingungen:

Temperatur : $15^\circ - 30^\circ$

Druck : 200 atü

Wascher : Höhe 1,6 m, l.W. 120 mm.

Waschöldurchsatz : 20 l/Std.

Gasdurchsatz : 2 cbm/Std.

Waschmittel : Tetralin und Paraffinöl.

Ergebnis:

Es gelingt unter den angegebenen Bedingungen Methan aus rund 2,4 Vol.% im Endgas auszuwaschen; dabei werden rund 15 % des Eingangsgases ausgewaschen.

c) Entfernung von Acetylen aus Methanspaltgas durch Ölwäsche.
(Journal 9, Juli 1930)

Für die Waschversuche wurde ein Gas verwendet, welches durch thermische Spaltung von Methan in einem Couper bei rund 1000° erhalten wurde.

Gaszusammensetzung:

1,8 % CO_2

2,6 % C_2H_2 (geringe Mengen C_2H_4)

2,2 % CO

48,4 % H_2

36,0 % CH_4

8,8 % N_2

-/-

00002563

~~00002563~~

Versuchsbedingungen:

Temperatur : 15° - 30°

Drucke : 10-200 at

Wascher : Höhe 15.9 m, l. W. 120 mm

Waschdurchsatz : 95-120 l/Std

Gasdurchsatz : 12 cmm/Std

Ergebnisse:

Bei rund 10%iger Auswaschung wurde ein Entspannungsgas erhalten mit rund 16 Vol-% Acetylen. Das Gas ist frei von Acetylen.

1) Waschversuche in mehreren Stufen (O. Z. 5321).

Es wurde versucht die verschiedenen Olefine (Acetylen, Propylen und Butylene) aus Gasgemischen nach Maßgabe ihrer verschiedenen Löslichkeiten in organischen Flüssigkeiten in mehreren Stufen abzutrennen. Dabei wurden die olefinhaltigen Gase wiederholter Einwirkung jeweils frischer Lösungsmittelmengen unterworfen unter verschiedenen Bedingungen in jeder Stufe. (Verschiedene Lösungsmittelmengen, verschiedene Verweilzeiten und verschiedene Drücke). Für die Versuche wurde Braunkohlengas verwendet, welches von CO_2 und H_2S befreit war mit einem Gehalt von 15 % C_2H_4 , 6.5 % C_3H_6 und 2.3 % C_4H_8 , ausserdem mit CO_2 und H_2S befreit. Rohgas mit:

13.0 % C_2H_4

6.5 % C_3H_6

2.3 % C_4H_8

(Journal 3, Versuche 1928 u. 1929 und Akte Dr. Weigmann).

Versuchsbedingungen:

Temperatur	:	15-30°
Drucke	:	5-50 at
Wascher	:	Höhe 1,6 m, l.W. 120 mm
		" 3,0 ", " " 120 "
		" 5,6 ", " " 120 "

Waschflüssigkeit : Tetralin
Waschöl u. Gasdurchsätze: In weiten Grenzen variiert.

Ergebnis:

Es gelingt nach dem Stufenverfahren wohl eine weitgehende Anreicherung der Gesamtolefine, nicht aber eine einigermaßen einwandfreie Trennung der einzelnen Olefine untereinander. Infolge ihrer besonders hohen Löslichkeit gelingt jedoch unter geeigneten Bedingungen insbesondere eine weitgehende Abtrennung von Propylen zusammen mit den Butylenen aus den Gasgemischen. Man erhält bei einer rund 10%igen Auswaschung (gewöhnliche Temp. 5 atü Druck, Wascher 5,6 m hoch, 120 mm l.W.) aus Braunkohlackraskgas ein Gas, welches 60-70 % Olefine, davon 70 % Propylen und Butylene enthält.

Nach diesem Prinzip wurde auch versucht aus dem Braunkohlekrackgas (durchschnittliche Zusammensetzung 25 % CO_2 + H_2S , 20 % Olefine, 15 % CO , 10 % H_2 , 25 % CH_4 , 5 % N_2) in einer 1. Stufe mittels Wasser oder Kochsalzlösungen CO_2 und H_2S auszuwaschen und in einer 2. Stufe die Olefine. Es konnte keine Befriedigende Zerlegung erzielt werden, da durch Wasser und Kochsalzlösungen bereits erhebliche ^{Mengen} Olefine ausgewaschen werden.

1/2

e) Entfernung von Olefinen aus Braunkohlekrackgas durch Wäsche mit Cuprosalzlösungen. (Journal 9, September 1929).

Als Ausgangsgas wurde verwendet olefinreiches Gas, hergestellt nach dem Verfahren Dr. Fr. Winkler-Dr. Feiler (D.R.P. 513 845 und D.R.P. 567 083) aus Braunkohle. Als Waschflüssigkeit wurde verwendet die ammoniakalische Cupro-Lösung aus der Wasserstoffreinigung, Oppau. Das Braunkohlekrackgas wurde vor der Cu-Lauge-waschung von H_2S und CO_2 befreit und hatte folgende durchschnittliche Zusammensetzung:

26,8 % Olefine (ca. 60% Äthylen, 20 % Propylen,
20 % Butylene)

20,2 % CO

19,0 % H_2

31,2 % $C_nH_{2n} + 2$ n = 1,15

2,8 % N_2 .

Versuchsbedingungen:

Temperatur . . . : 15-30°

Druck : 50 bis 100 atü

Waschflüssigkeit : 50-90 l/Std.

Wascher . . . : Höhe 5,6 m, l.W. 120 mm.

Gasdurchsatz . . : 2,5 bis 5 cbm/Std.

Ergebnisse:

Es gelingt die Olefine zusammen mit CO weitgehend, (z.B. Endgas 6,0 % Olefine, 0,0 % CO; Entspannungsgas 38,0 % Olefine, 48,4 % CO) bei Anwendung noch größerer Laugemengen vollständig auszuwaschen. Besonders ungünstig macht sich bemerkbar, dass CO durch die Cu^I -Lauge leichter aufgenommen wird als Olefine. Aus-

-/-

~~00002566~~

Abtrennung von CO und Olefinen in 2 Stufen mittels Cu-Lauge hatte nicht den gewünschten Erfolg. An Hand von Stock'schen Analysen wurde festgestellt, dass die Olefine mit zunehmender M-Zahl immer schlechter durch die Cu-Lauge absorbiert werden, n-Butylen also am besten.

Zusammenfassend kann nach vorliegenden Versuchen gesagt werden, dass eine Abtrennung von Olefinen aus CO-reichen Gasgemischen durch Wäsche mit Cu-Lösungen ohne gleichzeitige Abtrennung wesentlicher Mengen CO nicht möglich ist und dass unter den angegebenen Bedingungen zur restlosen Entfernung der Olefine wesentlich größere Cu-Laugemengen umgeworfen werden müssen als bisher.

In diesem Zusammenhang sei nochmals auf die späteren Arbeiten von Dr. Hübner-Dr. Hirschbeck hingewiesen, nach welchen es gelingt mittels Cu-Laugenwäsche aus CO-freien, olefinhaltigen Gasgemischen Gase zu erhalten, mit bis zu 99 Vol.-% Olefinen (siehe z. B. Bericht der Stickstoffabt. vom 2. Juli 1938 Dr. Hübner-Dr. Hirschbeck: Herstellung von konzentrierten gasförmigen Olefinen aus gasförmigen oder verdampfbaren Petrolkohlenwasserstoffen sowie die einschlägigen Patente und Erfindungsanmeldungen).

Technische Versuche in Leuna: Abtrennung von Olefinen aus Braunkohlengas und aus Olefingas, erhalten durch thermische Spaltung von Abgasen der Kohlehydrierung.

Für die Schmierölanlage No 907 b (Betriebsführer Dir. Dr. Müller-Cunradi), welche 1929 bis 1930 in Betrieb war, wurden höhere gasförmige Olefine, insbesondere Propylen und Butylene benötigt. Die gasförmigen Olefine wurden in der genannten Anlage zusammen mit einem bei der Teer- bzw. Kohlehydrierung anfallenden Abstreiferöldestillat unter Einwirkung von $AlCl_3$ zu Schmieröl polymerisiert. Die ~~übrigen~~ Olefine (insbesondere Propylen und Butylene) wurden in einer Menge von 300 bis 400 cbm täglich benötigt und aus olefinreichen Gasen, wie unten angegeben, gewonnen. Die olefinreichen Gase wurden nach 2 verschiedenen Verfahren erzeugt:

a) durch thermische Spaltung von Braunkohle in Cowpern nach dem Verfahren Dr. Fr. Winkler-Dr. Feiler (D.R.P. 513 845 und D.R.P. 567 083) (Siehe Bericht der Stickstoffabt. Oppau vom 9.5.1929, Dr. Feiler: „Herstellung olefinreicher Gase aus bitumenhaltigen Kohlen“)

b) durch thermische Spaltung gasförmiger Methankohlenwasserstoffe (Äthan, Propan, Butan) in Cowpern; dabei wurden Gemische dieser Gase verwendet, wie sie bei der Teer- und Kohlehydrierung, bzw. bei der Destillation der flüssigen Hydrierungsprodukte anfallen. (Siehe auch Bericht der Stickstoffabt. Op. vom 12.11.1929 Dr. Feiler und Dr. Weigmann:

Versuche zur Herstellung von Olefinen und flüssigen Kohlenwasserstoffen aus den Abgasen der Hydrierung in der Olefingasanlage in Leuna", sowie B.P. 337 434 vom 30.4.29).

Apparatur und Arbeitsweise.

Es wurde nach beiden Verfahren so gearbeitet, dass ein möglichst hoher Gehalt an Propylen und Butylenen ~~in Restgas~~ erhalten wurde. Das Rohgas (1200 bis 3000 cbm täglich) (durchschnittliche Zusammensetzung siehe folgende Tabellen) wurde mittels Lux'scher Gasreinigungsmasse von H_2S gereinigt, auf 10 atü komprimiert von unten in einen mit Raschigringen gefüllten Washer (Höhe 7 m, Durchmesser 0,8 m) eingeführt. Von oben strömt die Waschflüssigkeit entgegen; die, insbesondere mit höheren Olefinen (Propylen, Butylene) beladene Waschflüssigkeit wird in einer 1. Stufe entspannt und in einer 2. Stufe auf rund 60° erhitzt, um die restlichen Olefine auszutreiben. Die Waschflüssigkeit gelangt in einen Sammelbehälter mit Kühl-
schlangen und wird auf Aussentemperatur herabgekühlt im Kreislauf wieder dem Washer zugeführt. Das bei der Kompression, Entspannung und Anwärmung auf 60° erhaltene niedrigsiedende Krackbenzin (auf 1000 cbm Gas rund 70 kg) wird für sich gewonnen und enthält u.a. wertvolle niedrigsiedende Olefine
Äthylene, Hexylene, Cykloparaffine und Benzol.

Betriebsbedingungen:

Temperatur	: 15-30°
Druck	: 10 atü.
Washer	: Höhe 7 m, Durchmesser 0,8 m. Inhalt rund 3,5 cbm (ohne Füllung)
Waschöldurchsatz:	: 3 cbm/Std.
Waschmittel	: Tetralin, später beim Prozess anfallende Kracköle.

00002539

~~00002539~~Gaszerlegung im Waschenlage (Durchschnittswerte):

(Differenzen rühren her von teilweise Kondensation dampf-
förmiger Gase bei und nach Kompression, von unvollkommener
Abdampfung und verschiedenen Temperaturverhältnissen.)

Gasart:	Waschenlage	cm/ Std.	H ₂ S	CO ₂	Butylen Propylen	C ₂ H ₄	CO	H ₂	CH ₃ OH	N ₂	n
Kackgas aus Braunkohle	Eingangsgas	120	24,5	7,6	10,8	13,4	12,6	25,5	5,6	1,15	
	Durchgangsgas	100	23,4	-	9,2	14,8	18,2	25,3	8,6	1,0	
	Entspannungsgas	20	10,0	24,4	36,4	12,2	2,8	0,8	11,4	2,0	1,3
Kackgas aus Kalkstein- Kalkstein- Kalkstein	Eingangsgas	46	-	2,3	13,2	15,5	-	12,0	57,0	-	-
	Durchgangsgas	28	-	0,5	1,9	10,0	-	20,0	65,6	1,0	-
	Entspannungsgas	18	-	1,5	28,5	25,5	-	-	41,5	5,0	-

Die Anlage lief ca. 1 Jahr ohne nennenswerte Störung und
wurde mit der Einstellung der Schmierölversuche 1930 abgestellt.

Die Versuche wurden in gemeinsamer Zusammenarbeit mit den
Herren Dr. Weigmann, I. G. Offenbach und Dr. Ester, Leuna durchgeführt.

~~00001378~~5. Zusammenfassung.

00002570

- 1) In vorliegendem Bericht sind die mit Unterbrechungen von 1926 bis 1937 durchgeführten Versuche über Abtrennung gasförmiger Kohlenwasserstoffe aus Gasgemischen durch Wäsche mit Flüssigkeiten niedergelegt.
- 2) Im wesentlichen wurde die Abtrennung gasförmiger Kohlenwasserstoffe mit organischen Flüssigkeiten (Ölwäsche) bearbeitet. Durch Versuche im Laboratoriums- und kleintechnischen Maßstab wurde festgestellt, dass es möglich ist gasförmige Kohlenwasserstoffe aus Gasgemischen durch Wäsche mit geeigneten organischen Flüssigkeiten weitgehend anzureichern bzw. abzutrennen. Einwandfreie Trennung der gasförmigen Kohlenwasserstoffe untereinander ist durch Ölwäsche nicht möglich. Eine Abtrennung der C₃ und C₄ Kohlenwasserstoffe von den niedrigeren Kohlenwasserstoffen kann gut durchgeführt werden durch Wäsche mit geeigneten verflüssigten Gasen. CO₂, H₂S und SO₂ lösen sich weitgehend in den meisten organischen Flüssigkeiten und müssen deshalb vor der Ölwäsche entfernt werden.
- 3) In der Schmieranlage Leuna, Nr. 907 b (Leitung Dir. Dr. Müller-Gunrad) wurde die Abtrennung von Olefinen, insbesondere Propylen und Butylen mittels Ölwäsche in technischem Maßstab (Durchsatz rund 3000 cbm Rohgas/Tag) erprobt und 1929 bis 1930 betriebsmäßig durchgeführt. Die Gewinnung der olefinreichen Ausgangsgase erfolgte durch thermische

~~00002571~~
00002571

Spaltung von Braunkohle (Verfahren Dr. Fr. Winkler-Dr. Feiler)
oder durch thermische Spaltung von gasförmigen Methanhomologen
(Kogase der C-Hydrierung) in Cowpern. Die abgetrennten Olefine
werden zusammen mit einem bei der C-Hydrierung anfallenden Öl-
destillat unter Einwirkung von Aluminiumchlorid zu Schmierölen
polymerisiert. (Dr. Ester).

*Feiler**FW*

~~89201930~~

A n h a n g :

Verzeichnis von Arbeiten über Abtrennung gasförmiger Kohlen-
wasserstoffe aus Gasgemischen durch Wäsche mit Flüssigkeiten.

(Eigene Patente und Anmeldungen, Berichte der Werke Oppau
und Ludwigshafen, Zusammenstellung bereits patentierter
Verfahren.)

Neuere Patente und Anmeldungen über Abtrennung von gasförmigen Kohlenwasserstoffen und Begleitgasen durch Wäsche mit Flüssigkeiten.

Patent-Nr.	O.S.-No.	Patent	Inhalt	Bearbeiter
12.12.28	14625	A.P. 1.795.549 (12.12.28, 10.5.31) E.P. 303.323 F.P. 669.338 Ital.P. 276.438 Belg.P. 558.069 Can.P. 295.756	Abtrennung von Butadien-Kohlenwasserstoffen aus Gasgemischen durch Behandlung mit CuI , Hg od. HgI -Salzen, zweckmäßig in Lösung u. Zerstörung der entstandenen Additionsverbindungen unter Gewinnung der Diolefine.	Feiler
26.12.28	5321	zurückgezogen	Trennung von gasförmigen Kohlenwasserstoffen durch Ölsäure in Stufen.	Feiler/Weigmann
26.12.28	5327	zurückgezogen	Abtrennung von gasförmigen Kohlenwasserstoffen aus Gemischen durch Wäsche mit Kreskolen.	Feiler/Weigmann
18.1.33	5810	F.P. 552.742 (18.1.33) E.P. 492.503	Trennung von Propylen u. Äthylen durch Auswaschen des Propylens mit verflüssigten, bei gewöhnlicher Temp. u. gewöhnlichem Druck gas- od. dampfförmigen Stoffen.	Feiler
18.1.33	5812	F.P. 552.742 (28.1.33) E.P. 492.503	Abtrennung von Propan u./od. Äthylen von anderen gasförmigen Kohlenwasserstoffen durch Auswaschen mit verflüssigten bei gewöhnlicher Temp. u. gewöhnlichem Druck gas- od. dampfförmigen halogenierten Kohlenwasserstoffen.	Feiler
26.12.28	11159		Abscheidung schwacher gasförmiger Säuren z.B. CO_2 , H_2S u. SO_2 aus Gasgemischen durch Wäsche mit flüssigen Ketonen.	Feiler
26.12.28	11170		Abscheidung schwacher gasförmiger Säuren z.B. CO_2 , H_2S u. SO_2 durch Wäsche mit flüssigen Carbonsäuren, ihrer Anhydride oder Ester.	Feiler

00002574

Eigene Patente und Anmeldungen über Abtrennung von gasförmigen
Kohlenwasserstoffen und Begleitgasen durch Wäsche mit Flüssigkeiten.

Anmeldungs- datum	O. S. No.	Patent	Inhalt	Bearbeiter
1. 12. 36	11171		Abcheidung schwacher gasförmiger Säuren z.B. CO_2 , H_2S und SO_2 durch Wäsche mit flüssigen Säureamiden od. -nitriden.	Feiler

00002575

Berichte I. G. Farben Werke Ludwigshafen und Oppau

Über Abtrennung gasförmiger Kohlenwasserstoffe durch Wäsche mit Flüssigkeiten.

Datum	Titel	Bearbeiter
12. 12. 26	Über die Löslichkeit des Methans. (Bericht Ammonlab. No. 538)	Kuss u. Thiele
14. 1. 27	Löslichkeit von Äthylen u. Methan in verschiedenen Flüssigkeiten bei Atmosphärendruck. (Bericht der Indigobabt. No. 439)	Labhardt u. Retschy
14. 1. 27	Über die Entfernung von Methan aus CH_4 -haltigen Gasgemischen durch Auswaschen mit Lösungsmitteln. (Bericht Ammonlab. No. 589)	Schiller u. Scheuermann
15. 4. 27	Trennung von Methan u. Wasserstoff in Gasgemischen. (Bericht Ammonlab. No. 607)	Kuß, Ritter u. Ufer
19. 10. 27	Lösungsvermögen von Acetylen in verschiedenen organischen Flüssigkeiten. (Bericht d. Estrichskontrolle Op. No. 252)	Schilling
7. 12. 29	Auswaschen von Methan aus Gasen mit flüssigem NH_3 . (Mitt. d. Ammonlab. No. 451)	Feunecke
1. 2. 27	Die Löslichkeit gasförmiger Kohlenwasserstoffe in organischen Flüssigkeiten. (Bericht der Stickstoffabt.)	Feiler
3. 7. 28	Herstellung von konzentrierten gasförmigen Olefinen (insbes. von Äthylen) aus gasförmigen od. verdampfbaren Paraffinkohlenwasserstoffen. (Bericht der Stickstoffabt.)	Häuber u. Hirschbeck
1. 2. 27	Die Löslichkeit von Kohlensäure, Schwefeldioxyd u. Schwefelwasserstoff in organ. Flüssigkeiten. (Bericht der Stickstoffabt.)	Feiler

Patente über Abtrennung gasförmiger Kohlenwasserstoffe aus
Lösungen durch Wäsche mit Flüssigkeiten.

(Bei Patenterteilungen in mehreren Staaten ist nur das Patent eines
Staates angegeben.)

a) organische Lösungsmittel.

Datum	Patent No.	Firma	Inhalt
18. 3. 37	D.R.P. 338 776	Hoppe Nat. Gas Co.	Gedrehte Gewinnung von Propan Ethan aus Gasen mit Naphtha als Lösungsmittel.
20. 1. 37	A.V. 1 622 184	Union Carbide Corp. (Gruen)	Auswaschen von Ethylen mit Aceton unter Druck im Gegenstrom.
10. 1. 37	D.R.P. 345 500	Carbid and Carbon Chem. Co. (Elmer)	Abtrennen von Olefinen mit Naphtha (Traskel).
10. 1. 37	D.R.P. 322 182	Union Carbide Corp. (Gruen)	Abtrennung von Kohlenwasserstoffen fraktionierte Entgasung des Lösungsmittels.
10. 1. 37	D.R.P. 342 471	Gelsenkirchener Bergwerke A.G.	Auswaschen von schweren Kohlen- wasserstoffen mit Aceton oder Lösungen Aceton + Wasser.
10. 1. 37	D.R.P. 350 711	Gelsenkirchener Bergwerke A.G.	Auswaschen von schweren Kohlen- wasserstoffen mittels Tetralin, Schwerbenzin, Dichloräthylen.
10. 1. 37	D.R.P. 304 700	Dreese u. Blochot	Auswaschen mit ausgemischten Lösungen (Kohlensäure + organische Lösungsmittel).
10. 1. 37	D.R.P. 341 698	Stollberg	Kohlendioxid als Lösungsmittel für Acetylen.
10. 1. 37	D.R.P. 342 825	I.G. Farben- Industrie	Auswaschung mit flüssigen und gelösen Triarylsphosphaten.
10. 1. 37	D.R.P. 334 821	I.G. Farben A.G.	Extraktion gasförmiger Kohlen- wasserstoffe mit bei der Hydrie- rung von Kohlenstoffigen Stoffen anzuwendenden Lösungsmitteln.

Technische Waschflüssigkeiten.

	Patent No.	Firma	Inhalt
30.11.27	D.R.P. 555-555	Proco	Abtrennen von Acetylen aus methan- haltigen Gasgemischen mit Aceten unter Druck.
30.11.27	D.R.P. 555 737	F.G. Farben Höchst	Auswaschen von Acetylen mit Acetonäther.
30.11.27	D.R.P. 557 896	Linde	Entfernung von Diolefinen aus Koks- ofengasen auf chemischem Weg oder Waschöl.
30.11.27	D.R.P. 557 897	F.G. Farben Ind.	Auswaschen von Acetylen mit O- haltigen organischen Verbindungen außer Kohlendioxyd.
30.11.27	D.R.P. 557 898	Ind. Chem. Ind.	Auswaschen von Acetylen mit be- grenzter Menge Lösungsmittel z.B. Glycoläther.
30.11.27	D.R.P. 557 120	F.G. Ind. (Stadler u. Schilling)	Auswaschen von ungesättigten Kohlenwasserstoffen, insbesondere von Acetylen mittels verflüssigten Gases als Waschflüssigkeit.
30.11.27	D.R.P. 558 835	The Continent Petroleum Corp. (Sonnet)	Isolierung von Olefinen aus Koks- gasen durch Wasche mit Diäthyl- äther, Isylalkohol und Diisopropyläther.
30.11.27	D.R.P. 558 842	F.G. Ind. (Sollert)	Abtrennung von C ₂ u. C ₃ -Kohlen- wasserstoffen aus niedrigeren Homologen durch Wasche mit ver- flüssigten, normalerweise gas- förmigen halogenierten Kohlen- wasserstoffen.
30.11.27	D.R.P. 558 843	F.G. Ind. (Hoyeditz, Klein, Speyerer)	Abtrennung von Olefinen insbeson- dere Acetylen aus Gasgemischen durch Wasche mit verflüssigten, normalerweise gasförmigen Kohlen- wasserstoffen.

~~00002578~~

25

Verfahren zur Abtrennung gasförmiger Kohlenwasserstoffe aus Gasgemischen.

Verfahren mit Cu^{II} , Hg und Hg^{I} Lösungen.

Patent-Nr.	Firma	Inhalt
1.155.541	Union Carbide Corp. (Curas)	Auswaschen von Äthylen mittels Hg -Lösungen.
1.333.435	E.I. du Pont de Nemours & Co.	Auswaschen von Äthylen mittels Hg -Salzlösungen.
1.400.895	I.G. Dy. (Anthracen)	Abtrennen von Äthylen u. Homologen aus Gasen, welche gesättigte Kohlenwasserstoffe enthalten mit Cu^{II} -Lösungen unter Druck. Bei Anwesenheit von CO wird dieses vorher ab, nachher umdiert in CO_2 .
1.555.767	E.I. du Pont de Nemours & Co.	Abtrennen von Äthylen mit Hg - od. Cu -Salzen in schwefelsaurer Lösung.
1.593.166	Synthetic America u. Nitrotes	Trennung von CO u. Äthylengemischen mittels AgNO_3 -Lösungen bei erhöhtem oder erhöhtem Druck.
1.613.372	Imp. Chem. Ind.	Trennen von C_2H_4 und CO mit salpetersaurer AgNO_3 -Lösung.
1.795.549	I.G. Dy. (Fettler)	Abtrennung von Diolefinen mittels Cu^{I} , Hg und Hg^{I} Salzen, insbesondere Lösungen.
2.001.814	Esso Refining Co.	Abtrennung von CO und Olefinen mit neutralen Cu -Lösungen unter Zusatz von Reduktionsmitteln.
2.011.479	Standard Alcohol Corp. (Drechsler)	Abtrennung von verflüssigten Diolefinen mittels wässriger Suspension von Cu^{I} .

Patentschriften und Patente über Abtrennung von Olefinen mittels
Ammonium- und Kupf-Lösungen

(Das Patent in mehreren Ländern ist nur Patent eines Landes angegeben).

Patent-Nr.	Firma	Inhalt
1005 530	Joseph A. Stanley	Entfernen von Olefinen mittels Lösungen von CuI -Salz in wässrigen Oxalylchloridlösungen. Acetylen wird hierbei abgetrennt.
1077 047	Société Industrielle Chimique (Paris u. Frankfurt)	Abtrennung von Olefinen aus Gasgemischen, insbesondere Methan-Kohlenwasserstoffen über zersetzbare CuI , Hg , PoI Additionsverbindungen in Lösung in Kombination mit einem mit Wasser nicht mischbaren Lösungsmittel.
1095 242	I.G. IG (Frankfurt)	Flüssige Kohlenwasserstoffe aus paraff. u. olef. Gasen: Olefinabtrennung durch ammon. CuI -Lösungsmische, Spaltung über Paraffin-Kohlenwasserstoffe und gemeinsame Polymerisation.
1095 550	I.G. IG (Frankfurt)	Anreicherung von Olefinen aus Gasgemischen durch ammon. CuI -Lösungsmische. Stufenweise Entsorgung der Lauge, NH_3 Regeneration, Abtrennung der höheren Olefine vor Zäsehe.
		Siehe ferner O. 2. 10 222; 10 357 und 10 358 (Stiller, Hübner, Hirschbach)

Misc.
30/402

~~000000~~
Bag Target
3043 - 0/4.02

Vertraulich

00002580

653

Bahr u. Kolb.

*Alkylbenzole, Eigenschaften und ihre
Verwendung als Klopfverbesserer
und Sicherheitskraftstoffe.*

Zurück an Referate-Büro

~~00001933~~
Es besteht Veranlassung, auf die **Rund-
schreiben der Werksleitung** vom 21. 5. 31 u.
13. 7. 31 betr. Spionageabwehr hinzuweisen und
insbesondere darauf aufmerksam zu machen, daß

Berichte

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

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

3287-3M-386

00002581

get

4.02

rate-Büro

~~00001350~~

00002582

Alkylbenzole

Darstellung, Eigenschaften und ihre Verwendung
als Klopffwertverbesserer und Sicherheitskraftstoffe.

Leuna Werke, d. 24. März 1939.

Dr. Bähr/Dr. Kolb.

Bag Target
3 048 -30/4.02

Herrn Dir.Dr. Schneider,
Herrn Dir.Dr. Bütetisch,
Herrn Dir.Dr. Pier,
Herrn Dir.Dr. v. Staden,
Herrn Dr. Schunck,
Herrn Dr. Herold,
Herrn Dr. Bähr,
A.W.P.
Berichtesammlung 3 x,
Herrn Dr. Kolb.

00002583

~~00001991~~

Leuna Werke, den 24. März 1939

AlkylbenzoleDarstellung, Eigenschaften und ihre Verwendung
als Klopfwertverbesserer und Sicherheitskraftstoffe.

Die Literatur beschreibt zahlreiche Alkylbenzole,¹⁾ auch ihr motorisches Verhalten ist schon Gegenstand von Untersuchungen geworden.²⁾ Bekannt ist beispielsweise die Überlegenheit des Toluols und der Xylole gegenüber dem Benzol hinsichtlich Klopfwert und Verhalten in der Kiste. Diese Vorteile zeigen die mit C_2 , C_3 oder C_4 -alkylen substituierten Benzole in gleichem oder erhöhtem Maße.²⁾ Die mehrfach substituierten Alkylbenzole deren Gesamtalkylgruppen über C_5 hinausgehen siedeten bereits außerhalb des Benzinbereiches; sie wurden bisher als in Motorbrennstoffen nicht brauchbar angesehen.³⁾ Systematische Untersuchungen zeigten jedoch, daß auch diese ausnahmslos Klopfwerte über 100 haben und in Mischungen mit Benzinen geringeres Wärmerückgang aufweisen, als die unter 200° siedenden Alkylbenzole. Viele von ihnen sind in der Literatur noch nicht beschrieben; sie sind daher vorzugsweise Gegenstand dieses Berichtes.

1. Darstellung:

Sie wurden - soweit es sich um die Einführung von C_3 und C_4 Alkylgruppen handelte - allgemein dargestellt aus Benzol und dessen

¹⁾ Reilstein.

Brochet, Compt. rend. 117, 115 (1893); Slonina, Sowa u. Nieuwland, J. Amer. chem. Soc. 57 (1935), 1547; Ipatieff u. a. A.P. 2 067 764, J. Amer. chem. Soc. 58, 919, 1056 (1936); Mc. Kenna u. a., J. Amer. chem. Soc. 59, 470 (1937).

²⁾ Science of Petroleum Bd. IV, 3018, 3019.

³⁾ U.O.P. u. Gustav Egleff A.P. 2 010 948, 2 010 949.

Homologen durch drucklose Alkylierung mit Olefinen in Gegenwart von starker Schwefelsäure. Dieses an sich bekannte Verfahren ⁴⁾ läßt sich in den meisten Fällen so glatt und ohne sonderlich störende Nebenreaktionen durchführen, daß es sich lohnt noch einige systematische Untersuchungen zur Kenntnis dieses Alkylierungsverfahrens beizufügen.

Die Polymethyl- und Polyäthylbenzole wurden nach Friedel-Crafts mit Hilfe der Chloralkyle gewonnen ⁵⁾.

Die bisher bekannten Verfahren arbeiten mit konzentrierter Schwefelsäure zuweilen unter gleichzeitigem Zusatz von Borfluorid ⁶⁾, doch soll dieser Zusatz keine sonderlichen Vorteile bieten ⁷⁾.

In der Tat zeigt sich, daß die Schwefelsäurekonzentration nicht willkürlich geändert werden kann. Im allgemeinen kann, um Alkylierung zu erreichen, diejenige Mindestsäurekonzentration als Grenzkonzentration angesehen werden, bei der das betreffende Olefin von der Schwefelsäure noch genügend schnell absorbiert wird. Isobutylene wird also leichter als n-Butylene und Propylene aufgenommen, während für Äthylene die Schwefelsäure als alkylierendes Agens - gleich welcher Konzentration - bei druckloser Reaktion versagt. Die Alkylierung verläuft also über Alkylschwefelsäure als Zwischenstufe. Daß die Alkylierung bei niederen Säurekonzentrationen verhindernde Agens ist in erster Linie das Wasser, weniger der Gehalt an Alkylsulfaten und Halbestern der Schwefelsäure, wie die später anzuführenden Versuche über die Wiederverwendbarkeit der Säure ausweisen. (Tab. 5, 6, 7, Fig. 12)

4) Krämer u. Spilker, Ber. 23, 3169, 3269, (1890), Brochet, Compt. rend. 117, 115 (1893).

5) Die Polymethylbenzole wurden von Herrn Dr. Deiters hergestellt.

6) Glänina, Sowa u. Nieuwland, J. Amer. chem. Soc. 57, 1547 (1935)
Wanderly, Sowa u. Nieuwland, J. Amer. chem. Soc. 58, 1007 (1936)

7) Ipatieff u. a., J. Amer. chem. Soc. 58, 919 (1936).

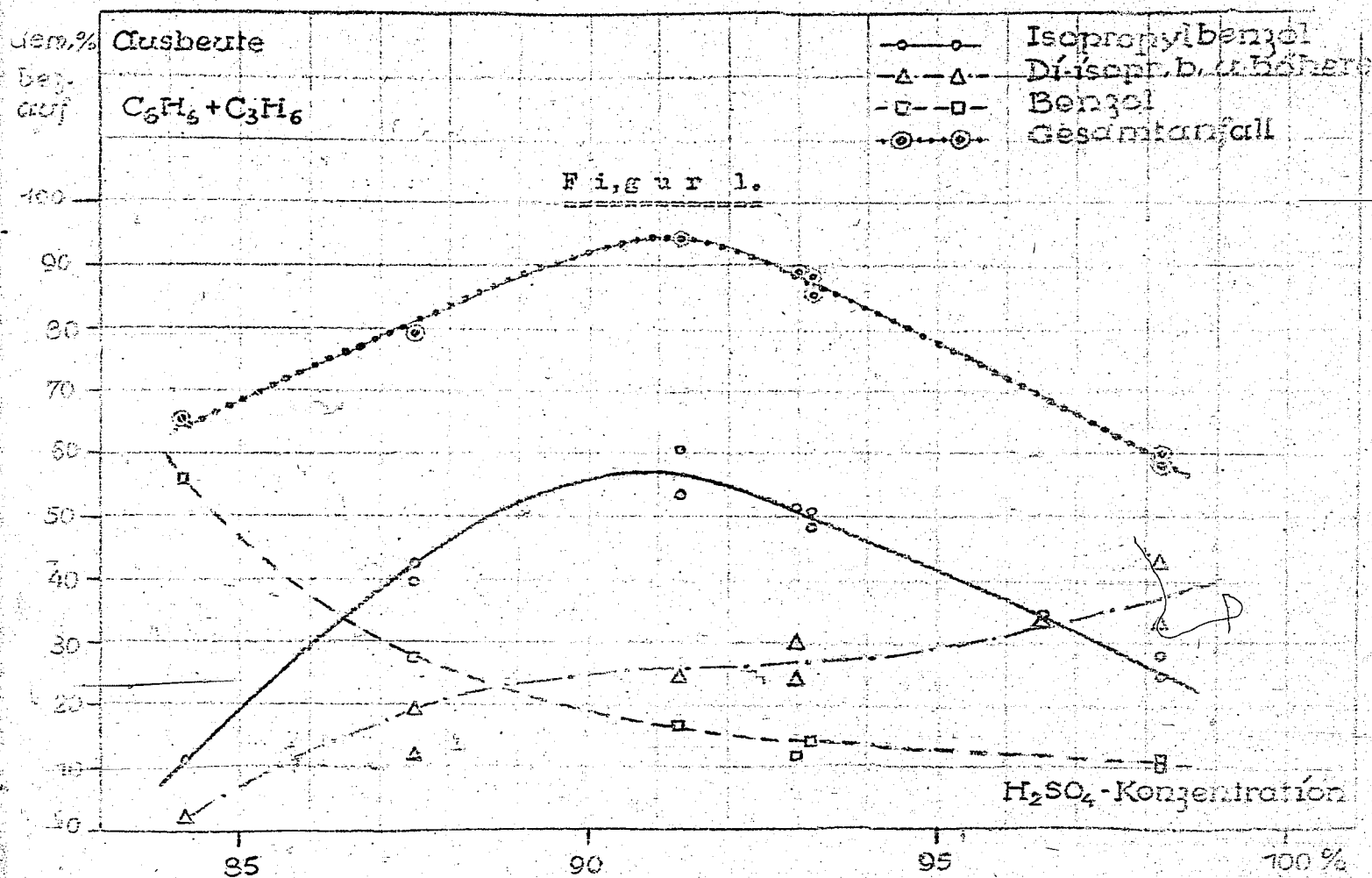
Systematische Versuche mit Benzol und Propylen zeigten, daß wenigstens für diesen Fall die Verwendung etwa 92 %iger Schwefelsäure am vorteilhaftesten ist (Tab. 1, Fig. 1). Höherkonzentrierte Säure verursacht Abfall der Ölausbeute, wahrscheinlich durch stärker in Erscheinung tretende Sulfurierungsreaktionen, dünnere Säure neigt zu Nebenreaktionen (Polymerisation der Olefine), kenntlich an der ansteigenden Jodzahl bei sinkendem Aromatengehalt im Reaktionsprodukt.

Tabelle 1.

Einfluß der H_2SO_4 -Konzentration auf die Reaktion $C_6H_6 + C_3H_6$.

Je 440 g Benzol (= 500 ccm) und 500 ccm Säure; Temp. 10^0 ; Dauer 6 Std

Säure- konstr.	Mol-% C_3H_6	A u s b e u t e n.										Verlust	
		Gesamtöl		H_2SO_4	Benzol		Isopropyl- benzol		Diprodukt u. höhere				
		g	%	g	g	%a.Th.	g	%a.Th.	g	%a.Th.	g	%a.Th.	
84,2	112	468	66	1015	383	54	72	10,5	10	1,5	245	34	
87,5	116	570	78	983	189	26,5	288	40,0	83	11,5	160	22	
91,3	94	632	95	943	117	17,5	364	54,5	152	23,0	32	5	
93,0	104	602	88,5	960	80	12	343	50,0	181	26,5	76	11,5	
93,2	100	568	88	930	92	13,5	327	48,0	180	26,5	79	12	
98,2	100	410	58	1143	72	10,5	182	27,0	137	20,5	289	42	



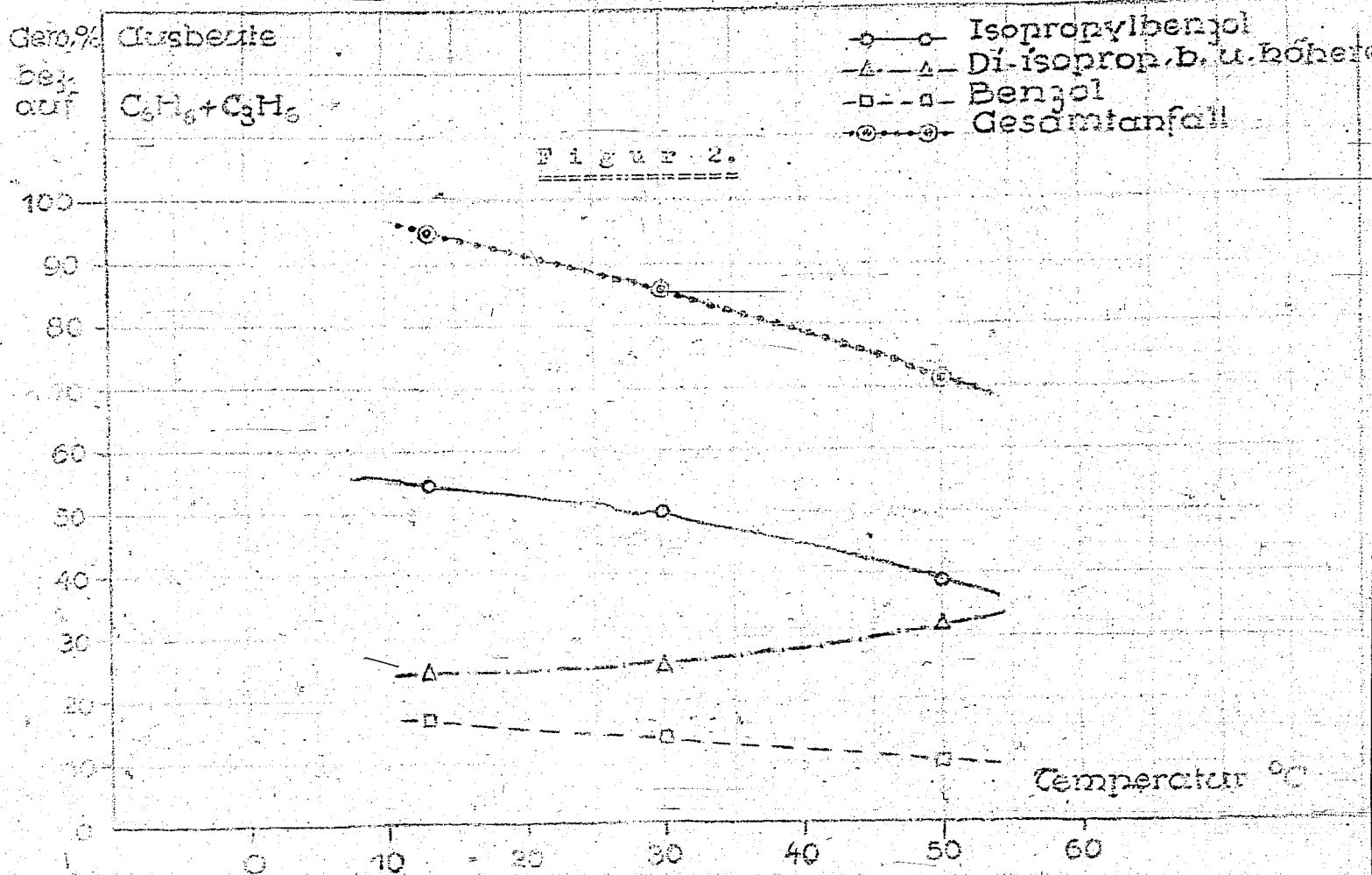
In Übereinstimmung mit der Literatur erweisen sich bei den Alkylierungen Temperaturen um 10 °C und tiefer als am vorteilhaftesten.

Tabelle 2.

Einfluß der Temperatur auf die Reaktion $C_6H_6 + C_3H_8$.

Je 440 g Benzol mit 910 g Säure (91,3 %); Dauer 6 Stunden.

Temp. °C.	Mol% C_3H_6	A u s b e u t e n.											
		Gesamtöl		H_2SO_4	Benzol		Isopropyl- benzol		Diprodukt u. höhere		Verlust		
		g	%	g	g	% Th.	g	% Th.	g	% Th.	g	% Th.	
20	94	632	95	943	117	17,5	364	54,5	152	23	32	5	
30	100	578	86	945	94	14	340	50	146	22	100	14	
50	98	488	72	1048	64	9,5	267	39,5	157	23	187	28	

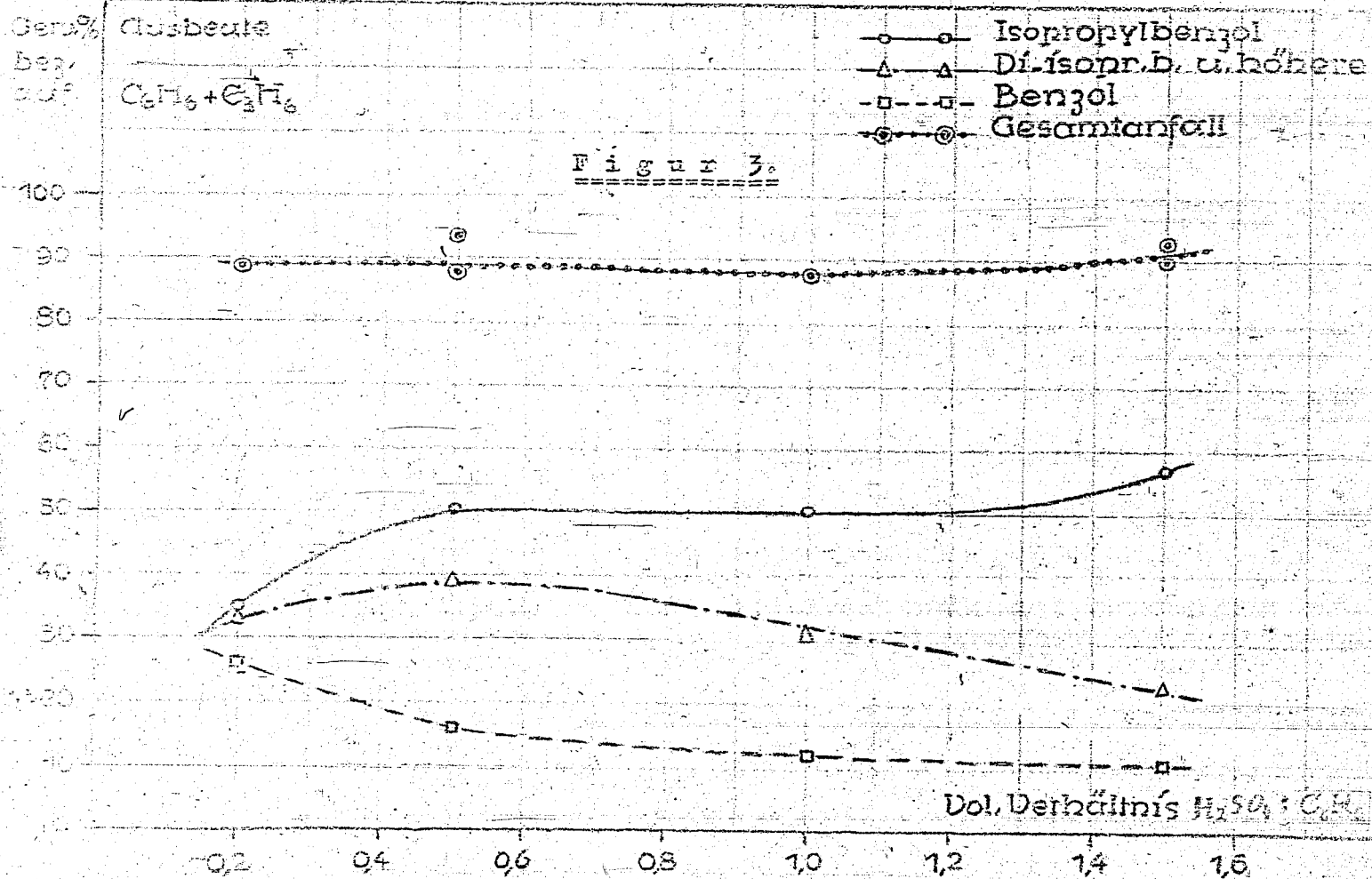


Der Einfluß der Säuremenge tritt unter sonst gleichen Bedingungen weniger in Erscheinung, doch kann aus Tab. 3 und Fig. 3 abgeleitet werden, daß größere Säuremengen besonders dann vorteilhaft sind, wenn die Bildung von Monoalkylprodukten beabsichtigt ist; außerdem verbraucht sich die Säure langsamer (siehe Wiederverwertung der Säure).

Tabelle 3.

Einfluß der Säuremenge auf die Reaktion $C_6H_6 + C_3H_8$.Je 440 g Benzol; 93 %ige Säure; Temp. $10^\circ C$; Dauer 6 Stunden.

H_2SO_4 Menge	Mol % C_3H_6	A n s a h e u e n.											
		Gesamtöl		H_2SO_4	Benzol		Isopropyl- benzol		Biprodukt u. höhere		Verlust		
		g	%	g	g	%a.Th.	g	%a.Th.	g	%a.Th.	g	%a.Th.	
102	110	630	89	204	178	25,5	237	33,5	214	30,5	76	10,5	
435	104	642	93	477	107	15,5	345	50	171	25	48	9,5	
512	100	598	88	950	90	12,5	349	51,5	160	23,5	79	11,5	
1355	100	610	90	1440	71	10,5	387	57	153	22,5	70	10,0	



2.) Anarbeitung und Beurteilung der Reaktionsprodukte.

Die Reaktionsgemische wurden getrennt in Säureschicht und Ölschicht. Die Säuremenge nimmt nach der Alkylierungsreaktion ~~zunehmend~~ mehr oder weniger zu, das spez. Gewicht nimmt ab. Die abgetrennten Ölschichten können nicht direkt der Weiterverarbeitung durch Destillation zugeführt werden. Sie enthalten - wie auch die Literatur bestätigt - mehr oder weniger Alkylsulfate und Sulfosäuren, die bei Erhitzung zu oft spontaner Zersetzung und Verkohlungen führen. Meist gibt das spez. Gewicht des unbehandelten Öles schon einen Anhaltspunkt über den Gehalt an solchen Körpern. Am besten werden die öligen Oberschichten entweder ~~durch~~ durch Waschen und Kochen mit Lauge unter Rückfluß, oder durch mehrmaliges Ausschütteln mit starker Schwefelsäure (etwa 85 %ig oder stärker) und nachfolgender Laugewaschung von den oben genannten Verbindungen befreit. Wie Tabelle 4 zeigt, kann der Gehalt an solchen sehr hoch sein.

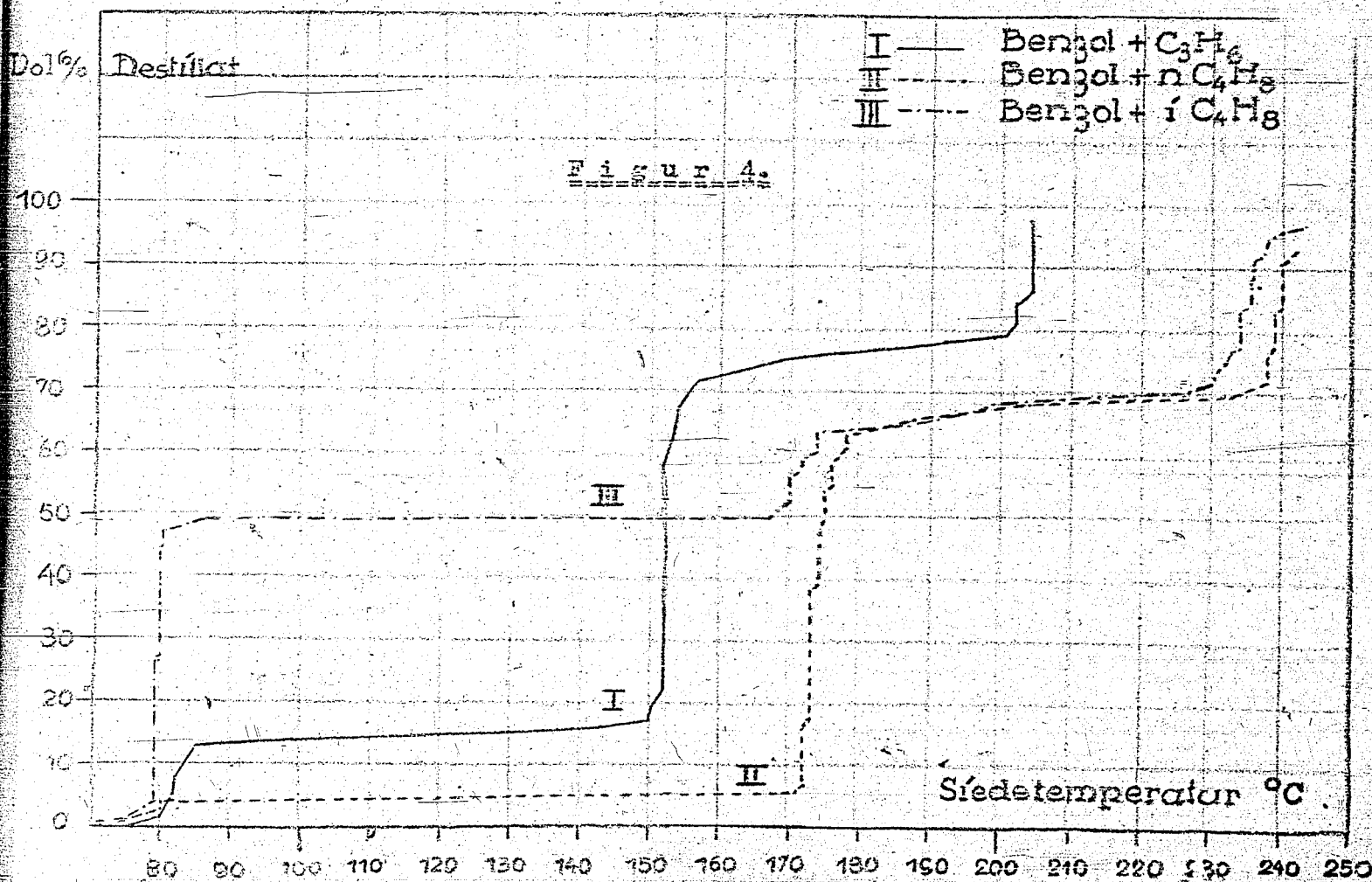
Die gewaschenen, säurefreien Öle wurden durch Fraktionierende Destillation in ihre Bestandteile zerlegt (für etwa unter 200° siedende in 1,5 m Raschig-Kolonne für die höhersiedenden in 0,75-1 m Raschig-Kolonne). Zur Beurteilung der einzelnen Alkylbenzole begnügten wir uns mit dem Herausschneiden einer innerhalb weniger Celsiusgrade siedenden Fraktion ohne anschließende Redestillation und legten dabei die in den Figuren 4 bis 12 gezeigten Siedekurven zu Grunde. Im Falle des Di-tert-Butylbenzols, das als fester, sehr gut kristallisierender Körper anfällt, gelingt die Trennung von öligen Begleitprodukten im Destillat leicht durch Abpressen und nötigenfalls Umkristallisieren. Auf eine Charakterisierung der Alkylbenzole durch Elementaranalyse wurde angesichts der verhältnismäßig geringen Unterschiede im H-Gehalt und der meist klaren Siedekurven verzichtet. Dagegen wurde in jedem Falle Olefin- und Aromatengehalt bestimmt, da auf diese

069000

~~SECRET~~

Bez.	G	Pers	S	Molfs	con	Longf	Commencement	Unveränd. Hom.	Disposn.	Home	Product
Benzol	640	C ₆ H ₆	228	94	500	92,2	632 95	- 2,5	27,3	54,5	23
"	440	n C ₆ H ₈	403	120	500	93,2	747 89,9	3,5	4	55	21
"	800	1 C ₆ H ₈	340	38	250	96,0	1140 93,5	-	46	10	23
Toluol	642	C ₇ H ₈	270	68,5	750	92,0	660 72	-	29,2	37	6
"	642	n C ₇ H ₈	396	100	300	96,0	875 94	3,7	0	47	22
"	642	1 C ₇ H ₈	392	96,5	500	92	835 81	5,7	0	37	6
Xylol	2120	C ₈ H ₁₀	861	103	500	92	1700 57	11	22	22	10
"	3180	n C ₈ H ₁₀	2325	150	750	96	3700 65	9,2	11	25	23
"	3180	1 C ₈ H ₁₀	2508	148	750	96	4950 87	16,4	17	44	26
Amylbenzol	530	C ₉ H ₁₂	215	101	600	92	605 81,0	3,4	11,5	47	22,5
"	530	n C ₉ H ₁₂	295	105,5	600	92	665 80,5	3,2	7	52	21,5
"	530	1 C ₉ H ₁₂	280	100	600	92	710 87,5	4,4	13	54	20,7
Isoamyl- benzol	840	C ₁₀ H ₁₆	580	140	300	96	1155 30	-	22	55	5
"	840	n C ₁₀ H ₁₆	798	102	300	96	1030 83	1,8	16	46	16
"	720	1 C ₁₀ H ₁₆	335	100	500	92	960 91	1,5	13,5	64	13,5
Methylisopro- pylbenzol	402	C ₁₁ H ₁₈	143	113	200	96	395 72	-	21	28	23,0
"	670	1 C ₁₁ H ₁₈	306	109	300	96	632 64,5	-	19	39	16,5
Ethyl- benzol	603	C ₁₀ H ₁₄	190	100,5	700	92	510 64,5	8,7	13	35,5	16,0
"	603	n C ₁₀ H ₁₄	251	99,5	700	92	550 64,5	7,1	6,5	40,0	18
"	603	1 C ₁₀ H ₁₄	265	105	700	92	690 79,5	9,8	20	24	35
Nitropro- pylbenzol	810	C ₁₁ H ₁₆	345	164	500	92	905 78	6,6	27	35	9

Weise die Eindeutigkeit des Reaktionsablaufs am besten überwacht werden konnte. (Bei 0 % Olefin- und 100 % Aromatengehalt ist die Alkylierung von keiner Eigenpolymerisation des Olefins begleitet). Soweit die dargestellten Alkylbenzole schon bekannt waren, stimmten Siedepunkt, spez. Gewicht, Schmelzpunkt und Brechungsindex mit denen der Literatur praktisch überein. Die Stellung der Alkylgruppen im Benzolring wurde nicht näher erforscht, doch scheint bei Disubstitutionsprodukten die Parastellung die bevorzugte zu sein. Zahlreicher und übereinstimmenden Literaturangaben zufolge wurde vorausgesetzt, daß die Addition des Propylens in jedem Falle zum Isopropyl-, die des n-Butylens zum sek-Butyl- und die des i-Butylens zum tert-Butyl-derivat führt. Die Olefine addieren also - wie einzusehen ist - am sekundären bzw. tertiären C-Atom.



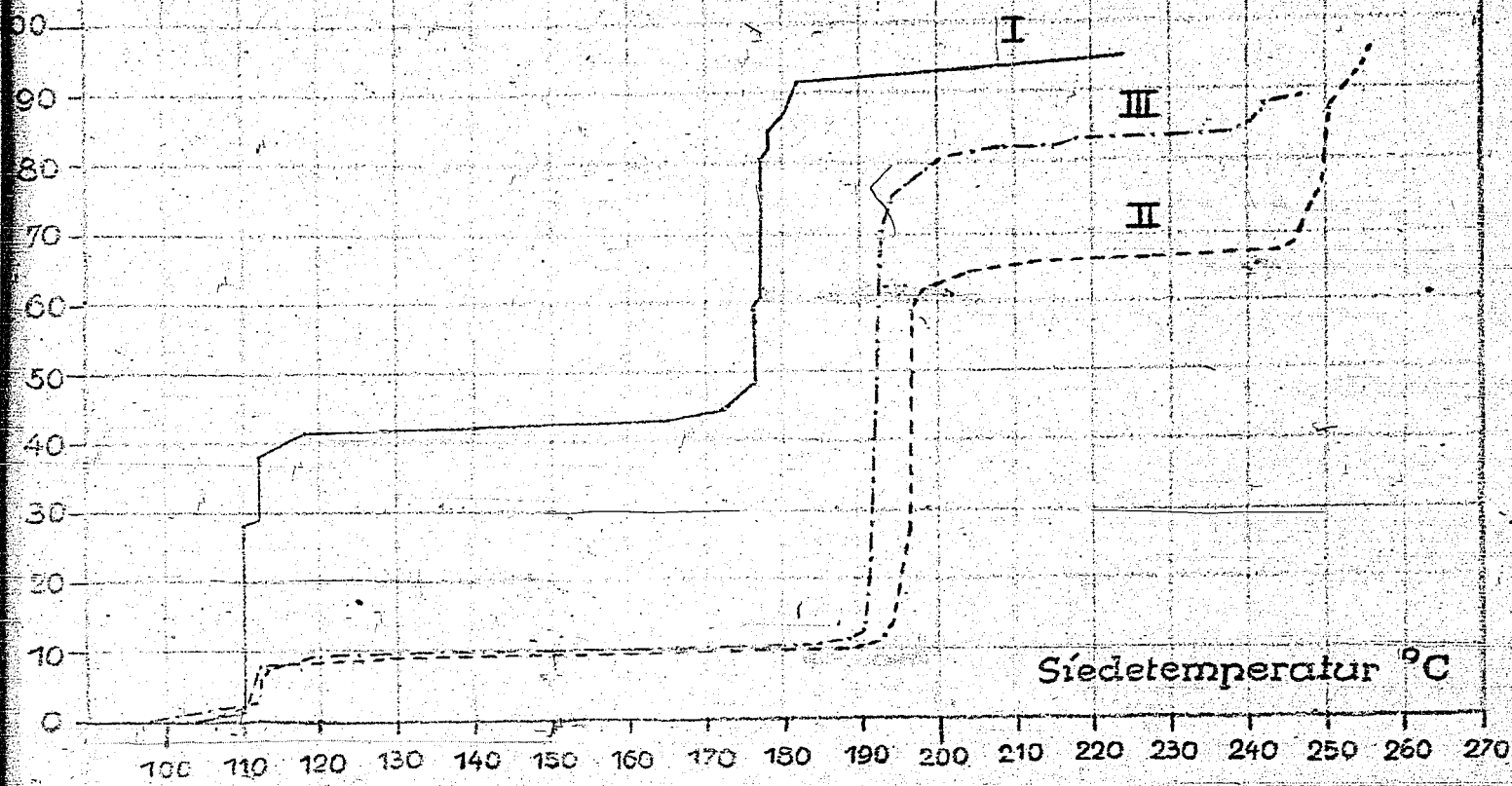
00002592

00001538

1% Destillat

Figur 5.

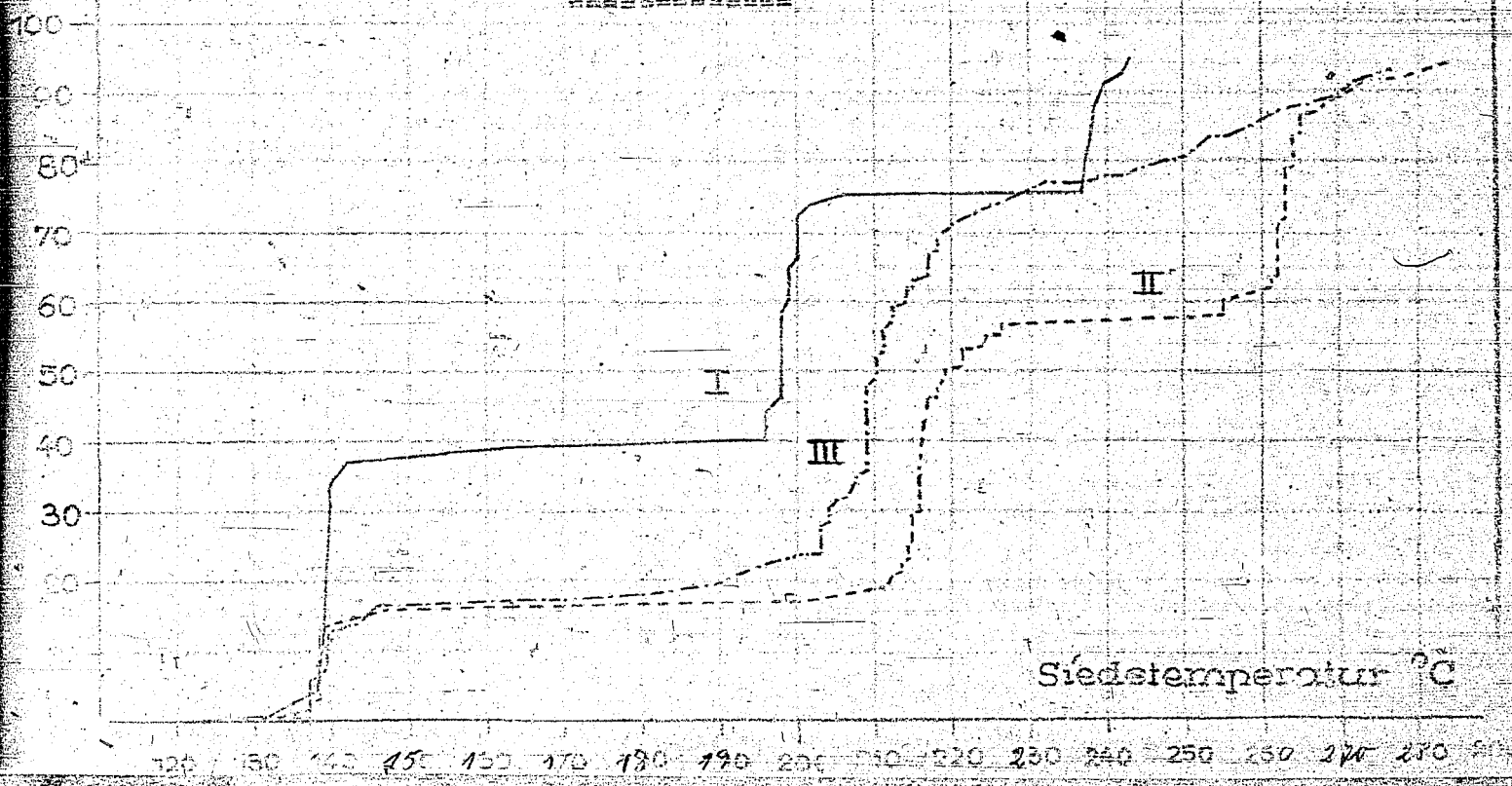
- I — Toluol + C_3H_6
- II — Toluol + nC_4H_{10}
- III — Toluol + iC_4H_{10}

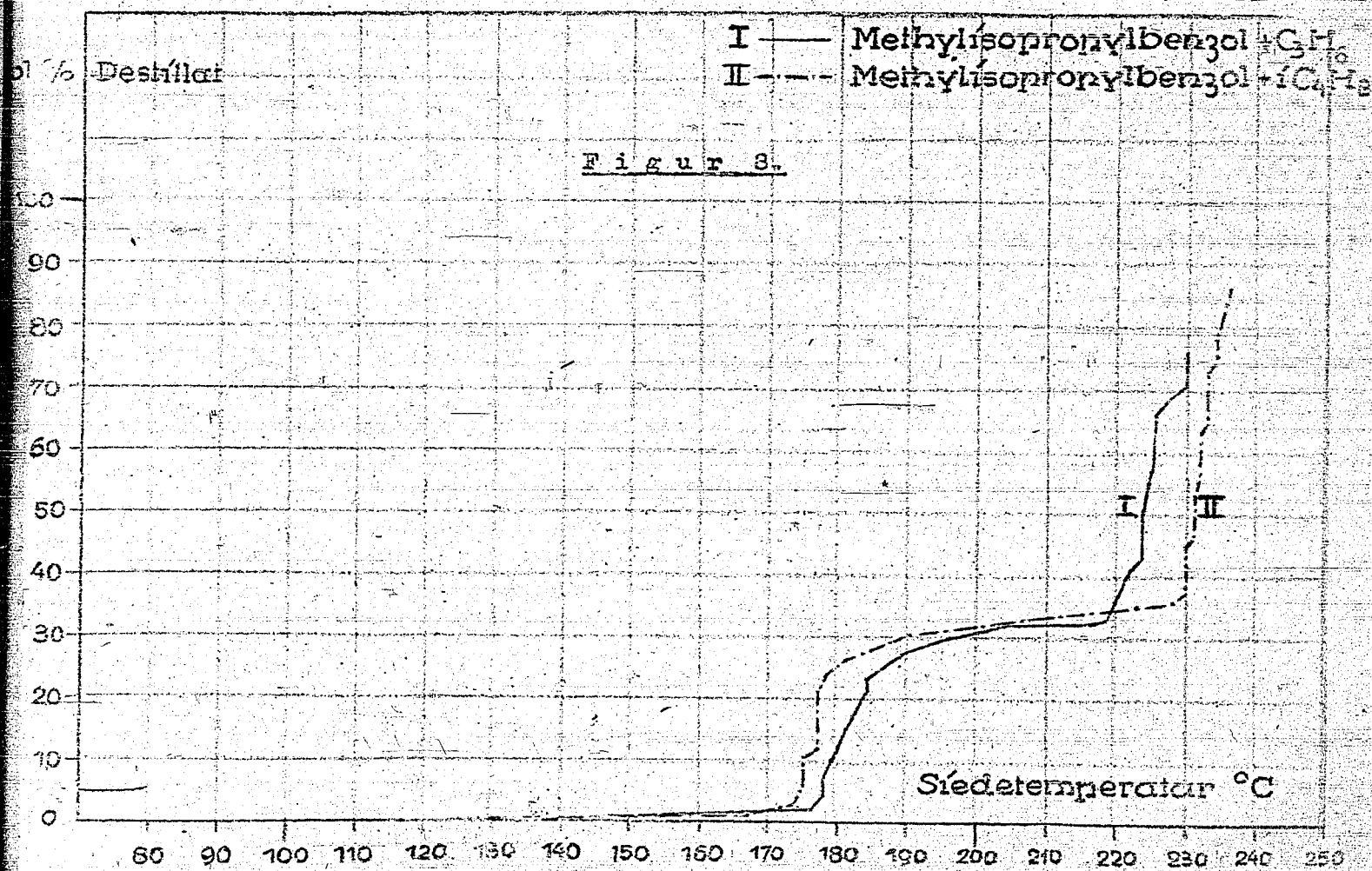
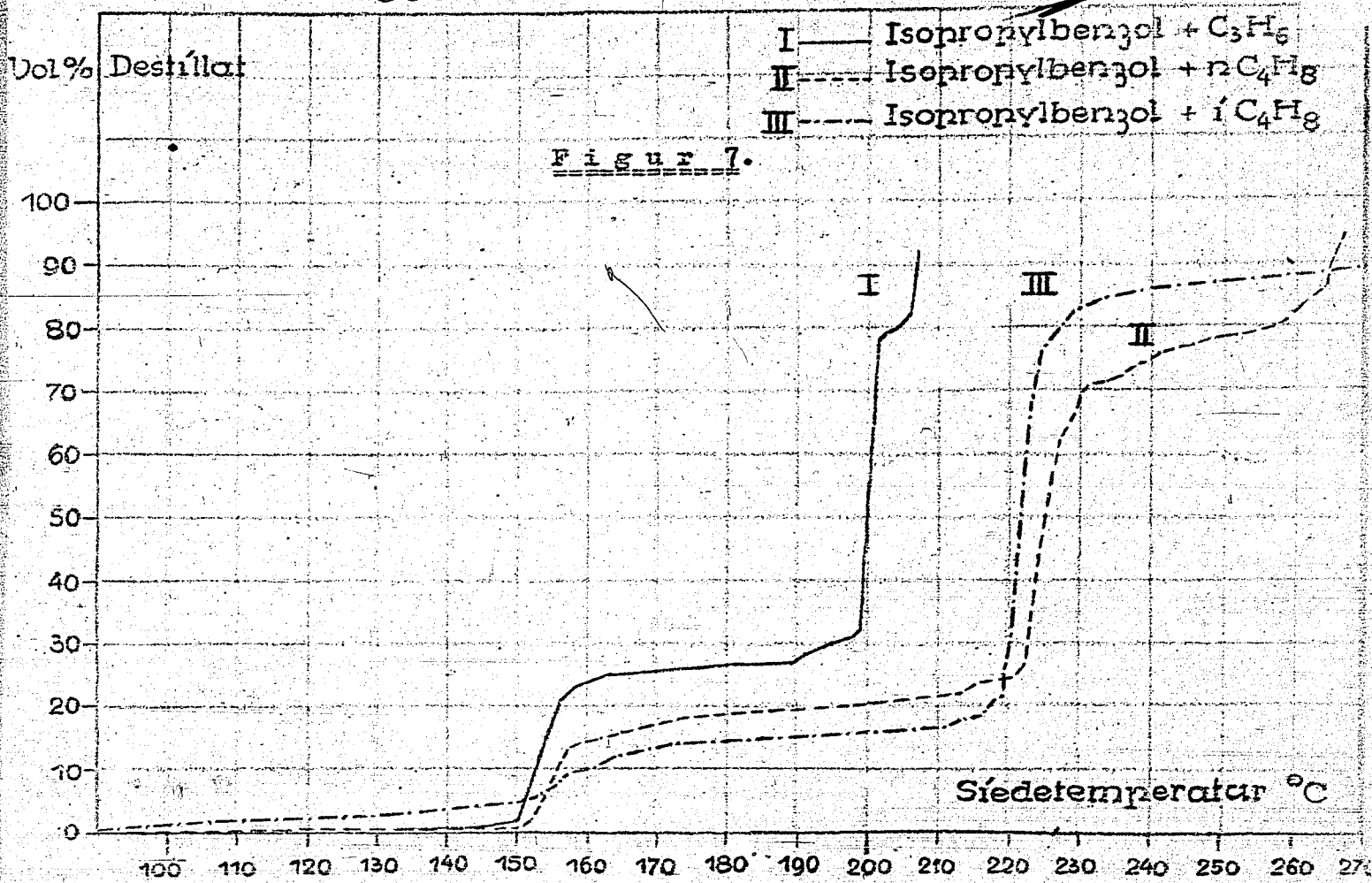


1% Destillat

Figur 6.

- I — Xylol + C_3H_6
- II — Xylol + nC_4H_{10}
- III — Xylol + iC_4H_{10}

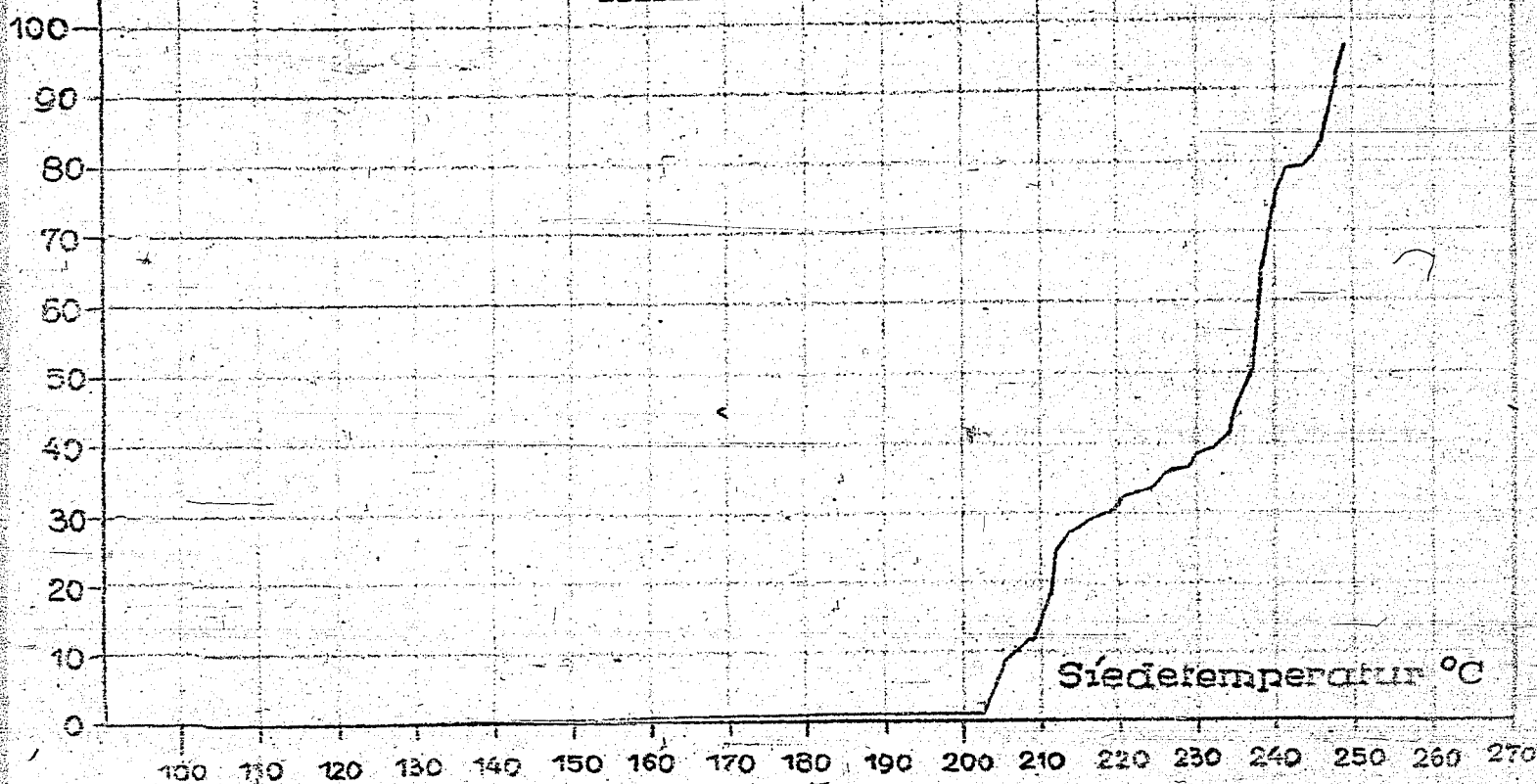




00002594 11 -

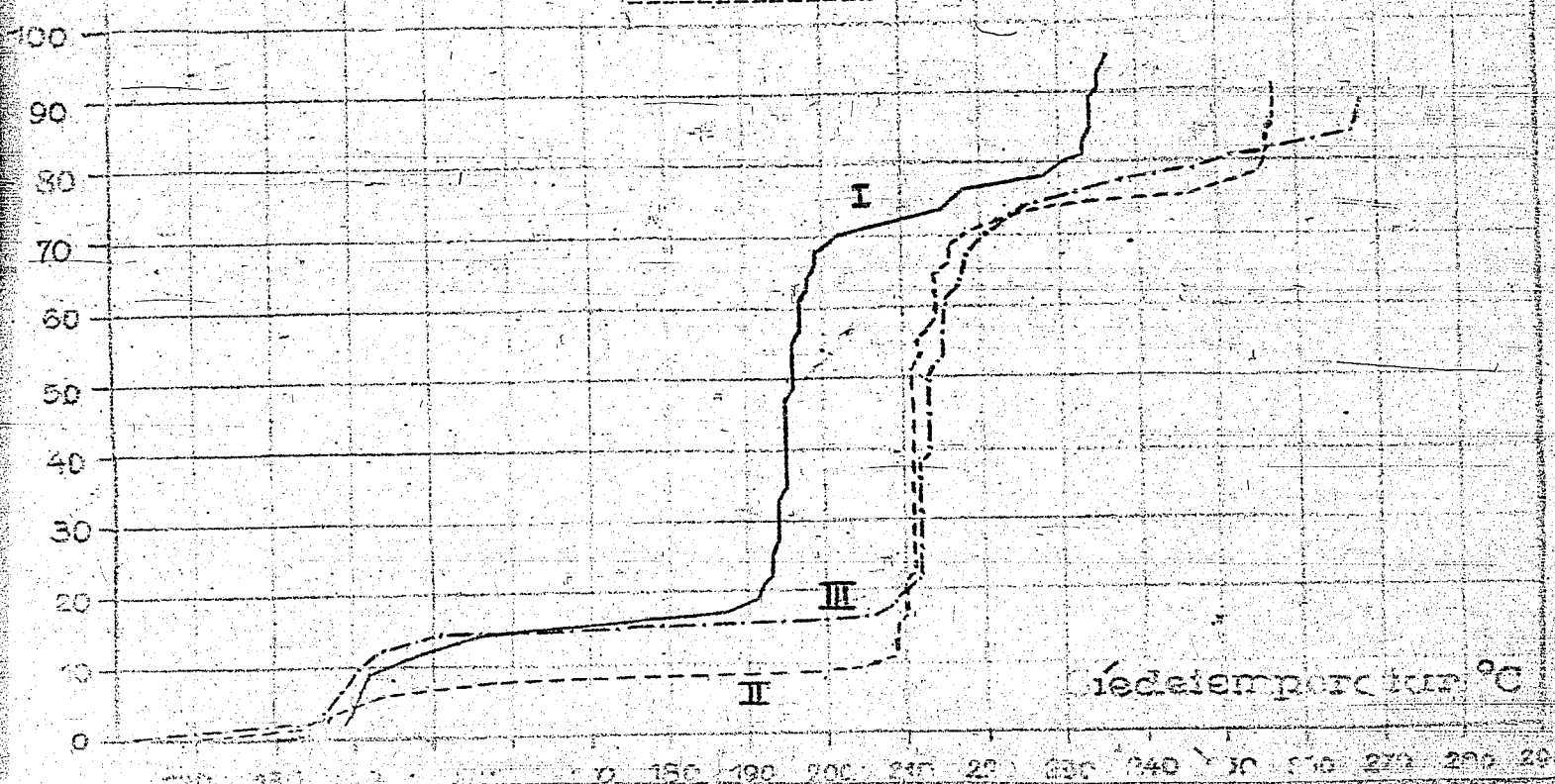
~~00002593~~~~00002590~~

100% Destillat

Di-Isopropylbenzol + C_3H_8 Figur 9.

100% Destillat

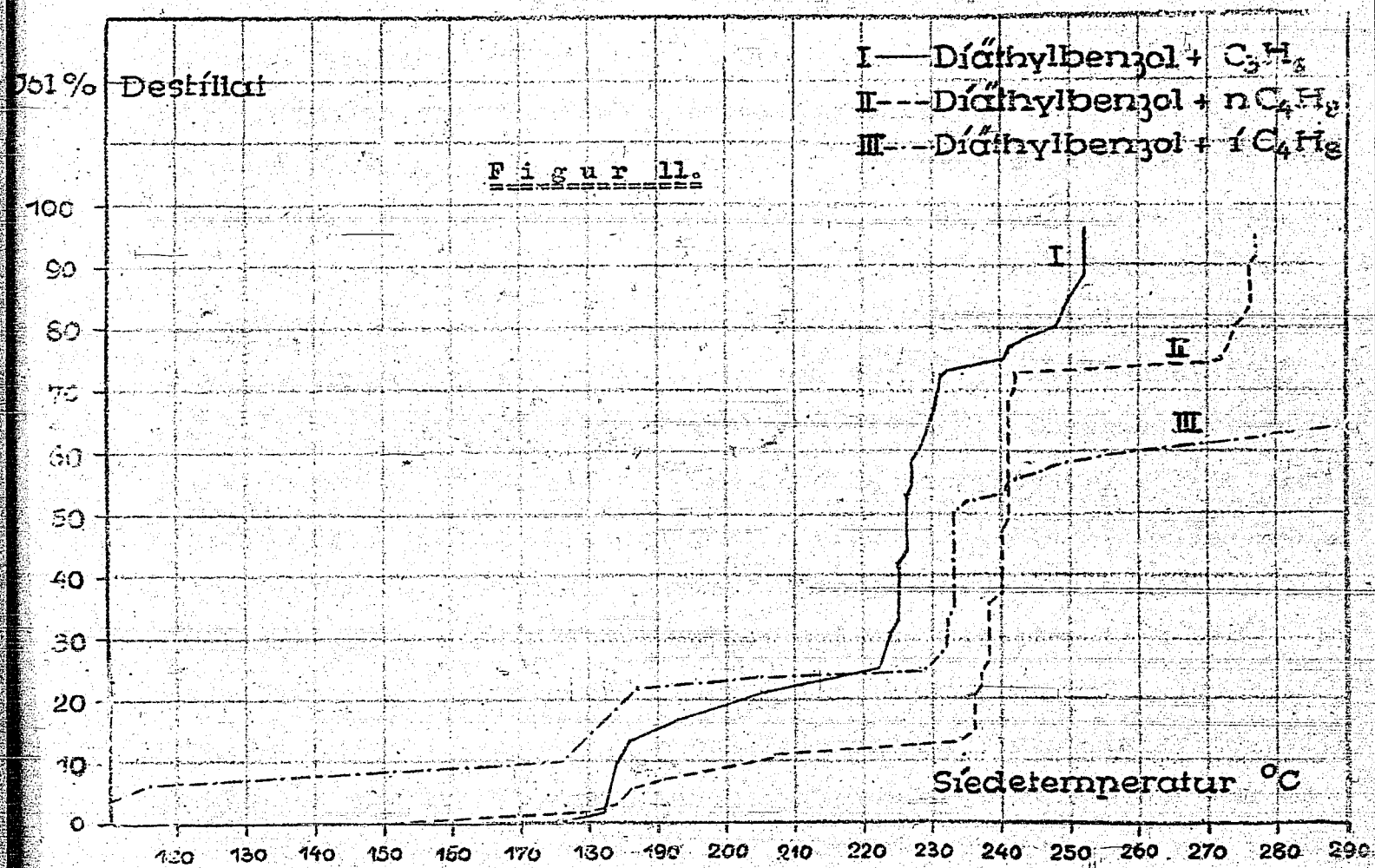
I — Äthylbenzol + C_3H_8
 II — Äthylbenzol + nC_4H_{10}
 III — Äthylbenzol + iC_4H_{10}

Figur 10.

~~00002595~~

- 12 -

00002595



3. Ergebnisse:

Die Alkylierung mit Olefinen liefert - selbst wenn nur mit 100 Mol % oder weniger Olefin durchgeführt - in jedem Falle Gemische von unverändertem Kohlenwasserstoff, Mono- und höheralkylierten Benzolen, in welcher letzteren die Diprodukte vorherrschen.

Die bevorzugte Bildung des einen oder anderen ist unter sonst gleichen Versuchsbedingungen bei den verschiedenen Olefinen und Aromaten recht unterschiedlich. Überwiegt beispielsweise bei der Reaktion Benzol + Propylen und Benzol + n-Butylen die Ausbeute an Monoalkylderivat die des Diproduktes erheblich, so liegen die Verhältnisse bei der Reaktion Benzol + i-Butylen ganz anders. Hier geht der Anlagerung des Olefins im größeren Umfang die Dimerisierung des Isobutylen voraus, das - wenn auch unter Zerfall - mit Benzol sich zum Dialkylprodukt umsetzt. (Tabelle 4, Fig. 4). Dagegen bevorzugen die Reaktionen Toluol + i-Butylen und Isopropylbenzol + i-Butylen augenfällig die Monoalkylierung. (Tabelle 4, Figuren 5 u. 7). Die letztgenannte Reaktion führt zum Isopropyl-tert-Butylbenzol in erstaunlich glatter Reaktion, weniger gut die Reaktion tert-Butylbenzol + Propylen. Xylol gibt mit Propylen, n-Butylen und i-Butylen vorwiegend Monoalkylderivate; bei letzterem ist die Dialkylfraktion vollkommen verwaschen - ein Zeichen für umfangreiche Nebenreaktionen. Auch die Alkylierung des Äthylbenzols gibt durchweg und vorzugsweise Monosubstitutionsprodukte, die des Diäthylbenzols jedoch nur im Falle des Propylen und n-Butylen, beim Isobutylen tritt reine Polymerisation in solchem Umfange auf, daß schon 10 % unterhalb des normalen Siedebereichs siedend (d.h. niedriger Siedepunkt als Diäthylbenzol) und wenig Monoalkylprodukt und kein Dialkylprodukt entsteht; etwa 35 % sind hochsiedende Polymere ohne definierten Siedepunkt.

4. Ausbeuten:

Wie die Tabellen 1-4 zeigen, kann bei der Alkylierung des Benzols unter optimalen Verhältnissen mit über 90 % der Theorie Ausbeute gerechnet werden. Die Alkylierung der Benzolhomologen ergab meist geringere Ausbeuten, was insbesondere beim Xylol zutrifft, wo die Olefinverluste durch Nebenreaktionen besonders groß werden. Die angegebenen Ausbeuten sind in diesen Fällen wahrscheinlich keine maximalen; es zeigte sich nämlich, - insbesondere bei Weiteralkylierungen von aus früheren Versuchen stammenden Alkylbenzolen - daß die Olefine vielfach schwerer aufgenommen werden. Diesem Nachteil müßte man durch entsprechende Änderungen der Versuchsbedingungen, wie Zeitdauer der Olefineinleitung und Änderung der Säuremenge und Konzentration weitgehend begegnen können.

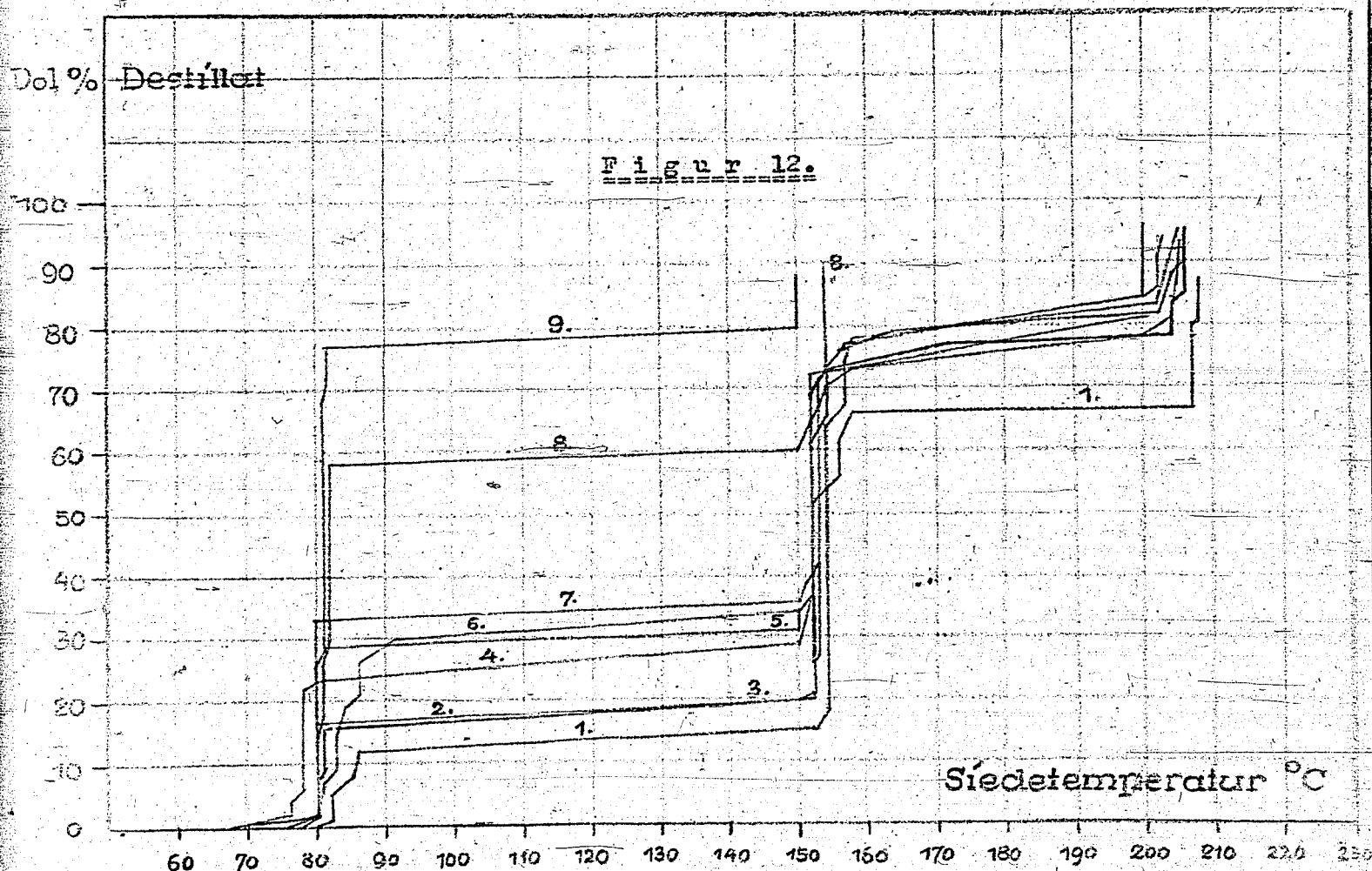
5. Wiederverwendung der Alkylierungs-Schwefelsäure:

Die verhältnismäßig großen, zur Alkylierung nötigen Mengen Schwefelsäure machten es auf jeden Fall notwendig deren Wiederverwendbarkeit einer besonderen Prüfung zu unterziehen. Dies geschah in 3 Versuchsreihen mit Benzol und Propylen und Benzol und i-Butylen (siehe Tabellen 5, 6 und 7).

Die Ergebnisse der Tabellen 5, 6 und 7 zeigen, daß die Säure mit gleichem Erfolg und solange zu weiteren Umsetzungen benutzt werden kann, bis ihr spez. Gewicht, das mit fortlaufender Benutzung fällt, einen gewissen Mindestwert erreicht hat (in ungefährender Annäherung etwa 1,6). Wird die Säure weiter benutzt, so sinken entweder die Alkylbenzol-Ausbeuten (Tabellen 5 u. 6, Fig. 12) oder die Alkylierung wird bei gleichen Ausbeuten im größeren Umfang von Polymerisationsreaktionen überlagert, was sich durch hohe Jodzahl, fallendes spez. Gewicht und Absinken des Aromatengehaltes zu erkennen gibt. (Tab. 7). Durch langsames Einleiten des Olefins bleibt die Säure länger Ver-

wendungsfähig (Tab. 5 im Vergleich zu Tab. 6). Der Vorteil der Anwendung größerer Säuremengen zeigt sich im eindeutigeren Ablauf der Alkylierungsreaktion ohne Nebenreaktionen (Tab. 5 u. 6 im Vergleich zu Tab. 7). Erschöpfte Säuren werden durch Zusatz von genügend frischer Säure wieder voll verwendungsfähig.

Figur 12 zeigt die Ergebnisse der Tabelle 5 in Form der Kolonnen-Siedeanalysen aufgetragen. Das Absinken der Ölausbeute geht also hauptsächlich auf Kosten des Olefins, das wohl noch mit der erschöpften Schwefelsäure, weniger aber oder kaum mit Banzol reagiert.



Die Verwendung geschwelter Salzwasserzelle, Reaktion: $\text{C}_2\text{H}_2 + 2\text{C}_2\text{H}_4$, Ausbeute: 91 % bei H_2SO_4 , Temp.: ca. 10°C , ca. 100 Mol % C_2H_2 in Std. eingeleitet

[illegible]

00002600

Reaktion: $3C_2H_6 + 2H_2SO_4 \rightarrow 2C_2H_5OH + 2H_2O + 2CO_2$ Ausgangssubstanz: 92 g H_2SO_4 ; Temp. ca. $10^\circ C$; ca. 100 Mol% C_2H_6 in 5 Std. eingeleit

Vorversuch										Hauptversuch									
Vorversuch					Hauptversuch					Hauptversuch					Hauptversuch				
con	G	Hol%	G	Hol%	con	spez. Gew. (20°)	Wie oft verwendet.	con	spez. Gew. (20°)	con	G	spez. Gew. (20°)	G	spez. Gew. (20°)	con	G	spez. Gew. (20°)	G	spez. Gew. (20°)
500	440	240	100	240	500	1,026	1 mal	525	1,720	660	568	635	547	80,3	1,9	ca.	99	0,861	
500	440	240	100	232	555	1,710	2 "	525	1,693	720	625	670	576	64,5	3,1	"	98	0,858	
500	440	240	100	224	555	1,695	3 "	570	1,675	702	635	635	546	80	2,0	"	99	0,858	
500	440	240	100	226	570	1,675	4 "	540	1,642	720	632	635	544	80	1,8	"	99	0,863	
500	440	240	100	240	560	1,642	5 "	570	1,595	720	625	600	516	76	0,9	"	100	0,864	
500	440	240	100	238	570	1,595	6 "	570	1,585	720	627	645	560	82,5	2,3	"	98	0,869	
500	440	240	100	238	570	1,585	7 "	560	1,529	720	627	660	573	84	2,5	"	98	0,868	
500	440	240	100	238	585	1,585	8 "	765	1,214	660	595	460	404	53,5	1,0	"	99	0,873	
500	440	240	100	238	765	1,214	9 "	810	1,165	670	630	370	325	47,5	0,7	"	100	0,875	
500	440	240	100	238	810	1,165	10 "	800	1,148	580	497	395	347	53	0,6	"	100	0,880	

Table 6.

Wie Tabelle 1, jedoch C_2H_6 in 5 Stunden eingeleitet.

500	440	240	100	240	500	1,026	1 mal	525	1,720	660	568	635	547	80,3	1,9	ca.	99	0,852	
500	440	240	100	240	555	1,720	2 "	545	1,696	720	625	640	550	81	2,9	"	98	0,860	
500	440	240	100	240	565	1,696	3 "	570	1,608	740	642	655	536	80,5	1,8	"	99	0,854	
500	440	240	100	244	570	1,608	4 "	570	1,582	720	630	700	602	87,5	2,3	"	98	0,861	
500	440	240	100	238	590	1,582	5 "	635	1,440	720	626	620	540	79,5	0,9	"	100	0,872	
500	440	240	100	238	635	1,440	6 "	760	1,225	660	625	440	382	56	1,6	"	99	0,867	
500	440	240	100	244,5	760	1,225	7 "	725	1,166	562	517	390	334	43	0,7	"	100	0,879	
500	440	240	100	238	770	1,166	8 "	720	1,166	580	490	430	370	53,5	1,0	"	99	0,882	

5. Verwendung verdünnter und durch Dechlorierung hergestellter Olefine:

In einigen Versuchen konnte gezeigt werden, daß auch mit gesättigtem Kohlenwasserstoff verdünntes Olefin zur Alkylierung von Benzol in Gegenwart von Schwefelsäure herangezogen werden kann. So blieben beim Einleiten eines Propan-Propylengemisches mit 39 Vol% C_3H_6 (entsprechend 100 Mol % C_3H_6 bezogen auf C_6H_6) nur 18 % des Olefins, mit 58 Vol % C_3H_6 nur 16 % des Olefins unabsorbiert.

Umsetzungen mit verdünntem, durch Chlorierung und Dechlorierung von Propan hergestelltem ca 40-%igem Propylen⁸⁾, das etwa 2 % gebundenes Chlor enthielt, ergaben gleiche Resultate.

Die erhaltenen Produkte enthielten jedoch noch etwas Chlor, während der größere Anteil Chlor als freie Salzsäure in die Schwefelsäure übergeht. Dieser Restchlorgehalt läßt sich durch Behandeln mit Lauge in der Hitze nicht entfernen, ist also fest gebunden.

Das alkylierte Kohlenwasserstoffgemisch enthielt in einem Falle in der Fraktion 80-82° = 0,43 %, 150-153° = 0,37 % Chlor, im anderen Falle :

unter 150° siedend	1,69 % Chlor
150-153° "	0,88 % "
153-204° "	0,54 % "
über 204° "	0,35 % "

6. Verwendung als Motorkraftstoffe:

Alle untersuchten Alkylbenzole zeigten Oktanzahlen über 100 (Blendwert), auch die bisher noch nicht beschriebenen. Da die meisten über 200° siedend, kommen sie in erster Linie als Sicherheitskraftstoffe in Flugmotoren in Frage. Zur weiteren Kenntnis ihres Verhaltens wurden daher Stockpunkt, Flammpunkt, Viskosität und Dampfdruck bestimmt. Wie aus Tabelle 8 zu ersehen ist, verhalten sie sich

⁸⁾ Von Herrn Dr. Deiters in Me 244 hergestellt.

mit wenigen Ausnahmen ausgezeichnet in der Kälte. Unter Berücksichtigung ihrer möglichen Verwendung wurden die Klopfwerte der Mischungen hauptsächlich nach der Motormethode bestimmt; die Researchmethode wurde soweit herangezogen um den Umfang des Wärmefadings festzustellen, wobei sich zeigte, daß die höhersiedenden Polyalkylbenzole hierin ihren niederen Homologen überlegen sind. Ähnlich ist es mit der Bleiempfindlichkeit. Bei 20 % alkylbenzolhaltigen Mischungen ist sie ebenso groß als bei gleichen Mischungen mit Benzol, Toluol oder Xylol, bei 50 %igen Mischungen sind die höheren Alkylbenzole meist um 2 - 3 Oktanzahleinheiten besser. Bei niedrigoktanigem Benzin verbessert Alkylbenzolzusatz begreiflicherweise den Klopfwert stärker als bei höheroktanigem Benzin; doch zeigt Tab. 9, daß die verbesserte Wirkung Benzine aller Kohlenwasserstoffgruppen umfaßt.

Zusammenfassend könnte die Verwendung der hier näher beschriebenen Benzolhomologen, als Kraftstoffe für sich oder in Mischungen verwendet, folgende wesentliche Vorteile bieten:

- 1.) Verwendbarkeit als Sicherheitskraftstoffe.
- 2.) Ausgezeichnetes Verhalten in der Kälte.
- 3.) Hoher Heizwert (10-11 000 WE) bei wesentlich höherem Wasserstoffgehalt (10-12 %) gegenüber dem Benzol (7,7 %).
- 4.) Beträchtliche Erweiterung der Basis an aromatischen Kohlenwasserstoffen bei gegebener Benzolbasis. (Im Falle des Triisopropylbenzols z.B. theoretisch von 100 Gew. Teilen auf 262 Gewichtsteile.)
- 5.) Verwertung von konzentrierten und verdünnten Olefinen oder Olefinmischungen zur Darstellung von 100 Oktankraftstoffen ohne, bzw. ohne größere Inanspruchnahme der Isobutanbasis.
- 6.) Geringeres Wärmefading als bei Benzol, Toluol und Xylol.

T a b e l l e 8.

00002603

Zusammenfassende Darstellung der hergestellten Alkylbenzole mit ihren Eigenschaften und Klopffwerten.

(Die mit * versehenen sind bisher noch nicht beschrieben).

Bezeichnung der Alkylbenzole.	Siedehor. °C	spez. Gew. (20°)	Visk. °E (20°)	Brechungsindex n _D 20	Stockpkt. °C	Flammpunkt °C	Dampfdr. at. (40°)	Jods. (Hanus)	Aromat. Vol% sa.	Oktan. (Blendw.) CFRR	Klopffwert in Mischungen						
											Alkylbenz. Vol%	Zugemischtes Benzin Bezeichnung.	Oktan. CFRR	Vol%	Oktan. d. Mischung CFRR	Oktan. CFRR	Oktan. erhöhung
1.) Benzol	80	0,879	-	-	-	-	-	0	100	108	5	Bi aus Vorhydrierung	54,5	-	56,5	-	2,0
											5	L II Bi	54,0	-	56,5	-	2,5
											5	"	-	-	-	-	1,0
											20	"	-	71,5	-	72,5	1,0
											20	"	-	71,5	-	75,0	3,5
											50	"	-	71,5	0,04	84,5	13,0
											50	"	-	71,5	-	80,0	8,5
											50	"	-	71,5	0,04	85,5	14,0
											50	"	-	-	-	-	-
2.) Toluol	111	0,867	-	-	-	-	-	0	100	120	5	Bi a. Vhydr.	52,0	-	55,5	-	3,5
											5	L II Bi	-	-	-	-	1,0
											20	"	-	71,5	-	72,5	1,0
											20	"	-	71,5	-	76,0	4,5
											50	"	-	71,5	0,04	86,0	14,5
											50	"	-	71,5	-	81,0	9,5
											50	"	-	71,5	0,04	87,0	15,5
											50	"	-	-	-	-	-
3.) Xylol	136-140	0,862	-	-	-	-	-	0	100	-	5	Bi a. Vhydr.	52,0	-	55,5	-	3,5
											5	L II Bi	-	-	-	-	1,0
											20	"	-	71,0	-	72,0	1,0
											20	"	-	71,0	-	76,0	5,0
											20	"	-	71,0	0,04	85,0	14,0
											20	L II Bi	-	-	-	75,5	4,5
											20	"	-	-	0,04	85,0	14,0
											50	"	-	-	-	84,0	13,5
4.) Trimethylbenzol	-	-	u. 1,000	1,4996	u. -70	39	ca 0,01	-	-	-	20	L II Bi	-	-	-	75,5	4,5
											20	"	-	-	0,04	85,0	14,0
											50	"	-	-	-	84,0	13,5
5.) Tetraethylbenzol	-	-	1,052	1,5122	-33	65	ca 0,01	-	-	-	20	L II Bi	-	-	-	75,5	4,5
											20	"	-	-	0,04	84,0	13,0
											50	"	-	-	-	81,0	10,5
6.) Isopropylbenzol	150,5-152	0,860	u. 1,000	1,4909	u. -75	32	0,025	0,9	100	122,5	1	Bi aus Vorhydrierung	54,5	-	56,5	-	2,0
											5	"	54,5	-	58,5	-	4,0
											10	"	54,5	-	63,0	-	8,5
											5	L II Bi	-	-	-	73,5	2,0
											20	"	-	71,5	-	78,5	7,0
											20	"	-	71,5	0,04	88,0	16,5
											20	"	-	72,0	-	84,0	12,0
											50	"	-	71,5	-	86,0	14,5
											50	"	-	71,5	0,04	94,5	23,0
											50	"	-	-	-	96,0	24,0
											50	"	73,0	-	-	-	-
7.) sek. Butylbenzol	170-172	0,860	1,039	1,4897	u. -70	46,5	ca 0,01	0,9	100	116	5	Bi a. Vhydr.	54,5	-	57,5	-	2,0
											5	L II Bi	-	-	-	72,0	1,0
											20	"	-	71,0	-	78,0	7,0
											20	"	-	71,0	0,04	88,5	17,5
											50	"	-	72,0	-	85,5	13,5
											50	"	-	-	-	93,0	20,0
											50	"	73,0	-	-	-	-
8.) tert. Butylbenzol	166-167	0,863	1,029	1,4927	u. -70	43	ca 0,01	1,4	99	122	5	Bi a. Vhydr.	54,5	-	58,0	-	3,5
											5	L II Bi	-	-	-	72,5	1,5
											20	"	-	71,0	-	78,5	7,5
											20	"	-	71,0	0,04	88,5	17,5
											50	"	-	72,0	-	85,0	13,0

Bezeichnung der Alkylbenzole	Siedeber. °C	spez. Gew. (20°)	Visk. °S (20°)	Brechungsindex n _D ²⁰	Stockpkt. °C	Flammpunkt °C	Dampfdr. at. (40°)	Jods. (Hanus)	Aromat. Vol% ca.	Oktan. (Blender.) CFRR	Kohlwasserdestillate								Alkyl-Benzol Vol %	
											Bezeichnung		Oktan. CFRR		Dichte bei 15°C g/cm³		Dichte bei 20°C g/cm³			
Isopropyl-tert-Butylbenzol	220-225	0,859	1,164	1,4909	-57	67	n. 0,005	0,7	98	122	5	Ri a. Vhydr.	54,0	-	-	54,0	-	5,0	-	-
											5	L II Ri	-	72,5	-	-	72,5	-	15,5	-
											20	"	-	72,5	-	-	72,5	-	15,5	-
											20	"	-	72,5	0,04	-	72,5	-	15,5	-
											20	"	73,0	-	-	73,0	-	15,5	-	-
											50	"	-	72,5	-	-	72,5	-	15,5	-
											50	"	-	72,5	0,04	-	72,5	-	15,5	-
											50	"	73,0	-	-	73,0	-	15,5	-	-
22.) Methyl-diisopropylbenzol	222-226	0,865	1,183	1,4960	n. -70	85	n. 0,005	6,4	97	-	5	Ri a. Vhydr.	54,0	-	-	54,0	-	3,0	-	-
											20	L II Ri	-	72,0	-	-	72,0	-	6,0	-
											20	"	-	72,0	0,04	-	72,0	-	16,0	-
23.) Diäthyl-isopropylbenzol	224-232	0,868	1,166	1,4970	-	-	-	9,8	95	110	20	L II Ri	-	72,0	-	-	72,0	-	5,0	-
											20	"	-	72,0	0,04	-	72,0	-	15,5	-
24.) Di-sek-Butylbenzol	233-240	0,860	1,226	1,4880	n. -70	89	n. 0,005	3,1	98	108	5	Ri a. Vhydr.	54,0	-	-	54,0	-	3,0	-	-
											5	L II Ri	-	72,0	-	-	72,0	-	0,5	-
											20	"	-	72,0	-	-	72,0	-	6,5	-
											20	"	-	72,0	0,04	-	72,0	-	17,0	-
											50	"	-	72,0	-	-	72,0	-	15,5	-
											50	"	-	72,0	0,04	-	72,0	-	23,5	-
25.) Di-tert-Butylbenzol	233-238	0,817(80°)	-	-	Fp= 77	87,5	n. 0,005	0,5	-	-	5	Ri a. Vhydr.	50,0	-	-	54,5	-	4,5	-	-
26.) Diäthyl-sek-Butylbenzol	237-245	0,871	1,233	1,4960	n. -70	84	n. 0,005	8,6	95	107	20	L II Ri	-	72,0	-	-	72,0	-	5,5	-
											20	"	-	72,0	0,04	-	72,0	-	15,0	-
											50	"	-	72,0	-	-	72,0	-	12,5	-
											50	"	-	72,0	0,04	-	72,0	-	20,0	-
27.) Diäthyl-tert-Butylbenzol	232-234	0,867	1,231	1,4935	n. -70	85	n. 0,005	10,7	94	120	20	L II Ri	-	72,0	-	-	72,0	-	8,0	-
											20	"	-	72,0	0,04	-	72,0	-	17,5	-
28.) Äthyl-diisopropylbenzol	233-236	0,865	1,254	1,4950	n. -70	75	n. 0,005	5,6	97	-	5	Ri a. Vhydr.	54,0	-	-	56,5	-	2,5	-	-
											20	L II Ri	-	72,0	-	-	72,0	-	6,0	-
											20	"	-	72,0	0,04	-	72,0	-	16,0	-
29.) Methyl-isopropyl-tert-Butylbenzol	230-236	0,858	1,323	1,4960	n. -70	89	n. 0,005	5,4	97	-	5	Ri a. Vhydr.	54,0	-	-	57,0	-	3,0	-	-
											20	L II Ri	-	72,0	-	-	72,0	-	6,5	-
30.) Dimethyl-diisopropylbenzol	237-243	0,872	1,321	1,5030	n. -70	98	n. 0,005	12,3	93	-	20	L II Ri	-	70,5	-	-	76,5	-	6,0	-
											20	"	-	70,5	0,04	-	77,0	-	16,5	-
											50	"	-	70,5	-	-	84,0	-	17,5	-
											50	"	-	70,5	0,08	-	90,0	-	19,5	-
31.) Triisopropylbenzol	236-240	0,863	1,381	1,4917	n. -70	83	n. 0,005	6,2	96	111	5	Ri a. Vhydr.	54,0	-	-	57,5	-	3,5	-	-
											5	L II Ri	-	71,0	-	-	72,5	-	1,5	-
											20	"	-	71,0	-	-	72,0	-	8,0	-
											20	"	-	71,0	0,04	-	78,5	-	17,5	-
											50	"	-	71,0	-	-	87,0	-	16,0	-
											50	"	-	71,0	0,04	-	93,5	-	24,5	-
											50	"	73,0	-	-	92,0	-	19,5	-	-
32.) Methyl-di-sek-Butylbenzol	247-251	0,864	1,346	1,4957	n. -70	88	n. 0,005	4,8	97	-	5	Ri a. Vhydr.	54,0	-	-	57,0	-	3,0	-	-
											20	L II Ri	-	72,0	-	-	77,0	-	5,0	-
33.) Methyl-di-tert-Butylbenzol	240-246	0,853	1,431	1,4892	-66	92	n. 0,005	1,0	99	-	5	Ri a. Vhydr.	54,0	-	-	57,5	-	3,5	-	-
34.) Dimethyl-di-sek-Butylbenzol	262-266	0,868	1,300	1,4985	-64	85	n. 0,005	10,1	93	-	20	L II Ri	-	72,0	-	-	77,0	-	5,0	-
35.) Diäthyl-diisopropylbenzol	255-256	0,870	1,641	1,4980	n. -70	99	n. 0,005	8,6	94	-	20	L II Ri	-	72,0	-	-	77,5	-	5,5	-
											20	"	-	72,0	0,04	-	77,5	-	15,5	-

Bezeichnung der Alkylbenzole	Äthyl-di-sek-Butylbenzol	Äthyl-di-tert-Butylbenzol	Isopropyl-di-sek-Butylbenzol	Diäthyl-di-sek-Butylbenzol
------------------------------	--------------------------	---------------------------	------------------------------	----------------------------

00002604

Angaben		Oktan- zahl- erhöhung
Angabe	CFRR	
77,0	5,0	
85,0	13,0	
78,0	6,0	
88,0	16,0	
85,5	15,5	
92,0	20,0	
92,0	20,5	
78,5	6,5	
88,5	16,5	
87,0	15,0	
93,0	21,0	
93,0	22,0	
79,0	7,0	
89,0	16,0	
86,0	14,0	
93,5	21,5	
76,5	6,0	
86,5	16,0	
83,5	13,0	
90,0	19,5	
78,0	7,5	
89,0	17,0	
87,0	15,0	
93,5	21,5	
93,5	23,0	
73,0	1,0	
80,0	8,0	
89,0	17,0	
89,0	11,0	
87,5	15,5	
96,0	24,0	
96,0	22,5	
96,0	2,5	
76,5	6,0	
87,0	16,5	
84,0	13,5	
77,0	6,5	
86,5	16,0	
86,0	15,5	
91,0	20,5	
78,0	6,0	
88,0	16,0	
86,0	14,0	
93,0	21,0	
79,0	7,0	
88,0	16,0	
71,5	0,5	
78,5	7,5	
88,0	17,0	
87,5	16,5	
95,5	24,5	
95,5	20,0	

00002605

Bezeichnung der Alkylbenzole	Siedeb. °C	spec. Gew. (20°)	Visk. °C (20°)	Brechungsindex n _D 20	Stockp. °C	Flamm- punkt °C	Dampfdr. at. (40°)	Jod- zahl (Hanus)	Aromat. Vol % ca.	Oktan- zahl (Blendw.) CFRR	Klopffwert in Mischung						Oktan- zahl d. Mischung CFRR	Oktan- zahl- erhöhung
											Alkyl- benz. Vol %	zusammengesetztes Benzin	Bezeichnung	Oktan- zahl CFRR	CFRR	Vol %		
Isopropyl-tert-Butylbenzol	220-225	0,859	1,164	1,4909	-37	67	u. 0,005	0,7	98	122	5	Bi a. Vhydr.	54,0	-	-	-	58,0	4,0
											5	L II Bi	-	71,5	-	-	73,5	2,0
											20	"	-	71,5	-	-	79,5	8,0
											20	"	-	71,5	0,04	-	90,0	18,5
											20	"	73,0	-	-	-	83,5	10,5
											50	"	-	71,5	-	-	89,0	17,5
											50	"	-	71,5	0,04	-	97,5	26,0
											50	"	73,0	-	-	-	96,0	23,0
22.) Methyl-diisopropylbenzol	222-226	0,865	1,183	1,4960	u. -70	85	u. 0,005	6,4	97	-	5	Bi a. Vhydr.	54,0	-	-	-	57,5	3,5
											20	L II Bi	-	72,0	-	-	78,0	6,5
											20	"	-	72,0	0,04	-	88,0	16,0
23.) Dimethyl-iso-propylbenzol	224-232	0,868	1,166	1,4970	-	-	-	8,0	95	110	20	L II Bi	-	72,0	-	-	77,5	5,5
											20	"	-	72,0	0,04	-	87,5	15,5
24.) Di-sec-Butylbenzol	233-240	0,860	1,226	1,4880	u. -70	89	u. 0,005	3,2	98	108	5	Bi a. Vhydr.	54,0	-	-	-	57,0	3,0
											5	L II Bi	-	72,0	-	-	72,5	0,5
											20	"	-	72,0	-	-	78,5	6,5
											20	"	-	72,0	0,04	-	89,0	17,0
											50	"	-	72,0	-	-	87,5	15,5
											50	"	-	72,0	0,04	-	95,5	23,5
25.) Di-tert-Butylbenz.	233-238	0,817 (80°)	-	-	Fr= 77	87,5	u. 0,005	0,5	-	-	5	Bi a. Vhydr.	50,0	-	-	-	54,5	4,5
26.) Dimethyl-sec-Butylbenzol	237-243	0,871	1,233	1,4960	u. -70	84	u. 0,005	8,6	95	107	20	L II Bi	-	72,0	-	-	77,5	5,5
											20	"	-	72,0	0,04	-	87,0	15,0
											50	"	-	72,0	-	-	84,5	12,5
											50	"	-	72,0	0,04	-	92,0	20,0
27.) Diethyl-tert-Butylbenzol	232-234	0,867	1,231	1,4935	u. -70	85	u. 0,005	10,7	94	120	20	L II Bi	-	72,0	-	-	80,0	8,0
											20	"	-	72,0	0,04	-	89,5	17,5
28.) Ethyl-diisopropylbenzol	233-236	0,865	1,254	1,4950	u. -70	75	u. 0,005	5,6	97	-	5	Bi a. Vhydr.	54,0	-	-	-	56,5	2,5
											20	L II Bi	-	72,0	-	-	78,0	6,0
											20	"	-	72,0	0,04	-	88,0	16,0
29.) Methyl-isopropyl-tert-Butylbenzol	230-236	0,868	1,323	1,4960	u. -70	89	u. 0,005	5,4	97	-	5	Bi a. Vhydr.	54,0	-	-	-	57,0	3,0
											20	L II Bi	-	72,0	-	-	78,5	6,5
30.) Dimethyl-diisopropylbenzol	237-243	0,872	1,321	1,5030	u. -70	96	u. 0,005	12,3	93	-	20	L II Bi	-	70,5	-	-	76,5	6,0
											20	"	-	70,5	0,04	-	87,0	16,5
											50	"	-	70,5	-	-	84,0	13,5
											50	"	-	70,5	0,05	-	90,0	19,5
31.) Triisopropylbenzol	234-240	0,863	1,381	1,4917	u. -70	83	u. 0,005	6,2	96	111	5	Bi a. Vhydr.	54,0	-	-	-	57,5	3,5
											5	L II Bi	-	71,0	-	-	72,5	1,5
											20	"	-	71,0	-	-	79,0	8,0
											20	"	-	71,0	0,04	-	88,5	17,5
											50	"	-	71,0	-	-	87,0	16,0
											50	"	-	71,0	0,04	-	95,5	24,5
											50	"	73,0	-	-	-	92,0	19,0
32.) Methyl-di-sec-Butylbenzol	247-251	0,864	1,346	1,4937	u. -70	88	u. 0,005	4,8	97	-	5	Bi a. Vhydr.	54,0	-	-	-	57,0	3,0
											20	L II Bi	-	72,0	-	-	77,0	5,0
33.) Methyl-di-tert-Butylbenzol	240-246	0,853	1,431	1,4892	-66	92	u. 0,005	1,0	99	-	5	Bi a. Vhydr.	54,0	-	-	-	57,5	3,5
34.) Dimethyl-di-sec-Butylbenzol	262-266	0,868	1,300	1,4985	-64	85	u. 0,005	10,1	93	-	20	L II Bi	-	72,0	-	-	77,0	5,0
35.) Dimethyl-diisopropylbenzol	255-256	0,870	1,641	1,4980	u. -70	99	u. 0,005	8,6	94	-	20	L II Bi	-	72,0	-	-	77,5	5,5
											20	"	-	72,0	0,04	-	-	15,5

Bezeichnung	Oktan- erhöhung
-	4,0
73,5	2,0
79,5	8,0
90,0	18,5
-	10,5
89,0	17,5
97,5	26,0
-	23,0
-	3,5
78,0	6,0
88,0	16,0
-	5,5
87,5	15,5
-	3,0
72,5	0,5
78,5	6,5
89,0	17,0
87,5	15,5
95,5	23,5
-	4,5
77,5	5,5
87,0	15,0
84,5	12,5
92,0	20,0
80,0	8,0
89,5	17,5
-	2,5
78,0	6,0
88,0	16,0
-	3,0
78,5	6,5
76,5	6,0
87,0	16,5
84,0	13,5
90,0	19,5
-	3,5
72,5	1,5
79,0	8,0
88,5	17,5
87,0	16,0
95,5	24,5
-	19,0
-	3,0
77,0	5,0
-	3,5
77,0	5,0
77,5	5,5
-	15,5

00002606																	
Klopffwert in Mischungen																	
Bezeichnung der	Siedeb.	spez.	Visk.	Bruchge-	Refrakt.	Flamm-	Dampfdr.	Jods.	Arz.	OKZ.	Ante-	Ante-	Ante-	Ante-	Ante-	Ante-	Ante-
alkylbenzole	°C	Gew. (20°)	(20°)	in %	°C	punkt °C	at (20°)	(Barus)	Vol %	(Blendw.)	Vol %	Vol %	Vol %	Vol %	Vol %	Vol %	Vol %
1) Athyl-di-tert-Butylbenzol	258-262	0,864	1,465	1,4928	-64	92	u. 0,005	5,3	96	-	20	L II Bi	-	72,0	-	78,5	6,0
2) Athyl-di-tert-Butylbenzol	254-262	0,872	1,410	1,4938	-67	92	u. 0,005	7,4	95	-	20	L II Bi	-	72,0	-	87,5	15,5
3) Isopropyl-di-sec-Butylbenzol	262-267	0,857	1,735	1,4860	-60	95	u. 0,005	5,2	96	-	-	-	-	-	-	-	-
4) Isopropyl-di-sec-Butylbenzol	270-276	0,866	2,23	1,4960	-61	106	u. 0,005	7,8	94	-	20	L II Bi	-	72,0	-	77,0	5,0
											20	"	-	72,0	0,04	87,0	15,0

00002607

~~00002607~~Tabelle 9.
=====A. Naphtenisches Benzin aus Vorhydrierung:

ohne Zusatz :	Oktanzahl (CFRR)	54,5
mit 1 % Isopropylbenzol	"	56,5
" 5 % "	"	58,5
" 10 % "	"	63,0
" 5 % Benzol	"	56,5
" 5 % sek. Butylbenzol	"	57,5
" 5 % tert. Butylbenzol	"	58,0

B. Paraffinbasisches gesättigtes Benzin (60-120°):

ohne Zusatz :	Oktanzahl (CFRR)	22,5
mit 5 % Benzol	"	25,0
" 5 % Motorenbenzol	"	26,5
" 5 % Isopropylbenzol	"	28,5
" 5 % sek. Butylbenzol	"	25,0
" 5 % tert. Butylbenzol	"	23,5

C. Olefinisches Krackbenzin aus der Paraffinkrackung:

ohne Zusatz:	Oktanzahl (CFRR)	43,0
mit 5 % Benzol	"	45,0
" 5 % Motorenbenzol	"	45,5
" 5 % Isopropylbenzol	"	47,0
" 5 % sek. Butylbenzol	"	45,0
" 5 % tert. Butylbenzol	"	46,0

D. Gesättigtes isoparaffinisches Benzin (60-130°):

ohne Zusatz :	Oktanzahl (CFRR)	90,5
mit 5 % Isopropylbenzol	"	94,0

ENDING OF
REEL 15
Documents - Photographed

Document # 19
Continued on Reel
16

Date:

JUNE 16 1945

Mach. No.

Photographed By:

C. L. MURRAY SP(V)2/c
LSNR.

