

129001497

Leuna

HAUPTLABORATORIUM
Abt. Versuchslabor.
A.N. 56/43 b

3042-129

Leuna Werke, den 18. 6. 1943
Dr. Ekw./Sch.

30/4.02

Aktennotiz

Raffination eines nach dem Still'schen Innenabsaugverfahren hergestellten
Kokereitoluols

Zweck der Untersuchungen war festzustellen, ob man ein nach dem Still'schen Innenabsaugverfahren gewonnenes toluolhaltiges Produkt (I-Toluol bezeichnet) durch Behandlung über einen dehydrierenden Kontakt soweit raffinieren kann, daß durch eine nachgeschaltete rektifizierende Destillation ein sprengstofftechnisch brauchbares Toluol gewonnen werden kann.

Analytische Daten des original I-Toluols: siehe Tabelle 1.

Für die Raffination kamen zwei Verfahren in Frage, das HF-Verfahren und das Dehydrierverfahren über den 58/II Kontakt.

Die Versuche mit dem 58/II Kontakt führten nicht zum gewünschten Erfolg. Bei 50 at und 480-510° beschränkte sich die Raffination nur auf eine Beseitigung der O-Isoline und der S-Verbindungen. Bei der rektifizierenden Destillation^{x)} des Anfalls erreichte die Toluolfraction nicht den notwendigen Aromatengehalt. Die Versuche sind in der Tabelle 2 zusammengestellt.

Die HF-Fahrweise unter Anwendung des 5931 Kontaktes ergab sehr günstige Ergebnisse. Bei 15 at und Temperaturen von 490-510° betrugen die Anfallausbeuten über 90 % mit einem Aromaten-Gehalt von 92-95 %. Aus einem solchen Raffinat konnte durch Destillation ein Toluol gewonnen werden, das bis auf eine etwas zu hohe Bromzahl (Br-Z: 0,35 statt höchstens 0,30) den sprengstofftechnischen Anforderungen genügte. Die Ausbeute an Toluol, das auf Grund seiner Refraktion mindestens 96 %ig war, betrug 52-54 % bezogen auf Einspritzung. Die HF-Fahrweise ist diskontinuierlich; bei den von uns gefahrenen Reaktionsperioden von 15 Stdn. und einer Belastung von 1 v/h betrugen die Koksabscheidungen unter 0,5 % bezogen auf Einspritzung. Die Ergebnisse sind in der Tabelle 3 zusammengestellt, die in diesen Tabellen angegebenen Aromatengehalte der Toluol-Fractionen, sind aus der Refraktion errechnet.

Um uns noch ein genaueres Bild über die Zusammensetzung des I-Toluols und des Raffinates zu verschaffen, wurden die beiden Produkte in einer Jantzen-Kolonne einer Feinfraktionierung unterworfen. Während die aus dem I-Toluol erhaltene reinste Toluol-Fraktion nur einen Reinheitsgrad von 95 % ergab, erreichte die gleiche Fraktion aus dem Raffinat 99,5 %. Der Toluolgehalt des I-Toluols beträgt 60 Gew.%. Im Raffinat wurden 68 Gew.% gefunden; dies entsprach 64 % bezogen auf eingesetztes I-Toluol. Der Vergleich zeigt, daß man bei der Raffination über den HF-Kontakt keinen Verlust an eingesetztem Toluol erleidet, wobei noch bemerkt sein soll, daß es sich bei dem Toluolwert von 60 % im Original, um eine rechnerische Auswertung der toluolhaltigen Fraktionen auf Grund ihres Brechungsindex handelt. Es ist kaum anzunehmen, daß es durch ein destillationstechnisches Verfahren gelingen könnte, diese Toluolmengen zu isolieren.

^{x)} Die Dest. wurden in einer 1,5 m-Raschigringkolonne mit 15 theoret. Böden ausgeführt.

Immer
für fort

W. B. ...

Engler-Analyse v. Toluol original.

$n_D^{20} = 1.4935$, A.P. = -20.0° , Br.Z. = 8.09 , Olef. ca. 6% , Arom. ca. 7.5%

Engler-Analyse:	100	105	110	115	120	125	130	135	140	R.
	1	1	54	89	90	94	95	96	98	1,5 cm

Distillation in 1,5-n-hex.

[illegible]

Table 1

Reaffination v. T-Toluol über Kontakt Nr. 58 II

Temp.	Druck atm	Bel. gas auf 1 ltr. I- Toluol	Kreislauf- gas auf	Ausbeute d. stab. Anfalls			in Gew. % bez. Qualität d.			Qualität der Fraktionen									
				Anfall auf Einspritzung	Gas+ Verl.	Gas+ Verl.	Anfall auf Einspritzung	Gas+ Verl.	Gas+ Verl.	bis 100°C	109 - 110°C	110 - 111°C							
				An- fall	Tief- kühlung														
													</						

129001499

Tabelle 3

Refination v. I-Toluol über Kontakt Nr. 5931 P

Temp. Druck atü	Bel.	Ausbeute d. stab. Anfalls in Gew. % bez. auf Anfalls					Qualität der Fraktionen						Koks bez. auf Einspr.			
		Tief- kühlung	Einspritzung				Anfalls	bis 100°C						Vol. % Arom.	Vol. % Arom.	n _D ²⁰
			Gas- Verl.	-100 °C	100-115 °C	109-111 °C		Arom.+ 100% H ₂ SO ₄	Olef. 100% H ₂ SO ₄	Arom.+ 100% H ₂ SO ₄	Vol. % Arom.	n _D ²⁰				
480	15	0,75	96,0	0,0	3,2	18,7	63,1	54,2	0,844	88,7	87%	92,1	1,4910	93,5	1,4920	0,38%
500	15	0,75	93,0	0,3	6,7	19,4	63,1	50,7	0,846	92,5	88%	95,5	1,4935	93,5	1,4920	-
510	15	0,75	95,5	0,59	3,9	18,6	66,5	52,8 (108-111)	0,850	95,4	91%	97,5	1,4950	95,0	1,4926	0,45%

Herrn Dir. Dr. v. Staden
 Herrn Dir. Dr. Herold
 AWP. 2x
 Herrn Dr. Kaufmann
 " Dr. Klopfer
 " Dr. Barkow

Handwritten signature