

H. Die Waschwirkung

## a) Baumwollwäsche (Weißwäsche)

Baumwolle, die mit 3 g Talg, 1,5 g Mineralöl und 15 g Straßenschmutz angeschmutzt war (Nessel 445), wurde 3 mal mit je 1 gr/l 100%iger salzfreier Substanz ohne Zugabe von Soda gewaschen und die erzielten Weißgrade wurden mit dem Zeiss'schen Leukometer gemessen.

Da bei 3maliger Wäsche noch nicht von einer Vergrauung gesprochen werden kann, ergeben die gefundenen Weißwerte praktisch ein Maß für das Schmutzablösevermögen, allerdings ohne Anwesenheit von Soda. In der nachstehenden Tabelle sind die Produkte wieder nach der Waschwirkung geordnet. Die Werte stammen aus einem Prüfungsbefund der Coloristischen Abteilung Höchst. (Schreiben vom 13.11.1940).

Nr.	Ausgangsprodukt	Weißgrad %
1	Cetylalkoholsulfat (1)	73,5%
3	Sulfat aus Alkohol von Ruhrchemieolefin	72 %
5	Sulfonierungsprodukt aus KWSy-Olefin	70,9%
2	Sulfat aus Alkohol von KWSy-Olefin	69,7%
4	Sulfonierungsprodukt von Cetan $\Delta$ 1,2	69,5%
8	Sulfochlorierungsprodukt von Cetan	67,2%
6	Sulfonierungsprodukt aus Ruhrchemieolefin	66,6%
7	Cetansulfonat (1)	64,6%

In Leuna durchgeführte Weißwaschversuche mit 1maliger Wäsche bei Gegenwart von 1 g Soda im Liter Waschflotte und mit einer Konzentration von 2 bzw. 4 g Substanz pro Liter ergaben folgende Werte. 4)

Konzentration 2 g / l + 1 g Soda / l		
Nr.	Ausgangsprodukt	Weißgrad %
3	Sulfat aus Alkohol von Ruhrchemieolefin	72
4	Sulfonierungsprodukt von Cetan $\Delta$ 1,2	71,5
8	Sulfochlorierungsprod. von Cetan	71,3
1	Cetylalkoholsulfat (1)	70,9
5	Sulfonierungsprod. aus KWSy-Olefin	70,8
6	Sulfonierungsprod. aus Ruhrolefin	70,8
7	Cetansulfonat (1)	70
2	Sulfat aus Alkohol von KWSy-Olefin	69,8

4.) Die Weißgradmessungen wurden von Herrn Dr. Mayrhofer durchgeführt.

Konzentration 4 g/l + 1 g Soda / l

Nr.	Ausgangsprodukt	Weißgrad %
1	Cetylalkoholsulfat (1)	74,5
3	Sulfat aus Alkohol von Ruhrchemie-Krack-Olefin	74,0
6	Sulfierungsprod. aus Ruhrchemieolefin	73,3
5	Sulfierungsprod. aus KWSy-Olefin	72,3
2	Sulfat aus Alkohol von KWSy-Olefin	72,1
8	Sulfochlorierungsprodukt von Cetan	72,1
4	Sulfonierungsprodukt von Cetan $\Delta$ 1,2	72,0
7	Cetansulfonat (1)	71,0

Bei Gegenwart von Soda sind die Unterschiede in der schmutzablösenden Wirkung beträchtlich geringer.

In der Weißwäsche verhalten sich die Sulfate des Cetylalkohols und des Alkohols aus dem Ruhr-Chemie-Krackolefin am besten. Das Alkoholsulfat aus dem KWSy-Olefin ist nach beiden Prüfungen in Hö und Me schlechter.

Die Sulfierungsprodukte der Olefine sind untereinander etwa gleich und nur unwesentlich schlechter als die Alkoholsulfate.

Das Sulfochlorierungsprodukt des Cetans ist dem Cetansulfonat (1) überlegen. Diese Überlegenheit ist im Hinblick auf die bisherigen Vorstellungen über das Verhalten von kapillaraktiven Substanzen mit endständiger und nicht endständiger lyophiler Gruppe von Interesse.

Die Cetansulfonate sind ohne Mitverwendung von Soda in der Weißwäsche schlechter als die Olefinsulfierungsprodukte oder die Alkoholsulfate. Bei Gegenwart von Soda, welche in der Weißwäsche stark untersützend wirkt, sind die Unterschiede gering, so daß man zu dem Schluß gelangt, daß zwischen Alkoholsulfaten, Olefinsulfierungsprodukten und Sulfonaten, gleiche C-Zahl vorausgesetzt, kein beträchtlicher Unterschied besteht, wenn man die salzfreien Substanzen in 100%iger Form miteinander vergleicht.

#### b) Wollstückwäsche

(Damentuch 168 mit Olivenöl+ Sudanfarbstoff imprägniert)

Die Wäsche wurde mit 0,5 g und 1 g Substanz 100%ig pro Liter in Gegenwart von 1 g/l Soda bei 45° durchgeführt und der Prozentsatz der Entfettung gemessen. (Siehe Schreiben von Hö. vom 13.11.1940).

In der folgenden Tabelle sind die Prozente der Entfettung aufgeführt. Die Aufzählung erfolgt wieder in der Reihenfolge, daß die besten Produkte zuerst genannt sind.

Konzentration 0,5 g/l + 1 g/l Soda		
Nr.	Ausgangsprodukt	%Entfettung
1	Cetylalkoholsulfat (1)	69
3	Alkoholsulfat aus Ruhrchemieolefin	68
5	Sulfonierungsprodukt aus KWSy-Olefin	58
8	Cetansulfonat durch Sulfochlorierung	43
2	Sulfat aus Alkohol aus KWSy-Olefin	43
4	Sulfonierungsprodukt aus Ceten $\Delta$ 1,2	42
6	Sulfonierungsprod. aus Krackolefin-Ruhrch.	36
7	Cetansulfonat (1)	4

Konzentration 1 g/l + 1 g/l Soda		
Nr.	Ausgangsprodukt	%Entfettung
1	Cetylalkoholsulfat (1)	86
3	Sulfat aus Alkohol von Krackolefin	80
5	Sulfonierungsprod. aus KWSy-Olefin	69
2	Sulfat aus Alkohol von KWSy-Olefin	67
8	Cetansulfonat durch Sulfochlorierung	60
6	Sulfonierungsprod. von Krackolefin	55
4	Sulfonierungsprod. von Ceten $\Delta$ 1,2	54
7	Cetansulfonat (1)	39

Aus dem Verhalten der einzelnen Sulfate bzw. Sulfonate in der Wollstückwäsche ergibt sich eine starke Abstufung in der Wirkung. Überraschend verhalten sich das Cetylalkoholsulfat und das Sulfat des Oxo-Alkohols aus Ruhrchemie-Krackolefin. Die Olefin<sup>sulf</sup>ierungsprodukte sind durchwegs schlechter als die Alkoholsulfate der primären Alkohole. Die K.W.Sy-Olefine liefern auch hier bessere Produkte, wenn sie direkt sulfiert werden, als wenn sie in Alkohole allerdings gleicher Zahl übergeführt werden. Sehr bemerkenswert ist das fast gänzliche Fehlen einer entfettenden Wirkung bei dem Cetansulfonat (1). Dieses Produkt wird von dem Cetansulfonat, welches durch Sulfochlorierung von Ceten erhalten wurde, weit übertroffen.

Die Wirkung des endständigen Alkoholsulfates gleicher Kettenlänge ist im Vergleich zum endständigen Sulfonat verblüffend.

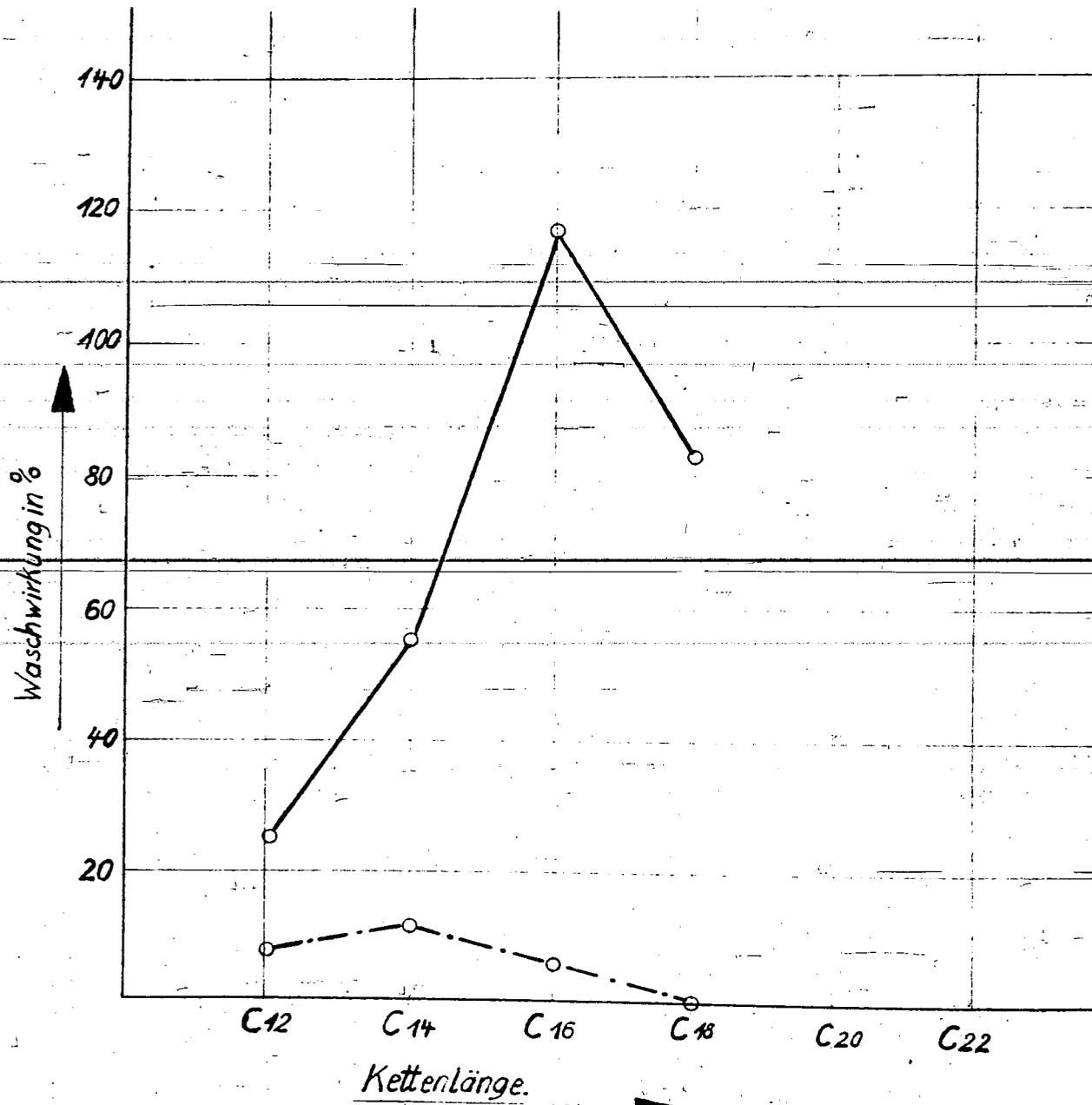
280000704

# Entfettung in der Stück-Wollwäsche.

Vergleich von reinen Alkylsulfaten mit alkansulfosauren Salzen.

Dest. Wasser; Temp. 45°; 1gr. Soda/l.

----- Sulfonate (alkansulfosaure Salze.)  
———— Sulfate (Alkylsulfate.)



Ammoniakwerk Merseburg G.m.b.H.

Dr. Asinger.

0/1055

Diese  
cher  
sulfa

In ne  
die v  
Sulfo  
e.)

chen  
Sehr  
gegen  
che S  
gruppe  
fetter

Währen  
aufwe  
von is

Das V  
pen in  
ten vo  
der Me  
tung s

In die  
daß z  
in die  
in ein  
rungen  
fat (f  
Oktade  
nur me

5) Zu  
Col  
(19

6. Dr.

+) Lab

5

Diese Feststellung deckt sich mit den Erfahrungen von Heinze-Oppau, welcher auch nachgewiesen hat, daß die Wollwaschwirkung endständiger Alkoholsulfate der der endständigen Sulfonate bedeutend überlegen ist. +)

In nebenstehender Kurve, die dem Bericht von Heinze entnommen ist, sind die verschiedenen Wirkungsweisen der beiden Produktgruppen, Sulfate, bzw. Sulfonate in der entfettenden Wollwäsche bei 45° mit 1 g/l Soda unter gleichen Bedingungen dargestellt. 5)

Sehr wesentlich für das günstige Verhalten der Mepasinsulfonate ist hingegen die Feststellung, daß das durch Sulfochlorierung von Cetan erhaltene Sulfonat, welches wahrscheinlich überwiegend nicht endständige Sulfogruppen enthält, im Vergleich zu Cetansulfonat (1) eine weit bessere entfettende Wirkung aufweist.

Während Cetansulfonat (1) bei 0,5 l Substanz nur eine 4%ige Entfettung aufweist, entfettet das durch Sulfochlorierung von Cetan erhaltene Gemisch von isomeren Sulfonaten zu 43%. Bei 1 g/l Substanz ist das Verhältnis 39:60.

Das Verhalten von Cetansulfonaten mit verschiedener Stellung der Sulfogruppen im Molekül, sowie die Feststellung der kapillarchemischen Eigenschaften von Mischungen solcher Sulfonate werden zur Klärung des Verhaltens der Mepasinsulfonate wesentlich beitragen. Untersuchungen in dieser Richtung sind im Gange.

In diesem Zusammenhang scheint es nicht uninteressant darauf hinzuweisen, daß z.B. die Verschiebung der Sulfogruppe von Sulfaten aus der Stellung 1 in die Stellung 2, also von einer primären alkoholischen Hydroxylgruppe in eine benachbarte sekundäre Hydroxylgruppe ganz beträchtliche Veränderungen in der Netzwirkung hervorruft. So ist die Netzzahl von Oktadecansulfat (1) 4 g/l, von Amphc-Seife (Oktadecan-2-sulfat, Sulfierungsprodukt von Oktadecylen- $\Delta$ 1,2) unter gleichen Bedingungen und bei gleicher Temperatur nur mehr 0,4 g/l. Die Netzwirkung ist also auf das Zehnfache gestiegen. 6)

5) Zu ähnlichen Ergebnissen kommen auch I.G. Evans: Journ. Soc. Dyers and Colourists 51. Seite 233 (1935), Referiert in Chem. Age 32. Seite 127 (1935) und Luigi Szegö: Giorn. Chim. ind. appl. 12. Seite 533-37 (1934)

6. Dr. v. Reibnitz. THK-Referat Lu 38/10 vom 18.2.1938 .

+) Laborbericht Nr. 1465 vom 18.3.1937. Ammoniak-Labor.

280000706

Zusammenfassung

- 1.) Die in vorliegender Arbeit dargestellten und im Laboratorium ausgeprüften Alkoholsulfate, Olefinsulfierungsprodukte und Sulfonate von Cetan unterscheiden sich kaum in Netz- und Schaumvermögen. (Die Kaltnetz-wirkung der Alkoholsulfate ist wegen der Schwerlöslichkeit in Wasser nicht exakt bestimmbar). Von allen geprüften Produkten verhält sich das Cetansulfonat (1) am schlechtesten.
- 2.) In der Weißwaschwirkung treten in destilliertem Wasser ohne Sodazusatz starke Unterschiede im Schmutzablösevermögen auf. Am besten sind die Sulfate aus n-Cetylalkohol bzw. aus dem Oxoalkohol aus Ruhrchemie-Krackolefin.
- 3.) Die Weißwaschwirkung der einzelnen Produkte ist bei Gegenwart von Soda in destilliertem Wasser sehr wenig unterschiedlich. Der Einfluß von Zusatzstoffen wie Pyrophosphat, Silikat, Trilon, Tylose etc. wurde nicht geprüft.
- 4.) In der Wollstückwäsche bei Gegenwart von Soda sind beträchtliche Unterschiede in der entfettenden Wirkung zu beobachten. Am besten verhalten sich wieder das Sulfat aus n-Cetylalkohol und aus dem Oxoalkohol aus Ruhrchemie-Krackolefin. Stark fallen die Olefinsulfierungsprodukte und die Sulfonate ab. Am schlechtesten verhält sich Cetansulfonat (1).
- 5.) Bemerkenswert erscheint die Tatsache, daß sich das Sulfierungsprodukt aus KWSy-Olefin durchwegs, sowohl in der Weißwäsche, als auch in der Wollwäsche günstiger verhält als das Sulfat aus dem Oxoalkohol der Pentadecenfraktion aus KWSy-Produkt.
- 6.) Der Einfluß von Salzen z.B. Glaubersalz auf das Verhalten der einzelnen Substanzen in der Wollwäsche wurde nicht geprüft.
- 7.) Die Feststellung des beträchtlich schlechteren kapillarchemischen Verhaltens von Sulfonaten mit endständiger lyophiler Gruppe im Gegensatz zu den guten Eigenschaften der bei der Sulfochlorierung erhältlichen Produkte (wahrscheinlich überwiegend innenständige Sulfogruppe) wird für die Erklärung des guten Verhaltens der Mepasinsulfonate von Bedeutung sein.

*Amiger*

*Eckhardt Zbeneder*

*lm*

100000000

Buy 3046

Target 30/4.02

J. J. Farmland

Lena

TARGET 30/4.02(A) DHD Process - Leuna.

1. Inspections and Knock Ratings of Typical DHD Products.
2. Correspondence on Catalyst Requirements and Manufacture.
3. Operating Instructions for DHD Plant, Leuna.
4. Report on Visit to Pölitz Hydrogenation Plant.
5. Report on Visit to Ludwigshafen DHD Plant.
6. Catalyst Discussion - DHD -
7. Conference on Separation of Aromatic Gasoline from DHD bottoms.
8. Workup of DHD Products.
9. Operating Conditions for New Reactor System at Pölitz.
10. Production of High Anti-Knock by Dehydrogenation of Heavy naphthas.
11. Conference on DHD Operation.
12. High Anti-Knock Fuel Status at end of December 1940.
13. DHD Experiments with 100 liter Reactor - Report No. 6.
14. DHD Experiments with 100 liter Reactor - Report No. 5.

(B) Patent Applications.

15. Patent Applications on Organic Chemicals.
16. Patent Applications, Processes.
17. Patent Applications, Apparatus.

(C) Hydrogenation.

18. Horizontal Coal Hydrogenation Converters.
19. Steel for Hydrogenation (relations with Krupp).

(D) Lubricating Oil.

20. Specifications and Standardization of Lube Oils.
21. New Lube Oil Plant Construction, incl. Scheme of SS-Oil manufacture.
22. Miscellaneous : Lube Oil Conservation, "Landastol".

100000002

Bag 3046 - 1

Target 80/4.02

Inspection and break  
ratings of typical DHD  
products (Luna)

# I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Ihre Zeichen

Ihre Nachricht vom

Unsere Nachricht vom

Unser Hausruf

Unsere Zeichen

LUDWIGSHAFEN A. RH.

HOCHDRUCKVERSUCH 22.6.1944. Ia/Pf.

Betreff

In der Anlage übersenden wir Ihnen unsere Untersuchungsergebnisse und die Überladekurven Ihrer VT342-Proben.

Sie erfüllen sowohl analytisch, wie auch hinsichtlich ihrer Überladbarkeit die Anforderungen des RLM. Lediglich der Siedeendpunkt der letzten Probe liegt mit 177° um 2° über der zulässigen Höchstgrenze.

Anlagen.

Heil Hitler !

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

POSTANSCHRIFT DES ABSENDERS  
I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Ludwigshafen a. Rh.

Ammoniakwerk Merseburg G.m.b.H.,  
z.Hd.v.Herrn Dir.Dr.Schunck,  
(10) Leuna Werke  
(Kreis Merseburg).

100000003

Geheim!

1. Dies ist ein Staatsgeheimnis im Sinne des § 2 Abs. 1 Nr. 1 des Gesetzes über den Schutz von Staatsgeheimnissen vom 22. 4. 34 (RGBl. I S. 241 ff.).

2. Verbreitung des Inhalts, der Postübertragung als „Einschreiben“.

3. KONTEN: Reichsbank Ludwigshafen a. Rh. 51/62-7. Darf nicht Postcheck Ludwigshafen a. Rh. 5816



DRAHTWORT  
Anliffabrik  
Ludwigshafenrheln

FERNSPRECHER 6496  
FERNSCHREIBER 034/78

EMPFANGSBAHNHOF  
Ludwigshafen (Rhein)  
Anliffabrik

GESCHAFTSZEIT  
8-17 Uhr,  
Samstags 8-13 Uhr

BESUCHE  
9-12 Uhr, außer  
Montags u. Samstags

1858-2964-15M-452/9096011B P 0267

100000004 Typical Dist product

Untersuchung der VT342-Proben von Leuna:

3046-1  
3014.02

Kennzeichnung der Probe Eingang	Kanne 1214 6.3.	Kanne 1212 9.3.	Kanne 1230 25.3.	Kanne 1216 14.4.	Kanne 1215 27.4.	Kanne 1225 10.5.
Spez. Gewicht bei 15°	0,779	0,767	0,771	0,770	0,767	0,771
Oktanzahl Mot. Meth.	81,5	80,5	80,5	80,5	80	80
" " " +0,12% Pb	93	92,5	92,5	92,5	92	92
Aromatengehalt Vol. %	51	45	47	46	45	45,5
Zusammensetzung in Gew. %						
Paraffine	28	32,5	31	32	33	32,5
Naphthene	15	16,5	16	16	16	16
Aromaten	57	51	53	52	51	51,5
Jodzahl	1,6	3,3	2,8	1,1	2,9	3,7
Dampfdruck n. Reid	0,47	0,45	0,45	0,47	0,47	0,44
Dokortest	negativ	negativ	negativ	negativ	negativ	negativ
Kupferstreifen	gut	gut	gut	gut	gut	gut
ASTM-Siedekurve						
Siedebeginn °C	48	47	47	46	46	46
bei 60° Vol. %	4	7	6,5	6	7	6
70° "	14	22	19,5	18	21	18
80° "	27	34	32	32	33,5	30
90° "	38	43	42,5	42	44	40
100° "	48	52	52	52	53,5	50
110° "	58	61	61	59	53	60
120° "	67	68	69,5	68	69	67,5
130° "	75,5	75	77	76	76,5	76
140° "	83,5	83	83,5	83,5	83,5	83
150° "	89,5	89	90,5	89	88,5	89,5
160° "	94	94	94	93	93	93
165° "	95	95	95,5	95	94,5	94,5
Endpunkt °C/%	174/98	176/98	174/98	174/98	174/98	177/97,5
Pombentest mit 0,12% Pb:						
Glasschale vor Alterung	0	0	3,4	1,4	1,8	2,4
Glasschale nach Alterung	9,2	9,2	10,0	8,4	10,0	8,2

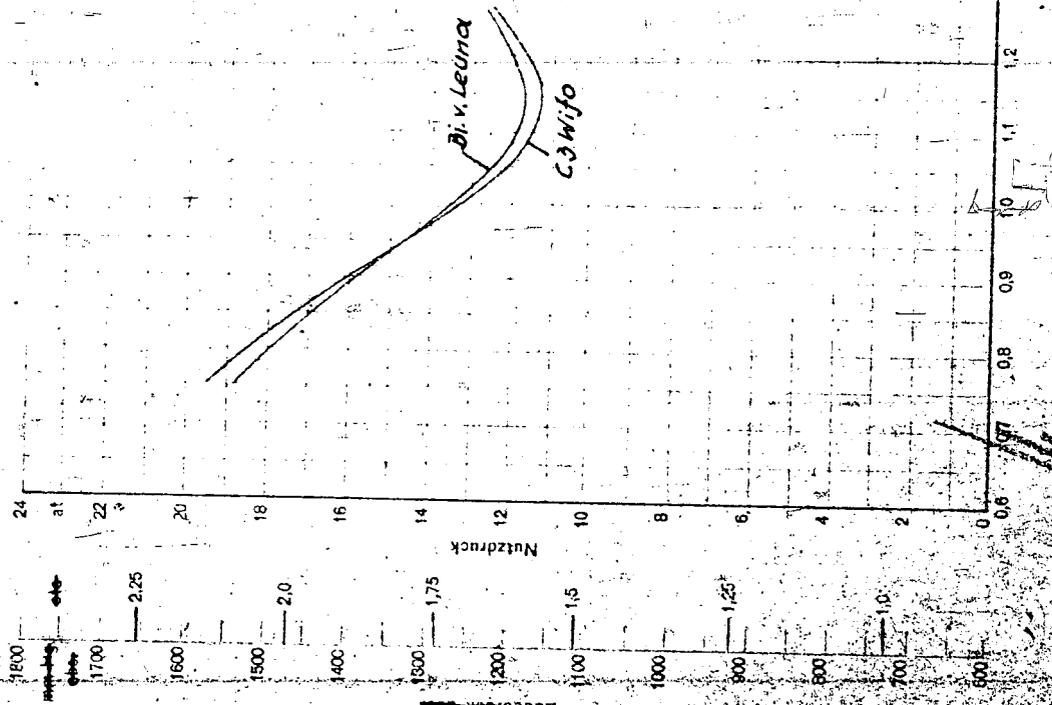
Techn. Prüfstand Oppau

Blatt

### Klopfgrenzkurven nach dem Überladeverfahren

Motormuster: **BMW 132 N** Verdichtungsverh. **6,5**  
Motornummer: Ladelufttemperatur: **130 °C**  
Versuchstag: **15. VII. 44** Zündzeitpunkt: **30** % v. O. T.

Vergl.-Kraftstoff: **C3 Wifo, Br. 3487** Versuch Nr.:  
Prüfkraftstoff: **Dr. v. Leuna, Kanne 1212, 246H** Versuch Nr.:  
Prüfkraftstoff: **Dr. 3537** Versuch Nr.:  
Prüfkraftstoff: Versuch Nr.:  
Prüfkraftstoff: Versuch Nr.:  
Prüfkraftstoff: Versuch Nr.:



1000000006

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft  
Lunawerk bei Rheinfelden  
Zur Kraftstoffprüfung Nr. **T.Pr.S. 3576**  
Urheberschutzrecht n. DIN 34

3046  
30/9.02

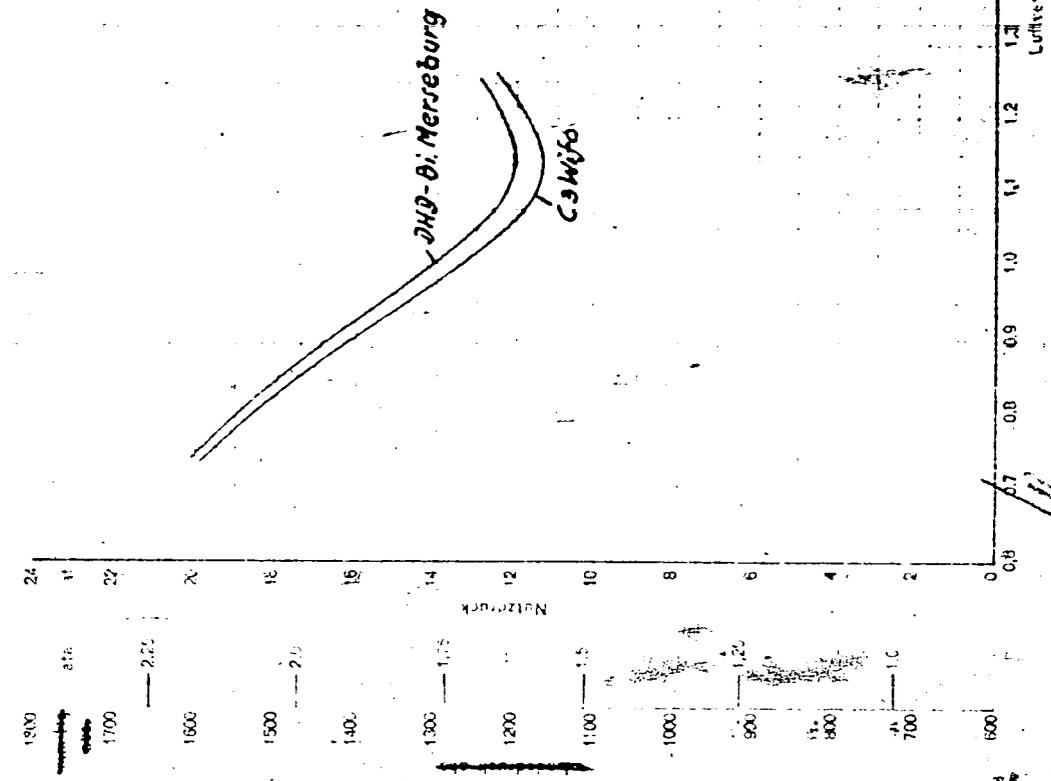
Techn. Prüfstand Oppau

Blatt

### Klopfgrenzkurven nach dem Überladeverfahren

Motormuster: **BMW 132 N** Verdichtungsverh. **6,5**  
Motornummer: Ladelufttemperatur: **130 °C**  
Versuchstag: **14. VII. 44** Zündzeitpunkt: **30** % v. O. T.

Vergl.-Kraftstoff: **C3 Wifo, Br. 3487** Versuch Nr.:  
Prüfkraftstoff: **Dr. v. Merseburg, Kanne 1214, Br. 3532 (238H)** Versuch Nr.:  
Prüfkraftstoff: Versuch Nr.:  
Prüfkraftstoff: Versuch Nr.:  
Prüfkraftstoff: Versuch Nr.:



1000000005

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft  
Lunawerk bei Rheinfelden  
Zur Kraftstoffprüfung Nr. **T.Pr.S. 3270**  
Urheberschutzrecht n. DIN 34

3046  
30/9.02

Techn. Prüfstand Oppau

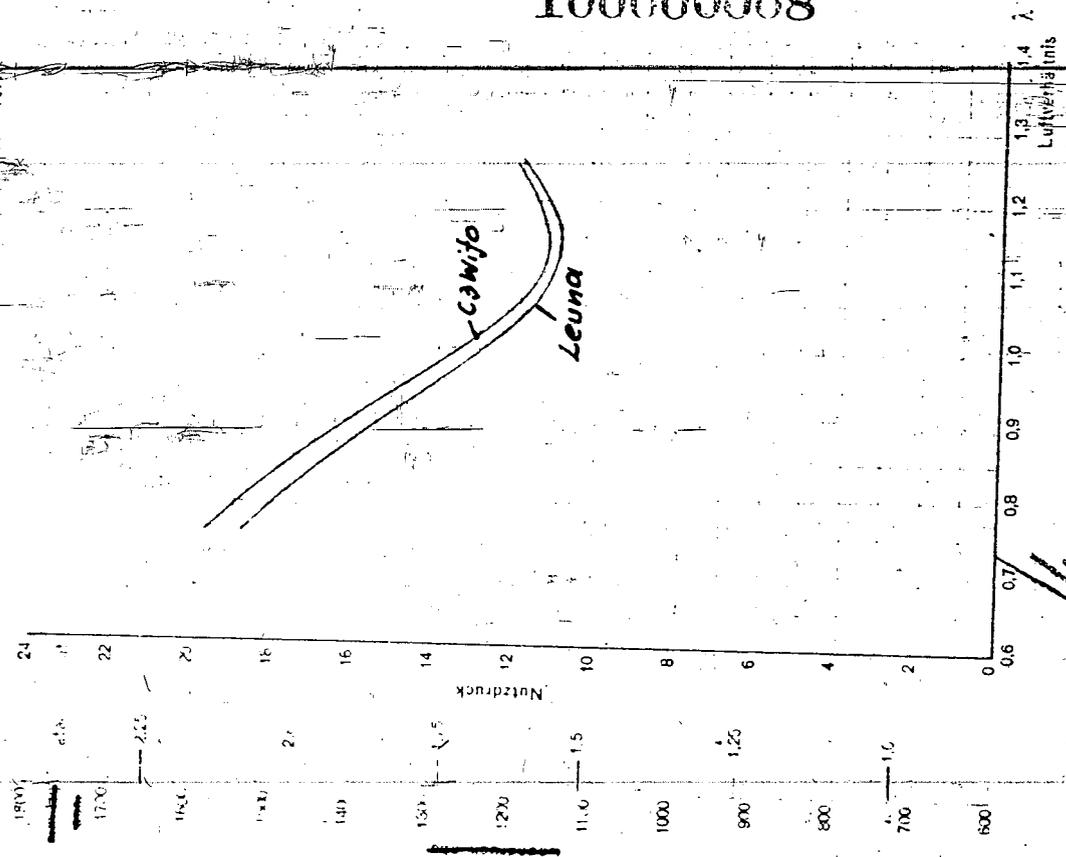
### Klopfgrenzkurven nach dem Überladeverfahren

Blatt

Motormuster: **BMW 132 N**  
Motornummer:  
Versuchstag: **20.12.44**

Verdichtungsverh. **6.5**  
Ladelufttemperatur: **130 °C**  
Zündzeitpunkt: **30 v. D.T.**  
Vergl.-Kraftstoff: **CoWifo, Dr. 3481**  
Prüfkraftstoff: **348-Bi. von Leuna, Dr. 3564, 3174**  
Prüfkraftstoff: **Kamm 1216**  
Prüfkraftstoff:  
Prüfkraftstoff:  
Prüfkraftstoff:

Versuch Nr. 1  
Versuch Nr. 2  
Versuch Nr. 3  
Versuch Nr. 4  
Versuch Nr. 5



100000008

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft  
Ludwigshafen am Rhein  
Zur Kraftstoffprüfung Nr. 3285  
Urheberrechtlich geschützt n. DIN 34

3046-1  
30/4.02

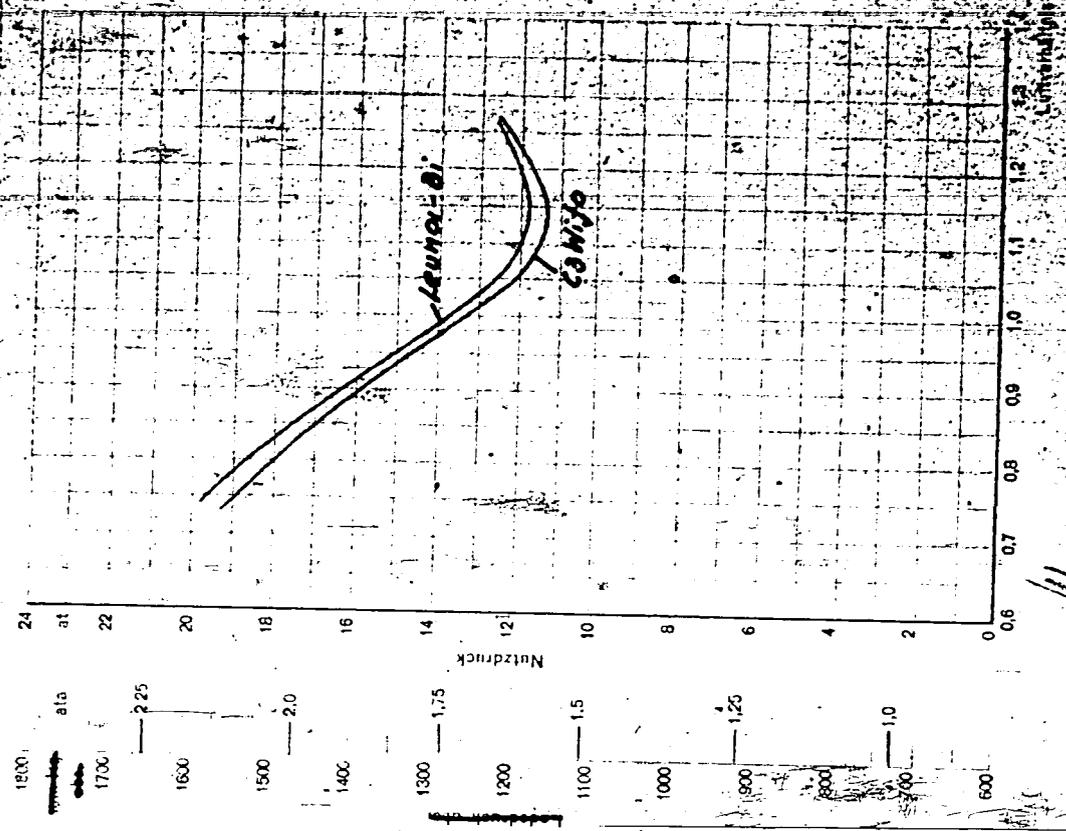
Techn. Prüfstand Oppau

### Klopfgrenzkurven nach dem Überladeverfahren

Motormuster: **BMW 132 N**  
Motornummer:  
Versuchstag: **3.12.44**

Verdichtungsverh. **6.5**  
Ladelufttemperatur: **130 °C**  
Zündzeitpunkt: **30 v. D.T.**  
Vergl.-Kraftstoff: **CoWifo, Dr. 3481**  
Prüfkraftstoff: **Leuna-Bi, Ka. 1280, 3648**  
Prüfkraftstoff: **3649**  
Prüfkraftstoff:  
Prüfkraftstoff:  
Prüfkraftstoff:  
Prüfkraftstoff:

Versuch Nr. 1  
Versuch Nr. 2  
Versuch Nr. 3  
Versuch Nr. 4  
Versuch Nr. 5



100000007

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft  
Ludwigshafen am Rhein  
Zur Kraftstoffprüfung Nr. 3285  
Urheberrechtlich geschützt n. DIN 34

3046-1  
30/4.02

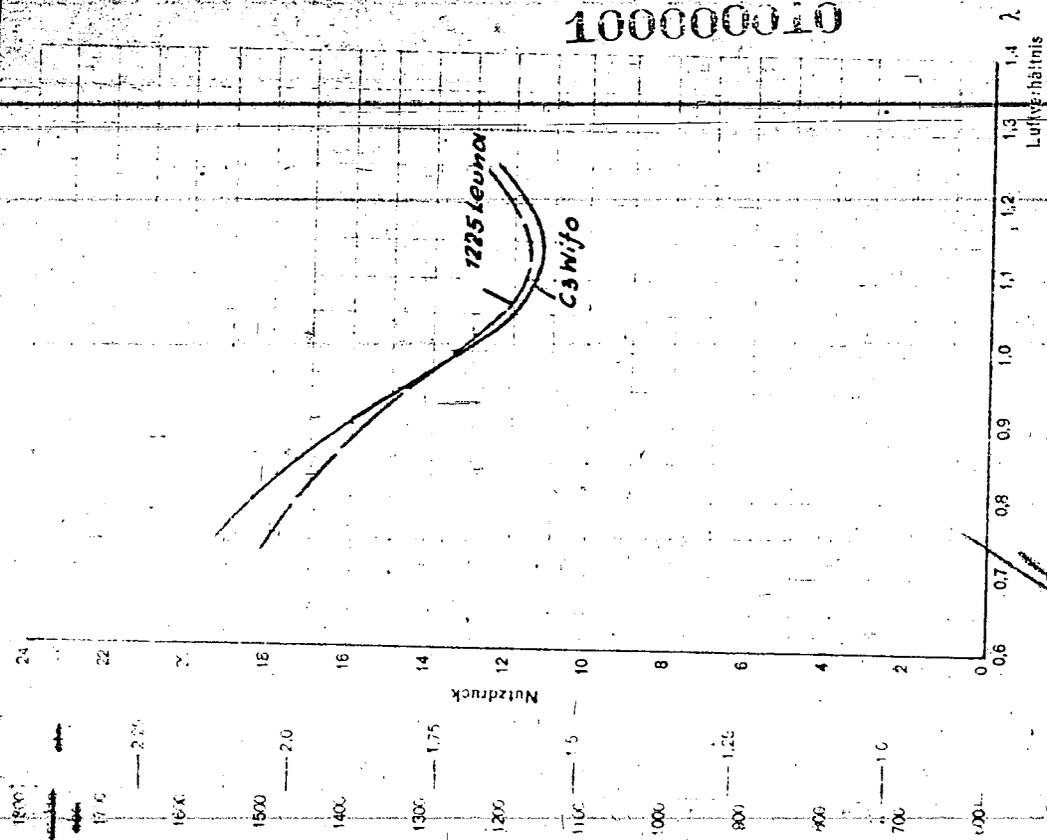
Techn. Prüfstand Oppau

Blatt

### Klopfgrenzkurven nach dem Überladeverfahren

Motormuster: **BMW132 N** Verdichtungsverh: **6,5**  
 Motornummer: Ladelufttemperatur: **130 °C**  
 Versuchstag: **24. V. 44** Zündzeitpunkt: **30 v. O. T.**

Vergl.-Kraftstoff: **C3 Wifo, Br. 3481** Versuch Nr.:  
 Prüfkraftstoff: **DHB-Bi, Leuna 1225, Br. 3390, 3544** Versuch Nr.:  
 Prüfkraftstoff: Versuch Nr.:  
 Prüfkraftstoff: Versuch Nr.:  
 Prüfkraftstoff: Versuch Nr.:  
 Prüfkraftstoff: Versuch Nr.:



100000010

T.G. Farbindustrie Aktiengesellschaft  
 Ludwigshafen am Rhein

Zur Kraftstoffprüfung Nr.

T.Pr.S. 3291

Urheberrechtlich geschützt n. DIN 34

4135-300-112

30461  
30/4.02

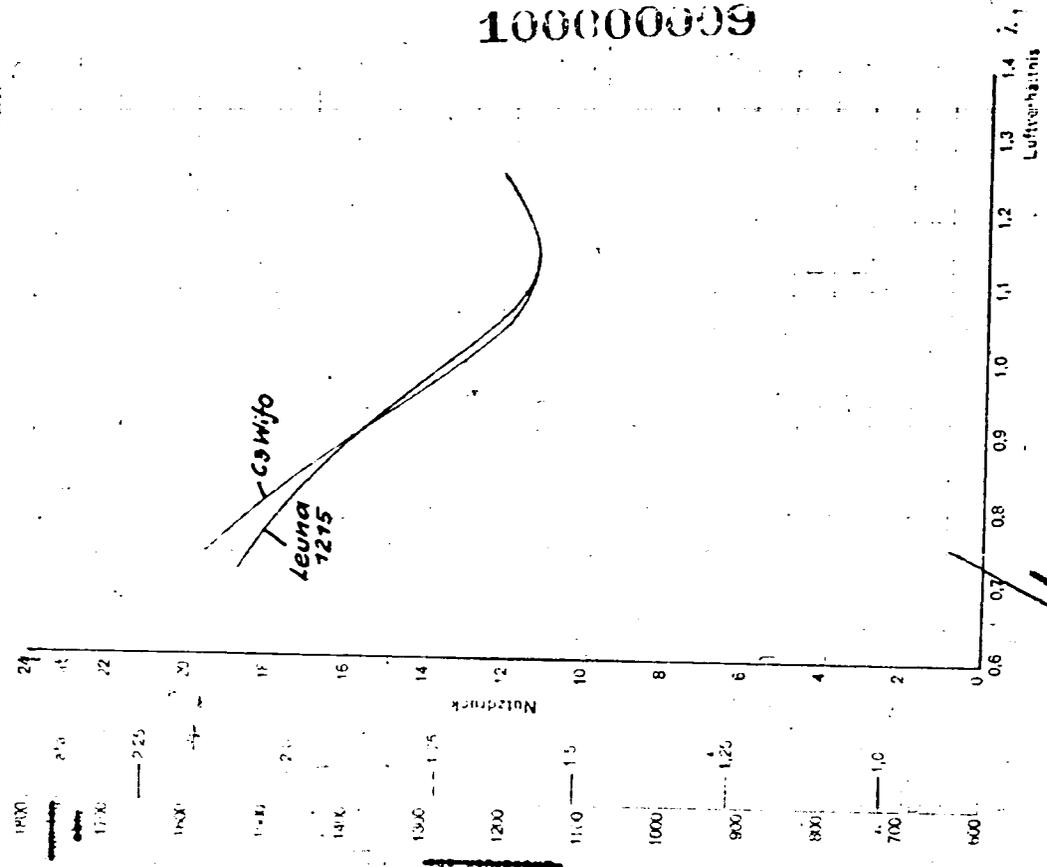
Techn. Prüfstand Oppau

Blatt

### Klopfgrenzkurven nach dem Überladeverfahren

Motormuster: **BMW132 N** Verdichtungsverh: **6,5**  
 Motornummer: Ladelufttemperatur: **130 °C**  
 Versuchstag: **11. V. 44** Zündzeitpunkt: **30 v. O. T.**

Vergl.-Kraftstoff: **C3 Wifo, Br. 3481** Versuch Nr.:  
 Prüfkraftstoff: **DHB-Bi, von Leuna 1215, Br. 3379, 3380** Versuch Nr.:  
 Prüfkraftstoff: Versuch Nr.:  
 Prüfkraftstoff: Versuch Nr.:  
 Prüfkraftstoff: Versuch Nr.:  
 Prüfkraftstoff: Versuch Nr.:



100000009

T.G. Farbindustrie Aktiengesellschaft  
 Ludwigshafen am Rhein

Zur Kraftstoffprüfung Nr.

T.Pr.S. 3288

Urheberrechtlich geschützt n. DIN 34

4135-300-112

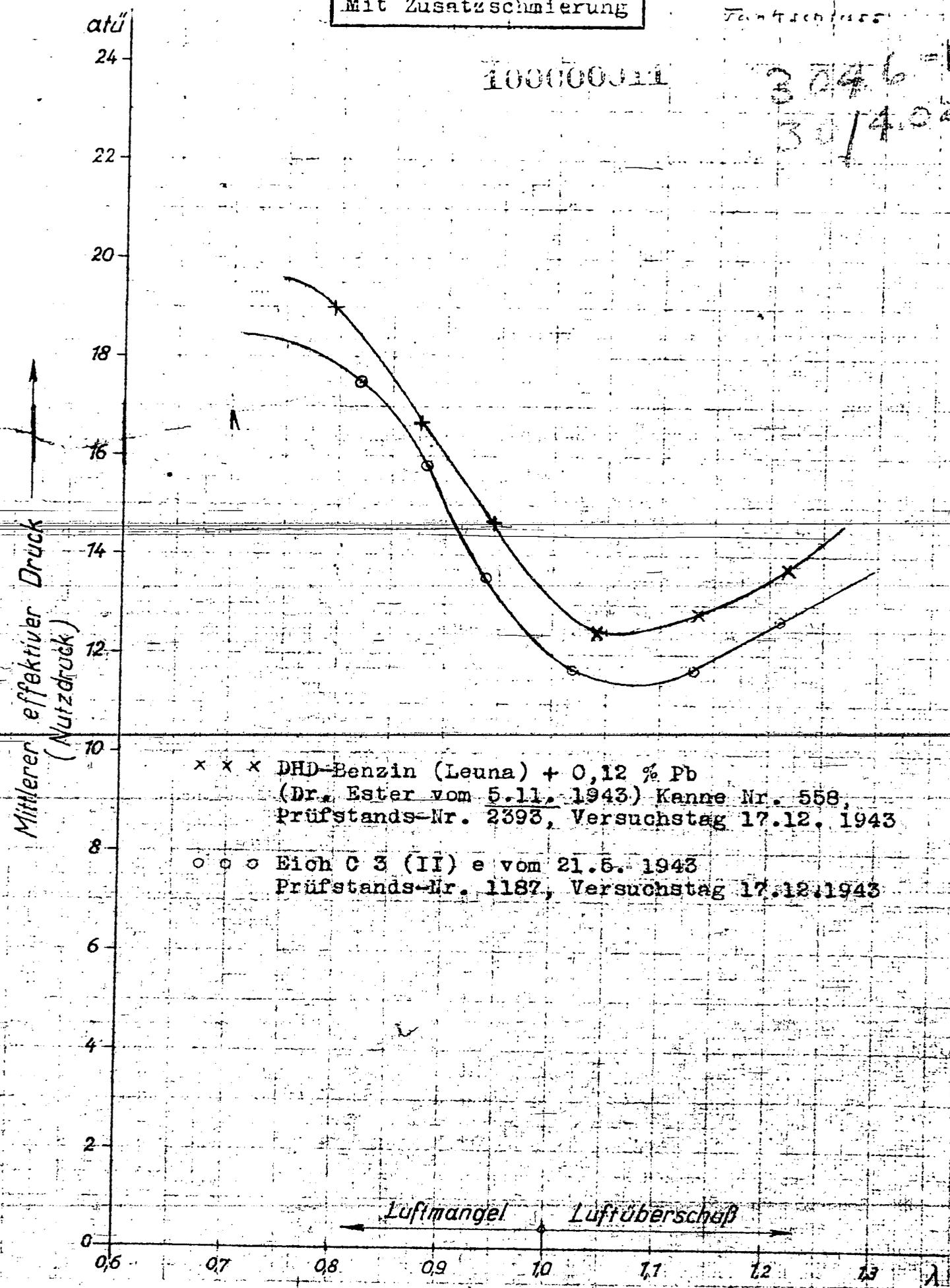
30461  
30/4.02

Klopfgrenzkurven nach dem DVL-Überladeverfahren, vereinf. Bedingungen  
 BMW 132 N, 1500 Umdr., Zündung 30° konst., Ladelufttemp: 130°C.

Mit Zusatzschmierung

Fachschluss

100000011 3046-1  
 30/402



x x x DHD-Benzin (Leuna) + 0,12 % Pb  
 (Dr. Ester vom 5.11. 1943) Kanne Nr. 558,  
 Prüfstands-Nr. 2393, Versuchstag 17.12. 1943

o o o Eich C 3 (II) e vom 21.5. 1943  
 Prüfstands-Nr. 1187, Versuchstag 17.12. 1943

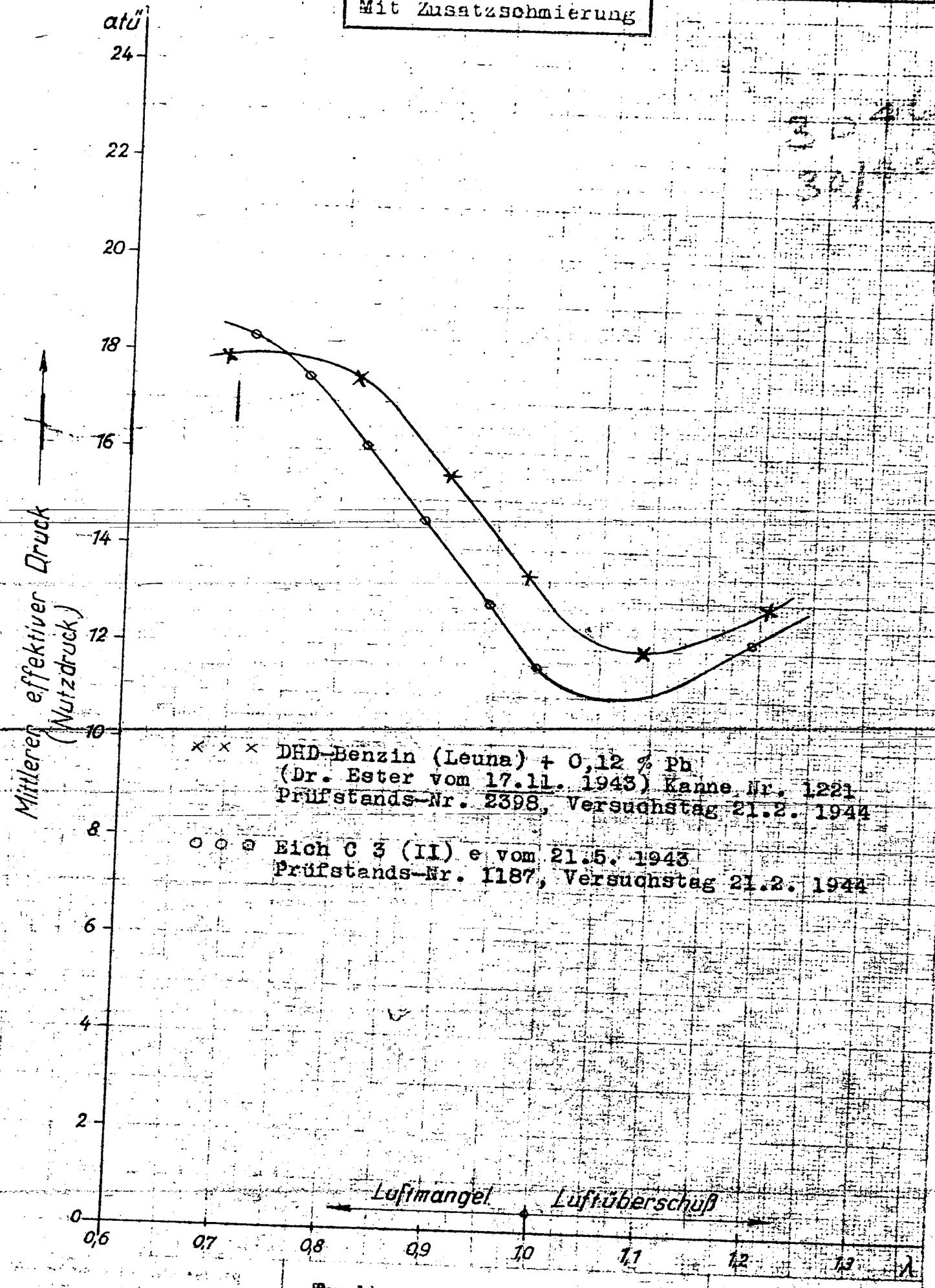
Luftmangel      Luftüberschuss

Treibstoff-Prüfstand Me 75

TV 2169

Klopfgrenzkurven nach dem DVL-Überladeverfahren, vereinf. Bedingungen  
 BMW 132 N, 1500 Umdr., Zündung 30° konst., Ladelufttemp. 130°C

Mit Zusatzschmierung

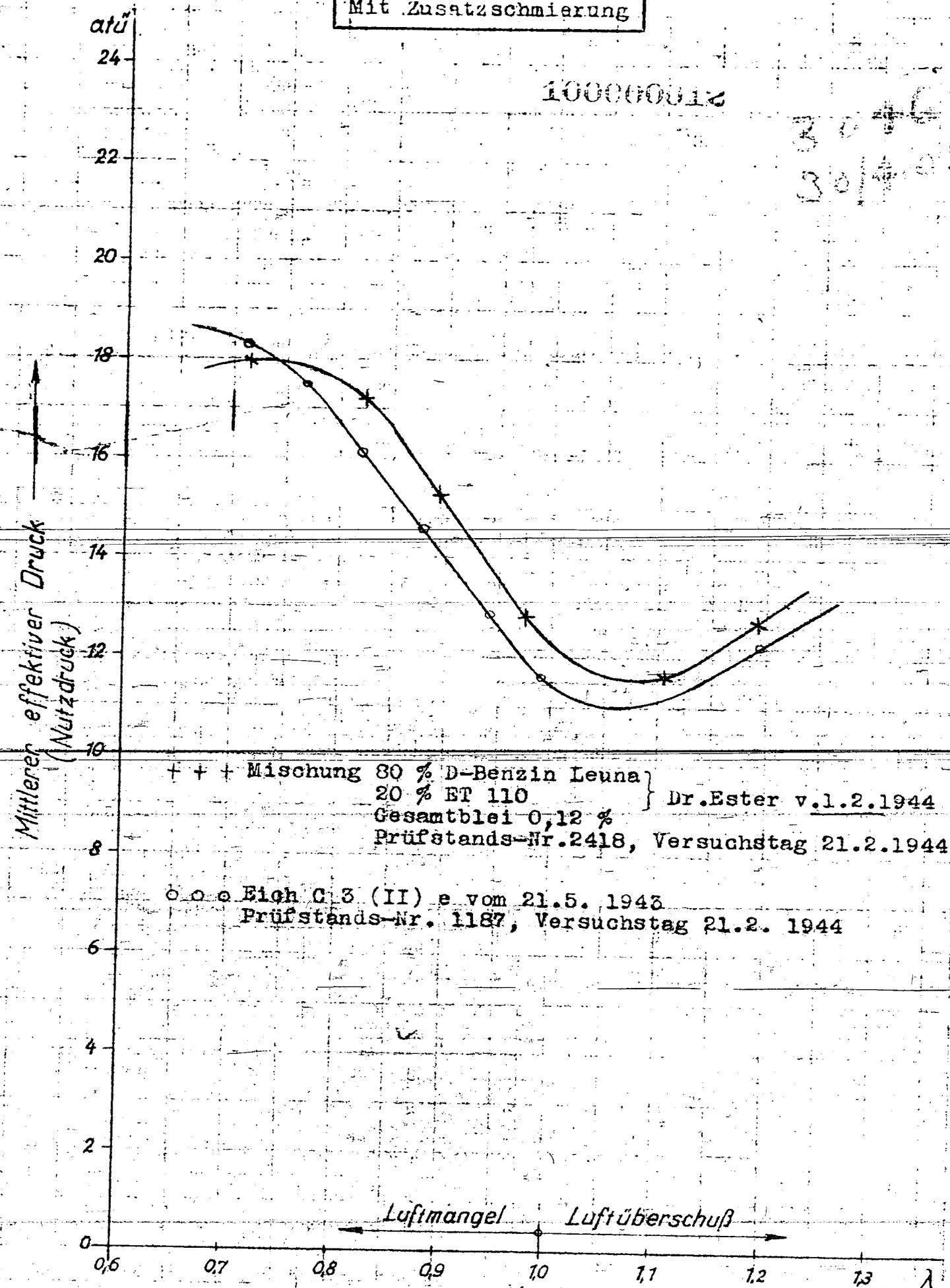


Treibstoff-Prüfstand Me 75

TV 2170

Klopfgrenzkurven nach dem DVZ-Überladeverfahren, vereinf. Bedingungen  
 BMW 132 N, 1500 Umdr., Zündung 30° konst., Ladelufttemp. 130°C.

Mit Zusatzschmierung



+ + + Mischung 80 % D-Benzin Leuna } Dr. Ester v. 1.2. 1944  
 20 % BT 110  
 Gesamtblei 0,12 %  
 Prüfstands-Nr. 2418, Versuchstag 21.2. 1944

o o o Eich C 3 (II) e vom 21.5. 1943  
 Prüfstands-Nr. 1187, Versuchstag 21.2. 1944

Luftmangel      Luftüberschuß

Freibstoff-Prüfstand

TV 2171

Reserve-Mappe.

Abschrift.

100000013

Der Reichsminister der Luftfahrt  
und Oberbefehlshaber der Luftwaffe

Berlin W 8, den 8. Okt. 1943.  
Leipzigerstr. 7

Az.: 85 Nr. 21032/43 geh. GL/A-M II(D)

An das

Ammoniakwerk Merseburg G.m.b.H.,

Berlin N.W. 7,  
Unter den Linden 24.

Betr.: Beschaffenheit und Abnahme des VT 342. (Leuna)

Anlässlich der am 17.9.43 im Leunawerk stattgefundenen Besprechung wurden Ihnen durch die Herren Fl.-Stabsing. o.K. Jurke und Fl.-Haupting. o.K. Wallner für die Beschaffenheit des VT 342 die in den anliegenden vorläufigen Technischen Lieferbedingungen VTL 147 - 404 festgelegten Beschaffenheitsbedingungen als Mindestforderung bekanntgegeben.

Die Festlegung endgültiger technischer Lieferbedingungen für VT 342 ist für einen späteren Zeitpunkt, insbesondere nach dem Vorliegen genügender Erfahrungsunterlagen vorgesehen.

Hinsichtlich des vorgeschriebenen Hemmstoffausatzes wurde vereinbart, dass dieser von Ihrem Werk erst nach erfolgter Anlieferung des bereits bestellten ZV-1 durchgeführt wird.

Die Abnahme und Freigabe der bereits zur Ablieferung gelangenden Produktion erfolgt unter Zugrundelegung der obenangeführten VTL 147 - 404 durch hierzu von Ihnen bevollmächtigte und hier namhaft zu machende Werksangestellte. Die Kosten der Abnahmeuntersuchungen, einschliesslich der motorischen Prüfungen gehen zu Ihren Lasten. Von jeder Tankschlussprobe ist ein 2 Ltr.-Muster an die Untersuchungsstelle des RLM für Flugbetriebsstoffe Derben über Genthin abzusenden.

Es wird gebeten, aus der gegenwärtigen Produktion eine 200 Ltr.-Probe zur Prüfung des Überladeverhaltens an die Deutsche Versuchsanstalt für Luftfahrt, z.Hd. Herrn Dr. Seeber, Berlin-Adlershof, Bestimmungstation Berlin-Adlershof, abzusenden.

Im Auftrag  
gez. Unterschrift.

Anlagen.

Nachrichtlich an:

Deutsche Versuchsanstalt für Luftf. E.V.  
z.Hd. Herrn Dr. Seeber, Adlershof

Wirtschaftliche Forschungsgesellsch.  
z.Hd. Herrn Dr. Kinstädt, Berlin U.S.

Untersuchungsstelle des RLM für Flugbetriebsstoffe, Derben,  
z.Hd. Herrn Fl.-Stabsing. Dr. Kaeppler  
Derben über Genthin  
GL/A-IIIB

TL 147 - 404  
1

Technische Lieferbedingungen für  
inländisches Flugbenzin VT 342.

Okt. 1943

Besteht das 3 Blatt

Allgemeines:

1.) Der Kraftstoff VT 342 ist in dicht verschlossenen und reinen Fässern, Tankwagen oder Kesselwagen anzuliefern.

2.) Der Kraftstoff VT 342 ist in verschlossenen und dicht abgedeckten Behältern abzugeben.  
b.w.

3. Der Kraftstoff muss ein deutsches Erzeugnis sein. Er darf keine Zusätze von straight-run-Erdölbenzin, Crack- oder Polymerbenzin enthalten und muss frei sein von Antiklopffmitteln und Antikorrosionsmitteln.
4. Der Kraftstoff VT 342 muss einen Zusatz des Inhibitors ZV 1 in einer Konzentration von 0,01 Gew. % enthalten. Für ZV 1 gelten die vorläufigen Techn. Lieferbedingungen VTL 147 - 920
- 1
5. Hersteller und alleiniger Lieferer des Kraftstoffes VT 342 ist das Ammoniakwerk Merseburg G.m.b.H. Anforderungen sind zu richten an Ammoniakwerk Merseburg G.m.b.H. Abt. Ole, Berlin N.W. 7, Unter den Linden 24.
- 6.) Für Güteprüfung und Abnahme sind die nachstehenden Prüfverfahren anzuwenden.

Prüfvorschriften  
BVM 1)

Beschaffungsbedingungen

Ausgabe 1942

Ziffer:

Auf- und Durchsicht in einem Reagenzglas von 25 mm

Der Kraftstoff muss wasserklar, frei von ungelöstem Wasser und Säure sein und darf keine festen Fremdstoffe enthalten.

Zusammensetzung: Hydrierbenzin

7070 - 7094	Klopffestigkeit:	O.Z. unverbleit mind.	78
		O.Z. bei 0,09 Vol. % BTÄ mind.	87
		O.Z. bei 0,115 Vol. % BTÄ mind.	89

7230 - 7239 Überladbarkeit: Die Überladekurve des Kraftstoffes muss nach Zusatz von 0,120 Vol. % BTÄ bei der Prüfung in einem vom RLM-GL/A-II zugelassenen Kraftstoff-Überladepfprüfmotor mindestens oberhalb der am Versuchstage gefahrenen Eich-C 3 - Überladekurve im Bereich der Luftüberschusszahlen  $\lambda = 0,75 - 1,3$  liegen.

7055 Dichte bei 15°C: zwischen 0,760 und 0,810 kg/ltr.

7100 - 7113	<u>Sieverhalten:</u>	Siedebeginn nicht unter	40°C
		mind. 10 Vol. % bis	80°C
		" 30 " "	100°C
		" 90 " "	160°C
		Sieende unter	175°C
		Destillationsverlust höchst.	2 Vol. %

s. Ann. 2) Reaktion des Rückstandes: Der nach der Destillation im Kolben verbleibende Rest muss neutral sein.

7290 Anilinpunkt: höchstens 10°C

7130 - 7138 Dampfdruck: höchstens 0,5 at bei 37,8°C

7160 Verdampfungsrückstand: Bei Verdampfung von 100 ccm des Kraftstoffes dürfen höchstens 5 mg Rückstand hinterbleiben.

7190 - 7191 Schwefelgehalt: höchstens 0,05 Gew. %

7220 Jodzahl 3) : höchstens 4 g/100 g

7150 Schmelzpunkt: Der Schmelzpunkt des bis zur Kristallisation abgekühlten Kraftstoffes darf nicht über -60°C liegen.

Prüfvorschriften

BVM 1)

Ausgabe 1942

Ziffer:

Beschaffungsbedingungen

7280 - 7281 Aromatengehalt: 40 - 55 Vol. %

7200 Korrosion: Keine grauen oder schwarzen Flecke oder Anfrassungen beim Kupferblechstreifenverfahren.

siehe Ann. 4) Inhibitor ZV 1 0,01 Gew. %

100000015

Leuna Werke, den 17.9.43.

Anderungen der Lieferbedingungen gegenüber dem uns zugegangenen Entwurf vom Sept. 1942 für VT 340.

1. Zu "Allgemeines":

- 4) Der Kraftstoff VT 140 muss einen Zusatz des Inhibitors ZV 1 in einer Konzentration von 0,01 Gew.-% enthalten. Für ZV 1 gelten die vorläufigen technischen Lieferbedingungen VTL 147 - 920

1

2. Zu "Beschaffensbedingungen": (Entspr. Punkt 1 ändert sich die Angabe betr. Zusammensetzung)

- 2) Die Überladekurve des Kraftstoffes muss nach Zusatz von 0,120 Vol.-% BTA bei der Prüfung in einem vom RLM/GLAM 2 zugelassenen Kraftstoff-Überlademotor bis oberhalb der am Versuchstage gefahrenen Eich C 3 - Überladekurve im Bereich der Lüftüberschusszahlen  $1 = 0,75 - 1,3$  liegen.

- 5) Die geforderte Überladbarkeit des Kraftstoffes VT 140 gegenüber Eich-C3 gilt für folgende Zusammensetzung:

80 Vol.-% VT 140

20 Vol.-% ET 110

+ 0,120 " " BTA.

Sie verhalten:

mindestens 10 Vol.-%  $-80^{\circ}$  (statt vorher  $75^{\circ}$ ) mindestens 90 %  $-160^{\circ}$  (statt früher 95%  $-165^{\circ}$ )

A.P. höchstens  $10^{\circ}$  statt früher  $-5$  bis  $+10^{\circ}$ .

Aromatengehalt 40 - 55 Vol.-% (statt früher 45 - 55 Gew.-%).

Inhibitor ZV 1 0,01 Gew.-%

"Anmerkung:"

- 1) Die Bauvorschriften für Flugmotoren (B.V.I.) "Prüfvorschriften für Flugmotorenkraftstoffe" können bei der Zentrale für wissenschaftliches Berichts-wesen (ZWB) bei der DVL Berlin, Adlershof, Rudower Chaussee 16/25 bezogen werden.

- 2) Der wässrige Auszug darf Phenolphthalein nicht röten. Nach Zugabe von 1 Tropfen n/10 NaOH muss Rotfärbung eintreten.

- 3) Einwaage von 0,4 bis 0,8 g und Zusatz von 5 ccm Salzsäurelösung.

- 4) 200 ccm Kraftstoff werden 3 mal mit je 40 ccm 10% iger Natronlauge geschüttelt, die Phenolatlaugen vereinigt und mit Äther aus ihnen die Neutralölle entfernt. Der Äther wird anschliessend mit 40 ccm-Lauge nochmals entphenoliert. Die gesamten Laugenauszüge gibt man darauf in einen 500 ccm Fraktionierkolben, in den man bis zur Neutralisation der Lauge Kohlensäure einleitet. Daraufhin wird unter weiterem Einleiten von Kohlensäure zum Sieden erhitzt, und über einen Liebig-Kühler-Vorstoss in einem eisgekühlten Jodzähl-Kolben überdestilliert. Nachdem bis fast zur Trockene destilliert worden ist, gibt man nochmals destilliertes Wasser in den Kolben und treibt weitgehend ab. Kühler und Vorstoss werden mit Wasser nachgespült. Zu der verdünnten wässrigen Phenollösung im Jodzähl-Kolben gibt man einen Überschuss an n/10 Natriumbromid-Natriumbromat-Lösung ( $5 \text{ NaBr} + \text{NaBrO}_3$ ) und 10 ccm konz. Salzsäure. Nach 1/4stündigem Stehen werden 15 ccm  $10^3$  ige Kalium-Jodid-Lösung, die man schon vorher zum Abdichten des Schliffstopfens in den Halskragen des Jodzähl-Kolbens gegeben hat, zgedrückt. Die dem unverbrauchten Brom äquivalente Menge Jod titriert man mit n/10 Natriumthiosulfatlösung zurück.

b.w.

Zur Berechnung benutzt man den Faktor 108, unter der Annahme, dass das mittlere Molekulargewicht des Hemmstoffes dem Molekulargewicht des Kresols (108) entspricht und bei der Bromierung ein Tribromderivat entstanden ist. Der Gehalt an ZV1 im Kraftstoff berechnet sich demnach nach der Formel  $\text{Gew.}\% \text{ ZV 1} =$

$$\frac{\text{Verbrauch ccm n/10 Bromid - Bromat - Lösung} \times 0,0018 \times 100}{200 \times \text{Dichte des Benzins}}$$

$$= \frac{\text{Verbrauchte ccm n/10 Bromid - Bromat - Lösung} \times 0,0009}{\text{Dichte des Benzins.}}$$

3046-1  
30/4.02

Anmerkungen:

- 1.) Die Bauvorschriften für Flugmotoren (BVM) "Prüfvorschriften für Flugmotoren-Kraftstoffe können bei der Zentrale für wissenschaftliches Berichtswesen (ZWB) bei der DVL, Berlin-Adlershof, Rudower Chaussee 16/25 bezogen werden.
- 2.) Der wässrige Auszug darf Phenolphthalein nicht röten. Nach Zugabe von einem Tropfen n Na OH muss Rotfärbung eintreten.
- 3.) Einwaage von 0,4 bis 0,8 g und Zusatz von 5 ccm Manuallösung.
- 4.) 200 ccm Kraftstoff werden dreimal mit je 40 ccm 10 %iger Natronlauge geschüttelt, die Phenolatlaugen vereinigt und mit Aether aus ihnen die Neutralöle entfernt. Der Aether wird anschliessend mit 40 ccm Lauge nochmals entphenolisiert. Die gesamten Laugenauszüge gibt man darauf in einen 500 ccm Fraktionierkolben, in den man bis zur Neutralisation der Lauge Kohlensäure einleitet. Daraufhin wird unter weiterem Einleiten von Kohlensäure zum Sieden erhitzt, und über einen Liebig-Kühler und Vorstoss in einen eisgekühlten Jodzähl-Kolben überdestilliert. Nachdem bis fast zur Trockene destilliert worden ist, gibt man nochmals destilliertes Wasser in den Kolben und treibt weitgehend ab. Kühler und Vorstoss werden mit Wasser nachgespült. Zu der verdünnten wässrigen Phenollösung im Jodzählkolben gibt man einen Überschuss an n/10 Natriumbromid-Natriumbromat-Lösung ( 5 H<sub>2</sub>O + H<sub>2</sub>BrO<sub>3</sub> ) und 10 ccm konz. Salzsäure. Nach 1/4 stündigem Stehen werden 15 ccm 10 %ige Kaliumjodidlösung, die man schon vorher zum Abdichten des Schliffstopfens in den Halskragen des Jodzählkolbens gegeben hat, zugefügt. Die dem unverbrauchten Brom äquivalente Menge Jod titriert man mit n/10 Natriumthiosulfatlösung zurück.  
Zur Berechnung benutzt man den Faktor 108, unter der Annahme, daß das mittlere Molekulargewicht des Brennstoffes dem Molekulargewicht des Kresols (108) entspricht und bei der Bromierung ein Tribromderivat entstanden ist. Der Gehalt an ZV 1 im Kraftstoff berechnet sich demnach nach der Formel:

$$\text{Gew. ZV 1} = \frac{\text{Verbrauchte ccm n/10 Bromid-Bromat-Lösung} \times 0,0018 \times 100}{290 \times \text{Dichte des Benzins}}$$

$$= \frac{\text{Verbrauchte ccm n/10 Bromid-Bromat-Lösung} \times 0,0009}{\text{Dichte des Benzins}}$$

- 5.) Die geforderte Überladbarkeit des Kraftstoffes VT 342 gegenüber Eich C 3 gilt für folgende Zusammensetzung:

80 Vol. % = VT 342  
 20 Vol. % = ET 110  
 + 0,120 " % = BTA

Bag 3046-2

Target 30/4.02

200000018

Correspondence on Catalyst  
Requirements and Manufacturing

DHD, Leuna

~~Open for instructions to DHD~~  
~~Y. H. [unclear]~~

Falls nicht empfangen,  
leihen lassen, kein Rückhalt!

18. April 1944

**Geheim!**

1. Dies ist ein Staatsgeheimnis im Sinne des § 88 R. S. G. B.
2. Weitergabe nur verhältnissmäßig bei Postbefreiung als Einzelsachen!
3. Aufbewahrung unter Deckung des Empfängers unter gesichertem Verschluss!

Abteilung für  
Wirtschaftlichkeitsprüfung  
Dr. KZ/P.

Leuna-lerke, den 14.4.1944  
Aktennotiz Nr.: 2905  
Exemplar Nr.: 15

Besprechungsbericht:

Betr.: Tonerdekontakt  
Besprechung in Lu am 5.4.44

Anwesend:

200000019

Herrn Dir. Dr. Pior  
Dr. Simon  
Dr. Anthes  
Dr. Donath  
Dr. v. Finer  
Dr. Öttinger  
Dr. Peters  
Dr. Scheiner

Lu

Dir. Dr. Giesen  
Dr. Häding

-Leuna-

Es hat sich aus verschiedenen Gründen als zweckmässig erwiesen, für das Alkylatverfahren die Lebensdauer des Kontaktes von 400 Dehydrationsstunden auf 300 Dehydrationsstunden herabzusetzen. Das hat zur Folge, dass entsprechend mehr Kontakte benötigt wird. Zur Deckung des Schryverbrauchs soll eine Tonerdefabrikationsanlage in Heydebreck erstellt werden. Da die Fertigstellung dieser Anlage, die einschliesslich Verformung errichtet werden soll, längere Zeit dauern dürfte, wäre es wünschenswert wenn für die DHD-Kontakte auf Aluminattonerde verzichtet und lediglich mit Sulfattonerde gefahren werden könnte. Ebenso wäre ein Ersatz von Aluminattonerde durch Sulfattonerde für die verschiedensten Zwecke anzustreben. Hierzu wurde erläutert, dass auf Einsatz von Aluminattonerde für das DHD-Verfahren nicht verzichtet werden kann, da Sulfattonerde im DHD-Verfahren zwar bessere Ausbeuten jedoch kürzere Periodendauer zur Folge hat. Als Beispiel wurde genannt, dass bei Erdölbenzin mit Sulfattonerde eine Periodendauer von 60 Stunden, bei Aluminattonerde eine solche von 100 Stunden gefahren werden kann. Es ist bisher an keiner Stelle eine DHD-Kammer mit reiner Sulfattonerde gefahren worden. Dies soll erstmalig in der 2. DHD-Kammer in Leuna geschehen. Aufgrund der hier gewonnenen Erfahrungen wird man dann beurteilen können, ob es möglich ist, mit reiner Sulfattonerde den DHD-Prozess durchzuführen, oder ob man auf lange Sicht genötigt sein wird, Aluminattonerde mit einzusetzen zu müssen.

Demäss Aktennotiz vom 10.2.44 von Lu betr. Tonerdeerzeugung für DHD- und Alkylatkontakt ergeben sich für die Deckung der Sulfattonerde folgende Kapazitäten:

200000020

- 2 -

Pölitz	15 m <sup>3</sup> /Monat
Lu	30 m <sup>3</sup> / "
Op 802 <sup>+</sup> )	90 m <sup>3</sup> / "
Summe	135 m <sup>3</sup> /Monat

Weiterer Bedarf an Sulfattonerde  
besteht für Vorhydrierungskontakt.  
Hierfür ist eine Kapazität von  
handen von in

Pölitz	30 m <sup>3</sup> /Monat
Summe	165 m <sup>3</sup> /Monat = <u>1 980 m<sup>3</sup>/Jahr</u>

Dieser Kapazität steht ein Verbrauch für DHD-Kontakt von

	950 m <sup>3</sup> /Jahr
Vorhydrierungstonerde	400 m <sup>3</sup> /Jahr
Summe	1 350 m <sup>3</sup> /Jahr gegenüber

Wenn man unterstellt, dass einerseits der Verbrauch für Vorhydrie-  
rungskontakt insbesondere durch die in Aussicht genommene Umstel-  
lung in Zeite noch weiter ansteigen kann, auf der anderen Seite  
DHD-Anlagen wahrscheinlich in dem geplanten Ausmass nicht in Be-  
trieb kommen werden, kann man wohl zunächst noch annehmen, dass  
die Grössenordnung des Verbrauches richtig ist. Nach vollständi-  
gem Ausbau der Sulfattonerdeanlage besteht also eine Überkapazität  
von 630 m<sup>3</sup>. Wenn auch in praxi wahrscheinlich aus verschiedensten  
Gründen nicht mit dieser vollen Überschussmenge gerechnet werden  
kann, ersieht man aus der Zahl doch, dass es lohnend ist, zu ver-  
suchen, Sulfattonerde an möglichst viel verschiedenen Stellen ein-  
zusetzen und gegen Aluminattonerde auszutauschen.

Verteiler:

Dir. Dr. Pier 3x  
Dir. Dr. Müller-Conradi  
Dr. Dietzel 3x

Dir. Dr. Riesen 3x  
Dir. Dr. Herold 2x  
Dir. Dr. Schunck  
AMP Me  
AMP Berlin

Das Original ist eine Kopie des Originals.

Wappi Kontakt.

200000021

30. März 1944

Ber. Füllplan für Pillenkontakt  
7935 gemäß versch. GröÙen  
in Zyklenlänge.

Büro Dr. Schneider

Werkzeugwerk Herschburg G.m.b.H.,  
S.H.v. Herrn Dr. Heiters,

(10) Leuna Werke.  
(Kreis Herschburg)

Schuck
Kuppig
Schick
Dorn
Hahn
Deiters
Jolles

J 4  
3046-4  
30/4.02

Abt. Hydrierung 4.3.44  
Dr. Schick/Dr. Deit/Kö.

HOCHBEREICH VERBUND 47 März 1944 Do/De  
P/LW 1

K 7935-Pillen.

In Beantwortung Ihres Schreibens vom 4. ds. Mts. sollen wir Ihnen mit, dass ein Durchschnitt der 130 Fass K 7935 aus Zolitz in 1 1 und dass Einzelpartien im 100-ccm Ofen geprüft wurden und dabei gleichmäÙige Aktivität ergaben. Bei dieser Prüfung im 100-ccm Ofen kann jedoch der Unterschied zwischen den 10 mm hohen und 3 mm hohen Pillen, aus denen die Zolitzer Lieferung besteht, nicht ermittelt werden. Auf Grund unserer sonstigen Erfahrung sind die 3 mm hohen Pillen aber aktiver. Wir empfehlen die 10 mm hohen Pillen möglichst in die vorderen Ofen 1 und 2 und in die Ofen 3 und 4 möglichst nur kurze Pillen (höhere Fassnummern) einzufüllen.

Zu der Frage im letzten Absatz Ihres Briefes können wir aus Grund von Versuchen in 1 1 Ofen nur schätzungsweise sagen, dass die Zykluslänge der Ka 2 mit K 7935 etwa bei 60 Stunden liegen dürfte und eine um etwa 2 % höhere Ausbeute zu erwarten ist. Diese Zahlen stammen aus Eichversuchen mit Erdölbenzin das auf einem Abstreifer mit 65 % aromaten gefahren wurde.

In der hiesigen Grossapparatur hat sich der Kontakt 7935 bei reinbenzenzin bewährt. Bei Erdölbenzin wurden bei 60 Stunden Zyklen bessere Ausbeuten als mit K 736 erzielt. In unserer Kaskade 607 war K 7935 in Ofen 2 ein Jahr in Betrieb. In Ofen 1 ist die Betriebsdauer über 1 Jahr. Mit 7935 in Ofen 1 und 2 und K 7360 in Ofen 3 und 4 wurde auch mit Erdölbenzin hohe Zyklusdauer und Ausbeute (etwa wie mit K 7360 allein, obwohl ein strenger Vergleich fehlt) erreicht.

Wir hoffen, Ihnen mit diesen Angaben gedient zu haben und werden Sie über weitere Ergebnisse informieren.

Heil Hitler!  
I.G. FARBEW-INDUSTRIE AG FARBW-UNTERNEHMEN

- x) Fass 1-130
- xx) " 131-180

*Herrn Kammer 2*

Louna Werke, den 6. März 1944. D. Deif/Rö.

200000022

Telefonnotiz.

*304/10  
30/1000*

Betr.: DHD-Kontaktpillen für Kammer 2.

Die Verteilung des von Pölitz gelieferten Kontaktes auf die Reaktionsöfen 1 - 4 ist nicht durch unterschiedliche Aktivität, sondern lediglich durch verschiedene Pillengrösse bedingt. Es wurden Chargen von 10 mm und solche von 8 mm Pillenhöhe geliefert. Es empfiehlt sich, die kleineren Pillen wegen der höheren Aktivität in den 4. Ofen und falls dann noch ein Überschuss besteht, in den unteren Teil des 1. und 2. Ofens einzubauen.

Auf Bitte um Auskunft über die Erfahrungen mit dem gepillten Kontakt teilte Dr. Donath mit, dass zu den uns bereits übermittelten Erkenntnissen inzwischen keine neuen hinzugekommen seien. Der Kontakt bedarf einer höheren Temperatur als der stückige und lässt eine wesentlich geringere Periodenlänge zu. Dieser Nachteil wird durch die etwas höhere Ausbeute nicht ausgeglichen, sodass der gepillte Kontakt bezüglich der gesamten Produktionshöhe als ungünstig bezeichnet werden muss.

Die durch Dr. Schmidt mitgeteilte Äusserung von Herrn Dir. Dr. Pier, dass eine Schädigung der Kontaktaktivität durch Pressen der Pillen anzunehmen sei, gibt lediglich eine persönliche Ansicht von Herrn Dir. Dr. Pier wieder, die nach Aussage von Herrn Dr. Donath bisher durch Versuchsergebnisse nicht begründet werden konnte.

Ø: Dir. Dr. Schunck/Dr. Becker  
Dr. Schick/DHD.

200000023

Leuna Werke, den 6. März 1944. Dr. Dei/Rö. - 2

M e m o .

Betr.: Notizen aus Bericht 2242 von der Tonerdebesprechung in Oppau am 6.7.43.

Da erwiesen ist, dass ein Alkali-Gehalt über 0,1 % (das wurde als die äusserst zulässige Natriummenge festgestellt) die Kontaktaktivität herabsetzt, ist zu prüfen, ob auf irgend eine Weise während des Betriebes mit unserem Produkt noch Alkali hineingelangen kann.

Der Vorteil des gepillten Sulfat-Kontaktes liegt darin, dass sein Molybdängehalt direkt mit Schwefelsäure regenerierbar ist.

Dr. Donath über Ausprüfung der Tonerde für DHD:

Es werden für jeden Kontakt 6 Perioden von je 8 Stunden und 1 Dauerversuch mit der Temperaturgrenze = 535° ausgeführt. Einspritzung = Erdölbenzin mit 28 % Naphthenen und 23 % Aromaten. Typisch für den Kontakt sind die zur Herstellung eines Abstreifers mit 65 % Aromaten erforderliche Temperatur und die Anteile bis 100°, die die Krackung kennzeichnen.

Sulfattonerde gibt bei gleicher Aktivität (65 % Aromatenerzeugung bei einer bestimmten Temperatur) höhere Ausbeute, erlaubt jedoch nur eine kürzere Zyklusdauer, 70 statt 120 Stunden. Die Sulfattonerde bildet weniger Koks, ist dafür aber empfindlicher gegen Koksablagerung.

Die Aktivität eines Kontaktes wird in Lu nach folgenden Kriterien beurteilt.

1. Bei welcher Temperatur werden 65 % Aromaten gebildet. 2. Binnen welcher Reaktionszeit wird bei Erzeugung von 65 % Aromaten die Temperatur = 530° erreicht.

b.w.

Tonerde-Arten

200000024

- 1.) Nitrat-  $3\text{NH}_4(\text{OH}) + \text{Al}(\text{NO}_3)_3 \longrightarrow \text{Al}(\text{OH})_3 + 3\text{NH}_4\text{NO}_3$
- 2.) Chlorid-  $\text{AlCl}_3 - 6\text{H}_2\text{O} \xrightarrow{150-200^\circ} \text{Al}(\text{OH})_3 + 3\text{HCl} + 3\text{H}_2\text{O}$
- 3.) Aluminat-  $\text{Al O O Na} + \text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{Al}(\text{OH})_3 + \text{NaNO}_3$   
(Mc)
- 4.) Ammonnitrat-  $\text{Al O O Na} + \text{NH}_4\text{NO}_3 + \text{H}_2\text{O} \longrightarrow \text{Al}(\text{OH})_3 + \text{NH}_3 + \text{NaNO}_3$

# AMMONIAKWERK MERSEBURG

Gesellschaft mit beschränkter Haftung

Herrn Dr. Pichler, Me 870. LEUNA-WERKE (KREIS MERSEBURG)

200000025

Dr. Dei/K8. den 12. Januar 1944.

## Kontaktverbrauch DHD.

Wir teilten Ihnen am 1.11.43 mit, dass der Kontaktverbrauch in der DHD-Anlage 0,366 kg/to DHD-Benzin beträgt. Dieser Angabe lag die Annahme einer Lebensdauer von 1 Jahr zu Grunde, mit der wir nach Mitteilung von Herrn Dr. Ober über die Verhältnisse in Moosbierbaum rechnen zu können glaubten. Auf Grund einer Besprechung mit Dr. Ober am 8.1.44 sind wir nun zu der Ansicht gekommen, dass der Vergleich des DHD- mit dem HF-Betrieb bezüglich der Kontakt-Lebensdauer wegen der Verschiedenheit des Betriebs-Rhythmus nicht ohne weiteres möglich ist. Wir möchten daher eine Lebensdauer von 8 Monaten annehmen und legen diese Zahl einer neuen Berechnung zu Grunde. Der Kontaktverbrauch beläuft sich demnach auf 0,55 kg/to DHD-Benzin.

Ø: Akten DHD.

*Schunck*  
gez. Dr. Schunck

Konzeptplan für Wa I □ □ □ □

200000026

7 Ringe 3 mm  
mit 10 mm Ringweite

propor Stem II

III

IV

1000 Ringe

7.7 m<sup>3</sup>

6852 III

(3. Qual.)

4.7 m<sup>3</sup>

5931 III

(2. Qual.)

5.7 m<sup>3</sup>

5931 III

(2. Qual.)

5.4 m<sup>3</sup>

5931 I

(1. Qual.)

8.3 m<sup>3</sup>

6852 III

(3. Qual.)

10.8 m<sup>3</sup>

5931 I

(1. Qual.)

2.5 m<sup>3</sup>

6108

1000 Ringe

[Ringe, Hart, Ton  
> 25 mm außen]

1000 Ringe  
mit 10 mm Ringweite

1

# AMMONIAKWERK MERSEBURG

Gesellschaft mit beschränkter Haftung

LEUNA WERKE (KREIS MERSEBURG)

Stickstoff-Abteilung

An die Kontaktfabrik  
z.Hd. von Herrn Dr. Hill

Me 997

200000027

Dr. Dei/KB.

16.12.1943

## Kontaktbedarf DHD-Leuna.

Da beabsichtigt ist, die 2. Kammer der DHD-Anlage Leuna versuchsweise mit dem gepillten Kontakt 7360 L zu füllen, wurde mit der Hochdruckversuchsabteilung Lu wegen der Lieferung dieses Materials Fühlung genommen. Anfänglich bestanden Bedenken bezüglich der Leistungsfähigkeit der Kontaktfabrik Ludwigshafen. Gelegentlich einer Besprechung am 10. Dezember 1943 wurde jedoch nun mitgeteilt, dass bis zum 1. Februar 1944 die erforderlichen 51 cbm 7360 L geliefert werden können.

Für die Beschickung der Kammern 3 und 4 und die später erforderlichen Nachfüllungen ergeben sich ebenfalls einige Änderungen infolge der Terminverschiebung, einer Abänderung der Ofenvolumina und der Annahme einer längeren Kontakt-Lebensdauer. Wir bitten daher die Kontaktfabrik Leuna, ihr Produktionsprogramm für die DHD-Anlage gemäss folgendem vorläufigem Bedarfsplan für das Jahr 1944 einzurichten

Termin:	Füllung	Kontaktbedarf cbm		Art des Kontaktes (Tränkung mit 55-80 gr./l MoO <sub>3</sub> .)	Hersteller
		Reaktion	Raffination		
1.2.1944	Kammer II	42	9	gepillt (10 mm)	Lu
1.5.1944	" III	42	9	stückig (6-12 mm)	Me
1.7.1944	" IV	42	9	" "	"
1.7.1944	Austausch Ka. I	42	9	" "	"

Die für die Entwicklung des DHD-Verfahrens verantwortliche Hochdruckversuchsabteilung Ludwigshafen ist, wie bisher, der Ansicht, dass die Kantenlänge des stückigen Kontaktes die Grenzen 6 und 12 mm nicht überschreiten darf. Es wird daher die Forderung gestellt, dass auf keinen Fall ein Kontakt grösserer Körnung in die DHD-Anlage Leuna eingebaut wird.

Der Transport von Ludwigshafen soll nach Möglichkeit in eigenen Fässern der DHD-Anlage erfolgen. Zu diesem Zweck werden sämtliche zur Verfügung stehenden Fässer sobald wie möglich an die Kontaktfabrik Ludwigshafen geschickt. Der in Leuna hergestellte Kontakt soll nach der Anlieferung in Holzfässer umgefüllt werden, so dass damit gerechnet werden kann, dass die Mauserfässer sofort wieder zur Verfügung stehen. Diese Frage ist durch Absprache noch zu klären.

Ø: Kontaktfabrik Lu  
Hochdruckversuche Lu / Dr. Becker, Lu  
A.W.P. Me/Dr. Käding  
Dr. Schunck / Dr. Becker / Dr. Schick / DHD.  
Dr. Pichler.

Durchschlag für:

# AMMONIAKWERK MERSEBURG

200000028

Gesellschaft mit beschränkter Haftung  
LEUNA WERKE (KREIS MERSEBURG)  
Stickstoff-Abteilung

## Aktennotiz.

Besprechung in Ludwigshafen am 10.12.43.

Teilnehmer: Dr. Donath, Dr. Nonnenmacher, Dr. Reitz, Dr. Rotter,  
Dr. Becker - Lu, Dr. Scheiner (zeitweise)  
Dr. Deiters.

Betr.: DHD.-Leuna.

### 1. Kontakt für DHD Leuna.

Für die Belieferung der Anlage Leuna mit Kontakt wird folgende Regelung vorgesehen: Für Kammer 2 stellt Ludwigshafen gepulsten Kontakt 7360L (10 mm) zur Verfügung. Ein Teil davon liegt in Pölitz bereits auf Lager. Dieser Kontakt wurde in Kleinversuchen für gut befunden. Der fehlende Rest wird je nach Leistungsfähigkeit bis zum 1. Februar in Ludwigshafen oder Pölitz hergestellt.

Für die Füllung der Kammern 3 und 4 ist nach wie vor der in Leuna herzustellende stückige Kontakt vorgesehen, da die Kapazität der Kontaktfabrik Lu für eine Belieferung mit 7360 L nicht ausreicht. Unsere Forderung an die Kontaktfabrik Leuna bleibt demnach bestehen, nur sind die Termine entsprechend zu verschieben.

Die an die Hochdruckversuchsabteilung Ludwigshafen zur Prüfung gelieferten Proben der in Leuna für die DHD-Anlage bereitgestellten Tonerde werden von Herrn Dr. Donath als ungeeignet bezeichnet, da die Stücke im Durchschnitt eine Kantenlänge von 14-18 mm aufweisen. Die Forderung von Ludwigshafen lautet auf 8 - 12 mm. Wegen der Schwierigkeiten beim Ausbrennen darf diese Grenze auf keinen Fall überschritten werden.

Das Untersuchungsergebnis von der Prüfung dieser Tonerde, die mit der max.  $\text{FeO}_3$ -Menge = 80 gr/l getränkt wurde steht noch aus, doch ist anzunehmen, dass ihre Aktivität die des in Kammer 1 eingebauten Kontaktes nicht übertrifft.

Bei Aufstellung der Kontaktbedarfsliste sind die für Reaktions- und Raffinationsraum erforderlichen Mengen getrennt anzugeben, damit die Qualität bei der Auswahl berücksichtigt werden kann.

Dr. Donath bittet um Versendung einer 2 ltr. Probe der in Leuna neu hergestellten kleinstückigen Tonerde mit 6 mm Kantenlänge.

Es wurde verabredet, dass sämtliche für DHD Leuna zur Verfügung stehenden Eisenfässer für die Aufnahme des Kontaktes 7360 L nach Ludwigshafen geschickt werden.

Obgleich seit der Inhibitor - Zuzusammensetzung die Raffination mit 6108 nicht mehr notwendig zu sein scheint, hält Dr. Donath den weiteren Einbau dieser Erde für angebracht. Die noch im Gang befindliche Lieferung soll daher nicht gestoppt werden.

Durchschlag für:

831000003

## AMMONIUMWERK MERSBURG

200000029

In den Kammern 2, 3 und 4 kann für die Refinement ein kleiner Ofen eingebaut werden. Das Verhältnis von  $\text{MoO}_3$ -Kontakt zu Refinationserde bleibt dasselbe wie bisher.

2.) Toluol.

Ludwigshafen erhielt 2 Fass DHD-Benzin Leuna zur Nachdehydrierung, um die Qualität des Restbenzins nach der Toluol-Entnahme zu beurteilen. Nach Beendigung des Versuches wird Lu das Reichsamt direkt von dem Resultat in Kenntnis setzen.

Der analoge Versuch mit Brüxer Benzin soll wegen der beschränkten Arbeitsmöglichkeiten vorläufig nicht ausgeführt werden. Herr Dr. Donath hält es für unbedenklich, das Urteil auf Grund des Vergleichs mit dem Verhalten des Leunabenzins abzugeben.

3.) DHD-Bezirke Leuna.

Es wurde über den Leistungsabfall im Verlauf der vergangenen Betriebsperioden gesprochen.

In Anbetracht der annähernd gleichbleibenden absoluten Koksmenge sind die Ludwigshafener Herren der Ansicht, dass die Verkürzung der Perioden im wesentlichen nicht einer Schädigung des Kontaktes, sondern der Erhöhung der Aromatenleistung zuzuschreiben ist. Doch ist es nicht ausgeschlossen, dass ausserdem noch andere Einflüsse

eine Rolle spielen. Da sich wegen der Unsicherheiten in der Aromatenbilanz noch kein endgültiges Bild über die Veränderungen der Aromatenleistung gewinnen liess, soll versucht werden, durch Herabsetzung des Vorlaufs auf die frühere geringe Menge eine Aufklärung herbeizuführen. Die mit der Verminderung des Leichtbenzinanteils verbundene Senkung der Aromatenkonzentration führt zu einem Anstieg der Periodenlänge.

Als Beispiel für den starken Einfluss der Erhöhung der Aromatenkonzentration auf die Periodenlänge wurde mitgeteilt, dass in Scholven eine Erniedrigung des A.P. um 4 ° zu einer Verkürzung der Periode von 170 auf 125 Stunden führte.

Verteiler:

Dr. Donath / Dr. Becker / Dr. Scheiner Ludwigshafen

Dr. Schunek / Dr. Becker

Gl. Cron

Dr. Pichler

Dr. Schick / DHD.

Dr. Hill, Kontaktfabrik Leuna.

200000030

Leuna Werke, den 14.10.1943.

Aktennotiz.

Betr. Verarbeitung von DHD-Rückstand auf Arobin.

Anwesend: Dir. Dr. Schunck, Dr. Becker, Dr. Kaufmann, Dr. Deiters.

Herrn Dr. Kaufmann wird der Plan mitgeteilt, sämtliche zur Verfügung stehenden Redestillationsrückstände von Bohydrir-Anlagen in der Hydrierung Leuna gemeinsam auf Arobin zu verarbeiten. Es handelt sich dabei um eine Menge von etwa 70 000 t Rückstand. Es sollen die Möglichkeiten insbesondere der destillativen Aufarbeitung geprüft werden.

Nach Angabe von Herrn Dr. Kaufmann kann auf Grund der bisherigen Erfahrungen nicht auf eine nochmalige Redestillation des Rückstandes vor dem Arobin-Prozess verzichtet werden. In der Arobin-Anlage Leuna wird das Produkt bei einem Druck von 200 Atm. aromatisiert. Es soll die Möglichkeit ins Auge gefasst werden, den Rückstand unserer DHD-Anlage zusammen mit den übrigen Rückständen in einer Kammer der niedrigen Hydrierung zu verarbeiten.

Herr Dr. Kaufmann wird durch Untersuchungen feststellen, ob die Möglichkeit besteht, unser Produkt ohne Redestillation in den Arobinprozess einzusetzen. Es steht auf alle Fälle schon fest, dass Coesbierbaumrückstand als Schwefelsäureraffinat immer redestilliert werden muss, dass es also in den Plan einer gemeinsamen Verarbeitung nicht mit einbezogen werden darf. Es wird auch weiterhin der zur Zeit in Betrieb befindlichen Arobin-Anlage zugeführt werden. Die Hydrierung wird feststellen, auf welche Weise es möglich ist, die 70 000 t Rückstand = 8 Stute = 16 Stute Arobin-Abstreifer (wegen der Rückführung) zu verarbeiten. Es wird zusammen mit der Org. Abteilung geprüft, in welcher Anlage diese 8 Stute einer Redestillation unterzogen werden können d.h. es ist festzustellen welche vorhandenen Destillationsanlagen eingesetzt werden können und

b.w.

200000031

welche Leitungen neu zu verlegen sind.

In beiliegenden Schemata sind die Verarbeitungsgänge für 2 Fülle mit und ohne Vordestillation dargelegt.

Für die Zahlenangabe wurde vorläufig angenommen, dass ein Anteil von 5 % als Rückstand abgeschieden ist.

Anmerkung:

Nach oberflächlicher Schätzung beträgt der Rückstand bezogen auf eingesetztes Schwer- und Leichtbenzin 2,6 Gew. %, bezogen auf Schwerbenzin allein 3,2 Gew. % bezogen auf B-Benzin 3,3 Gew. %.

Bei Annahme einer Einspritzmenge in die DMR-Anlage von 14 Tto = 8 000 Moto (bei einem Ausnutzungsgrad von 4/5) ist mit einer B-Benzinmenge von 7 800 Motot und einer Rückstandsmenge von 255 Moto zu rechnen. Einer jährlichen Benzinherstellung von 345 000 Jato würden 950 Moto entsprechen.

886011005

200000032

Herrn DI. H ä n i s c h, Me 870.

3046-2  
30/4.02

Dr. Dei/K5. 8. Oktober 1943.

Unterlagen für Einstellung des Sicherheitsrades.

- 1.) a. Auffüllen der Ka. aus S.V. III und IV.  
b. Weiteres Auffüllen mit  $H_2$  und  $N_2$ .
- 2.) Anschluss der Kammer an den Spaltkreislauf.
- 3.) Spaltprozess.  
Dabei Auffüllen von S.V. III und IV.
- 4.) Abhängen der Kammer vom Spaltkreislauf.
- 5.) Entspannung der Kammer ins Überschussgas
- 6.) Anschluss der Kammer an den Brennkreislauf.
- 7.) a. Auffüllung von Kammer und Kreislauf, mit  $N_2$  bzw. Brenngas aus B.V. I auf 10 Atm.  
b. Umpumpen  
c. Entspannen über Dach.  
d. Wieder-Auffüllen aus B.V. I.  
e. Weiteres Auffüllen aus B.V. II oder mit  $N_2$

b.w.

WIRTSCHAFTSKAMMER IN BERLIN

880000008

200000033

- 8.) Umpumpen und Brennen mit Luft. Dabei Auffüllen von B.V. I und II nach einander.
- 9.) Entspannen von Kammer und Kreislauf über Dach.
- 10.) a.) Auffüllen mit  $N_2$  bzw. Brenngas aus B.V. I auf 10 Atü.  
b.) Umpumpen  
c.) Entspannen
- 11.) Abhängen der Kammer vom Kreislauf.

gez. Dr. Deiters.

Ø: WM. Sattel  
DHD 2 x.

AMMONIAKWERK MERSEBURG  
Gesellschaft mit beschränkter Haftung  
LEUNA WERKE (KREIS MERSEBURG)

300000034

3046 - 3

30/402

Operating Instructions

for DHD Plant, Laguna

300000035

# AMMONIAKWERK MERSEBURG

Gesellschaft mit beschränkter Haftung Merseburg, den 21. 8. 1943.

LEUNA WERKE (KREIS MERSEBURG)

Stickstoff-Abteilung  
Anfahrvorschrift

für DHD-Kammer I.

3046-3  
3014.02

Druck mit 50 % Stickstoff + 50 % Wasserstoff eingestellt. Eingangstemperaturen der Öfen = 26,2 MV. Abstreiferdruck = 30 Atm. Gasdurchgang auf 15 000 cbm eingestellt.

Einspritzleitung am Kammereingang vom Wasser befreit. Die Einspritzpumpe fördert einen Teil ihres Ansaugproduktes in das Tanklager zurück.

Prüfung der Kaltgasleitungen und der mechanischen und automatischen Rückschlagventile.

Beginn der Einspritzung 4 cbm/h. Dabei Vorheizer mit besonderer Vorsicht einstellen. Vor jeder Erhöhung der Einspritzung Temperaturgleichgewicht abwarten. Erhöhung auf 13 cbm, (10 to) im Verlauf von 3 Stunden. Immer sauberes Gleichgewicht zwischen Vorheizer und Einspritzmenge beachten.

Abführung des Überschussgases aus der Saugseite des Kreislaufs durch automatische Druckhaltung ins Kraftgas.

Auffüllung der Spaltgasvorratsbehälter SV III und IV aus der Druckseite des Spaltkreislaufs auf vollen Druck. Das geschieht zu Beginn der Gasentspannung, um unnötige Schwankungen im Kraftgasnetz zu vermeiden.

Über Schieber 103 (Regler h), Schieber 102, 33, 44, Die Schieber 101 und 104 sind dabei geschlossen.

*[Handwritten notes in left margin:]*  
Wegen...  
Abstreifen...  
schlechteren...  
1105

Nach Beendigung der Spaltperiode Vorheizer zurück und Abstellung der Einspritzung innerhalb einer halben Stunde.

Durch stündliche Senkung der Temperatur um 2 MV werden 21 MV im Ofeneingang eingestellt. Das Reihventil wird so eingestellt, dass sowohl der Regenerator als auch der Umgang vom Gas durchströmt werden. Die Einspritzleitung zwischen Regulierventil und Kammer wird vom Produkt befreit.

Während der Temperatursenkung gleichzeitiges Trockenfahren über die Dauer von 2 Stunden. Scharfe Wasserkühlung. Abstreifung folgender Gefässe: Kalter Regenerator Druck- und Saugseite, Abstreifergefäss und die dazugehörigen Produktabführungsleitungen.

Nach dem Trockenfahren ist der Produktweg vom Abstreifer zur Kammer auszuwaschen. Das geschieht indem durch Abschaltung der automatischen Standhaltung (Druckknopf) die Abstreiferflasche vollkommen entleert wird.

Entleerung der Produktabführungsleitung hinter der Abstreiferflasche zur Entfernung der zusammenlaufenden Benzinreste. (Durch diese selbe Leitung wird während des Ausbrennens das salzhaltige Kondenswasser über die Leckölleitung abgeführt.) Diese Abgangsleitung ins Abfallprodukt muss vor

*[Handwritten note:]*  
Von der...  
leitung

Durchschlag für: Beginn des Spaltprozesses wieder verriegelt werden. Vor Beginn des Trocken

300000036

# AMMONIAKWERK MERSEBURG

Gesellschaft mit beschränkter Haftung

LEUNA WERKE (KREIS MERSEBURG)

fahrens mussten sämtliche Kaltgasleitungen und alle übrigen ZU- und Abführungsleitungen der Kammer ausgeblasen werden. \*)

1 erhält seine Temp. erst durch Ausbreitungs vom Uten IV!

Die Temperatur der Reaktionsöfen und des Refinationsofens wird durch Erniedrigung bzw. Erhöhung auf 500° eingestellt. Nachdem der Vorheizler in seiner höchsten Gassentemperatur auf 500° heruntergefahren wurde, ist die Kammer vom Kreislauf abzuhängen.

1 Richtet sich nach Angabe der Kraftgas-Verteilung (vorherige Rückfrage)

Entspannen der Kammer nach Schliessen der Schieber SDKa I und SSKa I ins Überschussgas über Ventil 29. Nach Erreichung des Druckausgleiches geht der Rest durch Ventil 9 über Dach. Die gesamte Entspannung erfolgt nach vorgeschriebener Druck- Zeit-Kurve im Verlauf von 1 Stunde. Gegen Schluss der Entspannung wird noch einmal versucht, Benzin abzustreifen.

Auffüllen der Kammer mit Stickstoff auf 10 Atü über die Ventile 18 und 13 nach vorgeschriebener Kurve im Verlauf von 20 Min. und anschließende Entspannung durch Ventil 9 über Dach. Kontrolle der Spülung durch Analysen.

Die Kammer wird im Verlauf einer halben Stunde (Kurve) über die Ventile 18 und 13 auf 40 Atü aufgefüllt. Die Umlaufpumpen des Brennkreislaufs werden angefahren und über den Kreislauf mit der Kammer verbunden. Einstellung der Temperatur der Reaktions- und Refinationsöfen.

\*) Dabei wird nach Möglichkeit versucht, die Temperatur des Refinationsofens mit der Verbrennungswärme des letzten Reaktionsofens einzustellen.

Einstellung des Gasdurchganges. Anfahren der Kondenswasserpumpen und Einstellung der Wassereinspritzung am Kühler. Beim Auftreten von Schwefeldioxyd (Absinken der  $p_H$ -Messung unter 7) ist je nach der Temperatur die Einspritzung auf den Regeneratoreingang umzustellen. Regulierung der Kondenswassermenge durch den Pumpenwärter. Analysen des Kondenswassers.

Der Maschinist hat darauf zu achten, dass das Wasser im Ansaugbehälter nicht unter den Tiefstand fällt (Alarm)

Die  $p_H$ -Messung zeigt an, wann Soda-Lauge in das Kondenswasser einzuspritzen ist. Der stark schwankende Laugebedarf ist durch Regulierung der Zufuhr so zu halten, dass der  $p_H$ -Wert grösser als 7 ist.

Anfahren der Luftkompressoren. Überschuss geht automatisch über Dach. Prüfung der Kaltgaswege. Öffnen der Lufthauptleitung am elektrischen Ventil. Senkung der Vorheizler auf geringe Teillast bzw. nur Zündbrenner.

Die Sauerstoffkonzentration (Errechnung aus der Luftmenge) soll zu

Durchschlag für:

Durchschlag

300000037

# AMMONIAKWERK MERSEBURG

Gesellschaft mit beschränkter Haftung

Beginn des ~~Abkühlens~~ <sup>Abkühlens</sup> (KREIS MERSEBURG) <sup>(Fall mehr)</sup> betragen und darf während des Brennens ~~steigen~~ <sup>steigen</sup> 1 % steigen.

Der Kreislaufdruck wird durch automatische Entspannung über Dach gehalten. Druck 70 Atm druckseitig.

Nach Bedarf wird nach dem Durchschlagen der Luft durch die <sup>sämtliche</sup> einzelnen Öfen noch etwa 2 Stunde lang mit 0,8 % Sauerstoff nachgebrannt.

Während des Brennens ist streng darauf zu achten, wann die Luft durch den in Arbeit befindlichen Ofen durchschlägt (Sauerstoffgerät mit Alarm) Dann ist sofort abzustellen.

Nach Beendigung des Brennens blasen die Kompressoren ihre Luft automatisch über Dach und werden anschliessend abgestellt.

Nach Abschluss der Brennperiode werden die Luftleitungen rückwärts mit <sup>Stickstoff</sup> Inertgas ausgespült, dabei wird über das Zwischenentspannungsventil entspannt.

Abstellung der Wassereinspritzung. Abhängung der Kammer vom Kreislauf.

Abstellung der Umlaufpumpen. Entspannung der Kammer aus der Saugseite über Ventil 9 über Dach. Geschwindigkeit 1 Stunde (Kurve). Nachspülen mit Stickstoff durch einmaliges Auffüllen auf 10 Atm. und Entspannung.

Anhängung der Kammer an den Spaltgasvorratsbehälter. Auffüllung über Ventil 13 nach Geschwindigkeitskurve bis zum Druckausgleich über die Schieber 33, 44, 102, 101, 10, und Ventil 13. Das weitere Auffüllen erfolgt gemäss vorher gemachter Wasserstoffanalyse durch Zugabe von Stickstoff und Wasserstoff im Verlauf von etwa 1 Stunde gemäss Kurve.

Anschluss an den Kreislauf. Anfahren der zusätzlichen Umlaufpumpen und Einstellung des Gasdurchganges. Hochfahren der Kammertemperaturen wie angegeben.

Bei Anwendung eines niederen Betriebsdruckes werden sämtliche Umlaufpumpen für den Spaltprozess gebraucht. Sie sind daher zwischen Spalten und Brennen mit Stickstoff auszuspülen.

Beim Umschalten von einem Betriebsvorgang auf den nächsten ist auf Um- bzw. Abstellung der Betriebskontrollgeräte zu achten.

Beim Ausfall von Umlauf- oder Einspritzpumpen ist am Vorheizger sofort der Heizgas- Hauptschieber zu schliessen. Falls noch Strom vorhanden ist, <sup>Luft</sup> ~~laufen die~~ <sup>weiter</sup> ~~Wellgasgebläse~~ <sup>weiter</sup>. Anderenfalls wird versucht, durch <sup>Luft</sup> ~~Entspannung~~ <sup>Entspannung</sup> (von Hand) ins Überschussgas in den Vorheizgeröhren eine ~~Störung~~ <sup>Störung</sup> aufrecht zu erhalten.

Beim Ausfall der Wellgasgebläse ist ebenfalls das Heizgas abzustellen.

Durchschlag für:

300000038

# AMMONIAKWERK MERSEBURG

Gesellschaft mit beschränkter Haftung

3046-3  
30/9

*Die U.P.  
Laufen bei  
Zirkulation  
Druck nicht  
u. Lauer  
Auf 120  
Alle unter  
fahren*

Bei erhöhter <sup>Kammer</sup> ~~Bereitstellung~~ <sup>LEHMANN WERKE & KUNSTMERSEBURG</sup> ~~Gasdruck~~ <sup>Stickstoff-Abteilung</sup> ~~bleibt, Brenner~~ <sup>auf</sup> ~~den~~ <sup>kleinste</sup> ~~Verlauf~~ <sup>Heizgasflamme.</sup> ~~von 10 Min. abge-~~  
stellt, ~~Gasdurchgang~~ <sup>bleibt</sup>, ~~Brenner~~ <sup>auf</sup> ~~den~~ <sup>kleinste</sup> ~~Verlauf~~ <sup>Heizgasflamme.</sup> Die Temperatur  
in den Raubgaswegen soll möglichst schnell unter 550° fallen.

~~Die Kammer wird nach~~ <sup>Abstellung</sup> ~~der~~ <sup>Einspritzung</sup> ~~mit~~ <sup>einer</sup> ~~solchen~~ <sup>Geschwindigkeit</sup> ~~ins~~ <sup>Kraftgasnetz</sup> ~~entspannt,~~ <sup>entspannt,</sup> ~~dass~~ <sup>die</sup> ~~Kraftgasverteilung~~ <sup>die</sup> ~~gelieferte~~ <sup>Menge</sup> ~~noch~~ <sup>noch</sup> ~~unterbringen~~ <sup>unterbringen</sup> ~~kann.~~ <sup>Wenn</sup> ~~dabei~~ <sup>die</sup> ~~maximale~~ <sup>maximale</sup> ~~Temperatur~~ <sup>Temperatur</sup> ~~in~~ <sup>in</sup> ~~den~~ <sup>den</sup> ~~Raubgas-~~  
wegen ~~unter~~ <sup>550°</sup> ~~gefallen~~ <sup>gefallen</sup> ~~ist,~~ <sup>werden</sup> ~~die~~ <sup>Umlaufpumpen</sup> ~~abgestellt.~~  
<sup>gesch</sup>

Sämtliche Benzinbehälter werden ins Tanklager entleert.

Die unterirdischen Stapelbehälter bleiben unter vollem Gasdruck.  
Wenn sich die Kammer beim Ausbrennen befindet, wird nur bei Gefahr für die  
Bedienungsmannschaft abgestellt, da wegen der Temperaturverhältnisse eine un-  
nötige Unterbrechung des Ausbrennens unerwünscht ist. Anschliessendes Entspannen  
dieser Kammer bei geringster Vorheizerleistung langsam ins Freie.

Durchschlag für:

Durchschlag

30000003

AMMONIAKWERK MERSEBURG

Leuna Werke, den 21.8.43.

LEUNA WERKE (KRAUSWERK)

Sektion - Anlagen-Notdienst

Aktennotiz.**Betr. Anfahren DHD-Kammer 1. (Absprache mit Dr. Nonnenmacher am 20.8.43)**

Dr. Nonnenmacher empfiehlt, die Kammer bei der ersten Fahrperiode vorsichtshalber mit niederem Druck d.h. einem Abstreiferdruck von 30 Atm zu fahren. Der hohe Druck ist bei Inbetriebnahme der Kammer nicht wünschenswert, da die Fahrweise wegen der Gefahr des Durchgehens erschwert würde. Bei unerwünschten Temperatursteigerungen wäre mit einer Schädigung des Kontaktes zu rechnen.

Als Gasmischung für die 1. Füllung wird 50 % Stickstoff und 50 % Wasserstoff empfohlen.

Da für die Verarbeitung von 5058-Abstreifer bei einer für eine Kammer vorgesehenen vollen Einspritzung eine Eingangstemperatur von 26,5 MV (502°) beim Anfahren einzuhalten wäre, empfiehlt Dr. Nonnenmacher für das Anfahren mit der reduzierten Menge = 10 to. eine Eingangstemperatur von 26,2 MV (496°) und zwar vorläufig für alle Öfen gleich hoch.

300000040

Leuna Werke, den 20.8.1943.

Grenztemperaturen.

Sofortige Meldung!

Der Alarm soll nicht abgewartet werden!

Anlageteil:	Elemente:	Grenztemperatur:
Brennkammer	11, 111, 211, 311, 411.	1200° = 11,85 MV (Pt)
Gasseneintritt	12, 13, 14, 15, 16, 112, 113, 114, 115, 116, 212, 213, 214, 215, 216, 312, 313, 314, 315, 316, 412, 413, 414, 415, 416.	620° = 14,82 MV (Cr-Ni)
Gebläse	133, 33.	500° = 26,42 MV (Fe-Kon.)
Nadelemente	N 112, N113, N 212, N 213, N 312, N313, N 412, N 413.	565° = 30,30 MV (Fe-Kon.)
Produktleitungen	144, 244, 344, 444.	540° = 28,80 MV (Fe-Kon.)
Manteltemp. (Ofen u.Reg.)	120-124, 220-224, 320-324, 420-424, 520-524, 131 u.132, 231, u.232.	300° = 14,74 MV (Fe-Kon.)

300000011

# AMMONIAKWERK MERSEBURG

Gesellschaft mit beschränkter Haftung

LEUNA WERKE (KREIS MERSEBURG)

Stickstoff-Abteilung

3046-3  
30/4.02

Herrn DI. H ä n i s c h

Mo 870

Dr. Dei/K8:

30. Juli 1943

## Sicherheitsrad der DHD-Anlage

Ich bitte, das Sicherheitsrad mit folgenden Vorrichtungen zu versehen:

1. Eine Sperrklinke, durch die verhindert wird, dass der Mann den einzustellenden Takt überdreht,
2. eine automatische Vorrichtung, durch die jeder Takt zeitlich auf einem laufenden Band markiert wird.

Auf der Drehscheibe befindet sich ein Federdorn, der bei Erreichung der vorgeschriebenen Taktstellung in eine passende Vertiefung einschnappt. Hierbei ertönt ein Klingel- oder anderes akustisches Zeichen. Um zum nächsten Takt überzugehen, muss der Bedienungsmann vor dem Weiterdrehen der Scheibe den Federdorn anheben. Es ist wichtig, dass das Rad nicht zu leicht bewegt werden kann, damit Überdrehungen, evtl. durch zu schnelles Überspringen der Haltestelle auf alle Fälle vermieden werden.

Zu irgend einer Phase eines jeden Takt-Wechsels ist ein elektrischer Impuls auszulösen, durch den auf dem Periodenschreiber der Zentrale oder einem anderen laufenden Schreibband eine starke Markierung hervorgerufen wird. Beispielsweise könnte dieser Impuls, beim Einschnappen des Dornes in das Loch erzeugt werden, oder durch Anheben des Dornes kurz vor dem Einschnappen mit Hilfe einer kleinen Erhöhung, wobei die Feder den Kontakt nach oben hin schliessen könnte. Jedoch erscheint die letztere Lösung als unzweckmässig, da die Gefahr besteht, dass der Bedienungsmann beim Anheben des Hebels zu unpassender Zeit den Impuls auslöst. Sie wurde lediglich als Beispiel angeführt, um die beabsichtigte Wirkung zu charakterisieren.

Es wäre auch denkbar, dass die Registrierung der Perioden nicht auf elektrischem, sondern auf rein mechanischem Wege erfolgt, doch sahe ich hierfür vorläufig noch keine Ausführungsmöglichkeit.

wenden!

Durchschlag für:

*Zur Überprüfung auf dem Original!*



Die Vakuumflammen sind für 25 Atm. Differenzdruck angelegt und laufen mit etwa 22 l/min Differenzdruck von etwa 28 auf 50 Atm. Bei Erdölprodukten können Ansaugbrüche bis zu 25 Atm. vor. Bei diesen großen Ansaugdrücken macht die Existenzparameter der HF. (150° begrenzt) Schwierigkeiten. Dieses ist auch ein Grund, warum Pülitz keine weitere HF. ausfinden konnte und Rückentspannen kann, da die Ansaugparameter zur Zeit schon auf 70 Atm. liegt. Dr. Staffens gibt an, daß der niedrigere absolute Druck die Vergasung wichtiger sei als die spez. Gasmenge bei konstantem Abtriebsdruck (50 Atm.), da sich zunehmend spez. Gasmenge der Druck in der DED-Öfen unverhältnismäßig steigert.

Nach dem Wärmebedarf gefragt, wurde mitgeteilt, daß in Pülitz bei reinem Verkohlungsaufgang aus Kohle und einer Kreislauf-Gasdichte von 0,3 nie eine negative Wärmeabfuhr von mehr als 150 WE/kg beobachtet wurde. Bei einem Abtriebsdruck von 70 Atm. in Leuna. Nach Dr. Staffens mit einem Wärmebedarf für Leuna-Abtriebs von etwa 100 - 120 WE/kg Einspritzungs-wärme zu liefern.

Die Anfahrperiode gibt Dr. Staffens mit etwa insgesamt 18 - 20 Stunden an. Diese teilt sich auf in etwa 2 Stunden Brückenfahren und Senkung der Temperatur auf 24,5° einmaliges Spülen mit Stickstoff 10 Atm. und anschließendes Auffüllen auf 70 Atm. Stickstoff sowie Anfahren der HF. Bei 22 mV im Ofen wird Luft zugegeben und Anfahren der Öfen. Wie schon erwähnt, werden zuerst die Öfen 2 und 4 mit anschließendem Ofen 5 ausgebrannt, später dann Ofen 1 und 3 gleichzeitig. Das eigentliche Brennen dauert etwa 8 Stunden. Gleichzeitig werden etwa 500 l/h <sup>Waassy</sup> und 1500 l/h <sup>Waassy</sup> Abfließen geführt. Der Druck wird auf 70/50 Atm. gehalten. Jeder Ofen wird 1 Std.

mit regeneriertem Gas beheizt. Dr. Staffens auf gründliche Regeneration des Kontaktes großen Wert legt. Diese Regeneration in den 3-Wechseln wurde bisher nicht beobachtet. Im 1. Wech. wird das Leuna-Gas entspannt (0,2 - 0,3 % O<sub>2</sub>), und dann mit Wasserdampf aus dem Leuna-Kern etwa eine halbe Stunde aufgeföhlt. Nach weiteren 2 bis 3 Std. ist die Ringkühltemperatur im ersten Ofen (20 mV) erreicht. Pülitz hat für die Spaltung wegen der Gefahr der Verwechslung im Interesse der Betriebssicherheit Leuna-Gas Vorratageföhle vorgesehen. Zur Zeit wird mit dem Stickstoff aus der Leuna zum Leuna und Regeneriertem Gas. Pülitz hat Dr. Staffens ein getrennte Stapselgeföhle für 70 Atm. Stickstoff bei 70 Atm. Regenerationsgas mit etwas Sauerstoff (O<sub>2</sub>) und Kohlenstoff. Nach dem Anfahren gefragt, gab Herr Dr. Staffens für den 30.1.17 mit 10 l/h Leuna-Abtriebsdruck 0,73 kg/l-hr, 20% Abtriebsdruck 70 Atm. und 25 000 m<sup>3</sup>/h Einströmung folgende Temperaturen an:

Vor		Nach	
Anfang	(Ende)	Anfang	(Ende) (14 Tage)
1. Periode	408		
11,6	10,6	Reg. 1	
20,7	21,0	Vorholzer	20,5
26,6	27,1	Ofen 1	26,8
32,3	32,2	Vorholzer	32,5
38,0	38,1	Ofen 2	37,8
43,9	44,1	Vorholzer	43,5
49,0	49,3	Ofen 3	48,8
54,1	54,2	Vorholzer	53,5
59,2	59,0	Ofen 1	58,8
64,3	64,0	Reg. 2	63,5
69,4	69,0	Ofen 2	68,8
74,5	74,1	Reg. 3	73,5
79,6	79,0	Vorholzer	78,8
84,7	84,0	Ofen 3	83,5
89,8	89,0	Reg. 1	88,8
94,9	94,0	Ofen 1	93,5
100,0	100,0	Reg. 2	99,5

Hauptteil (v. Ofen 1) ...  
 ...  
 2. Zwischen-Vorh. (v. Ofen 2) ...  
 ...  
 2. Zwischen-Vorh. (v. Ofen 3) ...  
 ...

- 1) Max. zulässige Temp. 13,5 °C bei ...
- 2) ...
- 3) Min. zulässige Temp. 13,2 °C bei ...

Mit den Maschinen haben sich keinerlei Schwierigkeiten ...

Die ...  
 Wegen der ...  
 sich ...

2) ...

...  
 ...  
 ...  
 ...

... die in ...  
 ... die ...

7.) 700 ...

... die ...  
 ... die ...  
 ... die ...  
 ... die ...  
 ... die ...  
 ... die ...

Verteiler:

- Dir. Dr. Schumacher/Dr. Becker
- Dr. Schick/Dr. Balters
- O.I. Cron
- D.I. S.../M...

Geheim!

3046-5

50000046

30/4.02

1. Dies ist ein Staatsgeheimnis im Sinne des § 88  
T.C.G.S. in der Fassung des Gesetzes vom 24. 4. 1934  
(RGBl. I. S. 541 f.).

2. Gelegentlich nur verschlossen, Postbeförderung als Leuna-Werke, den 15.6.1945. 38.  
„Einzelproben“.

3. Chargenliste für sichere Aufbewahrung.

Vent to Ludwigshafen  
DHD Plant

Reisebericht

Ort: Ludwigshafen

Datum: 3. Juni 1945.

Besprechungen der Herren Dr. Donath, Dr. Burian (zeitweise) Dr. Rotter und  
Dr. Lajos (zeitweise) von Ludwigshafen - Dr. Deiters von Merseburg.

Betr.: DHD.

Kontaktstahl

Auf Grund der angeführten Untersuchungsergebnisse wurde der Kontaktplan  
für die 1. Kammer aufgestellt. Abgleich die bisherigen Prüfungen infolge  
der Streuungen kein absolut sicheres Bild ergeben, kommt Dr. Donath zu  
folgendem Urteil: Der Typ der gelieferten Leuna-Foserde ist für die  
geeignet, ihre Aktivität entspricht jedoch nicht ganz der der Ludwigshafen-  
Vergleichskontakte. Der Kontakt kann ohne Bedenken getränkt und  
in die Kammer eingebaut werden.

Falls einige der Einzel-Chargen durch inzwischen von Dr. Lajos ausgeführte  
Untersuchungen als mangelhaft befunden werden, sind sie vor der Tränkung  
noch auszuscheiden. Zur Prüfung des Einflusses der Tränkung bittet Dr.  
Donath um Proben der fertigen Kontakte, die in der Auswahl aus den  
Chargen den untersuchten Foserdeproben entsprechen.

Dr. Donath weist auf den Unterschied in der Aktivität der Kontaktproben  
5930 vom 28.1.41 (26.0 N.V.)

und 5930 A und B vom 24.1.1945 (26.5 N.V.)

hin. (Dr. Hill erklärt ihn durch den infolge verschieden starker Aschung  
ungleichen Alkali Gehalt.)

Während des Betriebes der DHD-Kammer mit einer Schrumpfung des Kontaktes  
zu rechnen ist, empfiehlt sich beim Füllen eine etwa 50 cm höhere  
Belastung. In ein- und Ausgang eines jeden Ofens soll sich eine Schicht  
fester Ton-Klinge (25 - 30 mm) befinden (je 20 cm hoch).

Die (weisserde) trägt die Nr. 5496. 6:08 wird geteilt geliefert und  
hat ein Schüttgewicht von 0.7 kg/l.

x) Siehe 2 Briefe von Lu vom 17.6.43 (Akten DHD.)

- 2 -

Vorläufiger Befund im 100 ccm-Ofen. (Dr. Donath)  
(8<sup>h</sup>-Versuche, mehrfach wiederholt.)

Kontakt	Probe	Menge a/Lager	MoO <sub>3</sub> gr/l	Erford.T. M.V.	Qualifizie- rung
Fertiger Kont.f. Moosbierbaum im Anlieferungszust.	5931 a a) " b (24.2.43)	16 m <sup>3</sup>	~ 72 gr	26.5	4
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Leuna. In Lu getränkt.	5780 C " D a) (30.4.43)	8 m <sup>3</sup>	80 gr	25.3	1
"	5780 I+II " III+IV	20 m <sup>3</sup>	80 gr	25.6	2
"	" V+VI " VII+VIII (29.5.43)	60 m <sup>3</sup>	80 gr	26.0 x)	3
Vergleichskont. Lu			55 gr, 80 gr	26.0, 25.2	

x) Diesem Wert für einen Kontakt mit 80 gr MoO<sub>3</sub> entspricht bei 72 gr. eine Temperatur von 26.2 MV. Auf diese Weise ist ein Vergleich mit 5931 a+b möglich.

) Diese Proben wurden auch im 1 l-Ofen-Dauerversuch geprüft. Obgleich die Resultate noch nicht ausgewertet sind, kann man in ihnen doch schon eine Bestätigung der Kleinversuche erblicken.

Schemata Leutol für die DHD. (Anlage 1)

Die Aromatenbilanz der Leutol-alkalinationsschemata vom 1.5.45 (Bericht Dr. Richter) wurde nochmals überprüft. Die in Anlage 1 angeführten Aromatenkonzentrationen des Doppel-DHD-Verfahrens wurden durch Versuchsunterlagen des Hochdruckversuchsabteilers belegt. Demnach kann das Schema vom 4.5.45, abgesehen von einer unwesentlichen Änderung, in der ursprünglichen Form bestehen bleiben. Lediglich die Menge des unverarbeiteten Reichbenzins wurde vermindert, um die Aromatenkonzentration im DHD-Abstreifer herabzusetzen.

Mit der 2. DHD-Stufe ist eine nur geringe Aromatenneubildung verbunden. Ihr Ausmaß hängt von der Breite der eingesetzten Leutol-Fraktion ab. Wie aus den Ludwigshafener Versuchsergebnissen hervorgeht, ist es im Bezug auf die aromatische Komponente unwesentlich, ob eine breite oder enge Fraktion in der 1. Stufe dehydriert wird. Bei enger Fraktion findet lediglich eine Affinitätsbildung statt, bei Verengung des Leutolabstroms tritt eine Affinitätsbildung ein, die zu einer weiteren Aromatenneubildung führt.

Die für die 1. DHD-Stufe zu verwendende Leutol-Fraktion sollte eine scharfe Abgrenzung des Aromatenanteils aufweisen.

Kammerdruck

Die Erfahrung zeigt, dass zur Erzielung einer wirtschaftlichen Aromatenbilanz ein möglichst niedrig gehaltenes Kammerdruckverhältnis zu empfehlen ist. Auch bei einer betragsmäßig geringen Kammerdruckempfindlichkeit der Reaktion an keinen Stellen des Anlagensystems der Druck über 50 at. steigen, da sonst zu starke Vergasung der Leutolfraktion zu erwarten ist, mit einer Erhöhung von etwa 10 at. im letzten Abstrom zu rechnen.

Allgemein muss man sich darüber bewusst sein, dass der Druck soweit zu senken ist, dass im letzten Abstrom eine positive Braetönung auftritt. Die eine Zeit lang im Betrieb beobachtete Braetönung, welche die positive Braetönung des letzten Abstroms mit Kaltgas abgeleitet wurde, ist als falsch zu bezeichnen, da die Vergasung durch Kaltgas mit Kaltgas nicht verändert wird.

Es ist zu prüfen, ob die Leutolpumpen der DHD-Anlage beim bei dem getrockneten Leutol auch unter Einhaltung des Durchsatzes noch den erforderlichen Druck aufrechterhalten können. Eine Herabsetzung der Gasmenge ist nur auf Kosten der Leutolfraktion zulässig.

Die vorgeschlagenen Maßnahmen werden der Hochdruckversuchsabteilung zur Kenntnisnahme mitgeteilt.

Eine weitere Herabsetzung des Betriebsdruckes zur Kosten der Gasmenge wird empfohlen, da bei der gleichzeitigen Wirkung dieser beiden Komponenten

bezüglich der Vergasung dennoch ein Vorteil resultiert. Bei der durch Senkung des Druckes verminderten Vergasung ist eine Herabsetzung der Gasmenge zulässig, da infolge der Zurückdrängung der Krackreaktion der Wasserstoffpartialdruck steigt. Unter den derzeitigen Betriebsbedingungen enthält das Kreislaufgas der DHD-Anlage Ludwigshafen 80 % Wasserstoff.

Beispielsweise ist 6434-Benzin wegen des hohen Anteiles an Leichtsiedenden druckempfindlich, erfordert also einen tiefen Betriebsdruck. (Mehr als 20 % Leichtbenzin können nicht unverarbeitet zugesetzt werden, da sonst eine zu hohe Aromatenbildung im DHD-Prozess erforderlich ist.)

Um den Differenzdruck der Kammern herabzusetzen, sieht Ludwigshafen für die neuen DHD-Anlagen folgende Massnahmen vor:

1. Die Öfen IV und V werden parallel geschaltet.
2. Der Eingang von Ofen III wird in die Mitte verlegt.

#### Betrieb Ludwigshafen

Zur Zeit wird ein Gemisch von 5058- und 6434-Benzin aus Wesseling verarbeitet. Es werden Reaktionszeiten bis zu 600 Stunden erreicht. Die

Fahrweise hat sich so günstig gestaltet, seitdem Wesseling 6434-Kammern führt und zu diesem Zweck darauf achten muss, dass das Produkt frei von Stickstoffverbindungen ist. Bei dieser Gelegenheit wurde festgestellt, dass der DHD-Kontakt stickstoffempfindlich ist. Anscheinend wird er auch durch Schwefelverbindungen gestört.

Im letzten Monat erzielte die Ludwigshafener Anlage Rekordausbeuten. Statt der Sollmenge 2 200 to wurden 5 000 to erzeugt. Die Vergasung wurde geringer als 10 %. Allerdings verläuft der Prozess bei dieser Fahrweise (geringer Crack) mit einer Wärmetönung von 240 WE.

Seit einiger Zeit wird sowohl in Ludwigshafen als auch in Pölitz wieder nachlässig nachgebrannt. Und zwar wird nach jedem Ausbrennen der Kontakt nach 1 Stunde mit einem Sauerstoffgehalt von 1 % nachbehandelt.

#### Redestillationsrückstand.

In Ludwigshafener Versuchen hydrierte Redestillationsrückstand wurde durch nochmalige Redestillation von den über 300° siedenden Rückständen abgetrennt. Über Kontakt 5058 wurden nur sehr niedrige Temperaturen angewendet, im Mittel 77 °C. Es wird empfohlen, den Rückstand über 5058 auf einen Siedepunkt von etwa 10 bis höchstens 30 vorzuhydrieren. Die Benzinsäure 6434 ist dann gut durchzuführen und ergibt ein Benzin mit 20 % Aromaten. Auch über Kontakt 7846 war die Vorhydrierung möglich.

Die Behandlung des Redestillationsrückstandes bestehen 2 Möglichkeiten. Der Rückstand wird in Gasphasen vor der Hydrierung mit ver-

arbeitet, d.h. er durchläuft Vor- und Nachhydrierung. Die bisherigen Resultate weisen darauf hin, dass auch ein direkter Einsatz in die Benzinierung möglich ist, da der zugefügte Redestillationsrückstand nur einen geringen Anteil der insgesamt verarbeiteten Produktmenge ausmacht. 2. Dr. Donath empfiehlt einen neuen Kontakt vom Typ 6434 über dem der Rückstand in Gegenwart von 0,5 % Schwefelkohlenstoff direkt auf Aromatenbenzin verarbeitet werden kann. Die Leistung beträgt bei 20,5 MV etwa 0,3. Dabei wird in einer Stufe direkt ein Benzin mit 60 Gew. % Aromaten erzeugt. Redestillation des Einspritzproduktes ist nicht nötig, doch ist der Kontakt stickstoffempfindlich. Der Vorteil dieser Arbeitsweise liegt in der Wasserstoffsparnis. Da die Versuche bei einem Druck von 250 Atm Wasserstoff ausgeführt wurden, will sie Herr Dr. Donath bei dem Betriebsdruck der Leuna-Hydrierung wiederholen lassen. Herr Dr. Donath erklärte sich bereit, Herrn Dr. Becker zur Ausführung eines entsprechenden Versuches die nötigen Mengen Kontakt zur Verfügung zu stellen. Gleichzeitig liefert er 2 Fass eines Rückstandes dessen Verarbeitung sich über den neuen Kontakt als möglich erwiesen hat.

Die unter 1 angeführte Arbeitsweise erwies sich in Scholven als brauchbar. Dort wurden 600 to Ludwigshafener Rückstand in der Vorhydrierung verarbeitet. Bisher wurden keine Beanstandungen laut.

Da der Rückstand nicht so leicht hydrierbar ist, wie die übrigen in die Vorhydrierung eingesetzten Produkte, ist seine Verarbeitung mit einem entsprechend geringeren Wasserstoffverbrauch verbunden; das zeigt sich in einer geringeren Zunahme des Anilinpunktes.

Die Benzinierung des DHD-Rückstandes wird in einer internen Aktennotiz des Hochdruckversuchslabors vom 1.2.43 beschrieben.

#### Grosse Öfen an Stelle I und II.

Da die kleinen Öfen für die Anlage Leuna noch nicht geliefert wurden, sollen vorläufig grosse an ihre Stelle treten. Nach Kenntnisnahme der Leistung und Erweiterungsmöglichkeiten des Vorheizers erklärten die Herren den Einbau der grossen Kontaktvolumina für unbedenklich.

Die Versorgung der DHD-Anlage Leuna mit Aktiverde 6108 wurde besprochen.

Über die Einrichtung der Klein-Apparaturen zur Kontaktausprüfung und die Ausführung der Aromatenextraktionsversuche wurden von den Ludwigshafener Herren Erfahrungen mitgeteilt.

#### Verteiler:

Dir. Dr. Schunck / Dr. Becker  
Dr. Pichler  
Ol. Cron / M. T. A.  
Dr. Schick / Dr. Deiters / DHD.

## Plan für die Kontaktfällung der EHD-Kammer I Karlsruhe

Die Bezeichnung der Chargen entspricht dem in der Akte motiv angeführten Probennummern.

Ofen:

I II III IV V

5.4 m <sup>3</sup> Kt. 5780 III bis VIII mit 55 gr/l MoO <sub>3</sub>	5.4 m <sup>3</sup> Kt. 5780 III bis VIII mit 55 gr/l MoO <sub>3</sub>	5.4 m <sup>3</sup> Kt. 5780 III bis VIII mit 80 gr/l MoO <sub>3</sub>	5.4 m <sup>3</sup> Kt. 5780 III bis VIII mit 80 gr/l MoO <sub>3</sub>	10.8 m <sup>3</sup> Kt. 5780 C+D+III mit 80 gr/l MoO <sub>3</sub>	8.5 m <sup>3</sup> Kt. 6108 A+B
5.4 m <sup>3</sup> Kt. 5780 III bis VIII mit 80 gr/l MoO <sub>3</sub>	5.4 m <sup>3</sup> Kt. 5780 III bis VIII mit 80 gr/l MoO <sub>3</sub>	5.4 m <sup>3</sup> Kt. 5780 C+D+I+II mit 80 gr/l MoO <sub>3</sub>	5.4 m <sup>3</sup> Kt. 5780 C+D+I+II mit 80 gr/l MoO <sub>3</sub>		2.5 m <sup>3</sup> Kt. 6108

50000052

1. DI

10/10/77

10/10/77

3046-6  
Leuna Werke, den 25.3.43.Kö.

600000053

Besprechungsbericht.

DRD Catalyst Division  
Absprache Dr. Hill, II - Dr. Leiters über Kontakt-DRD.

1.) Zu einer Äusserung im Versuchslabor-Bericht vom 1. Dez. 1942 über Fehl-Chargen in der Kontaktlieferung für HF und über uneinheitliche Zusammensetzung einiger Chargen macht Dr. Hill folgende Angabe: Fehlchargen, d.h. Kontaktlieferungen mit einem Anilinpunkt über 0 fielen bis zur Lieferung der erwähnten Charge infolge schlechter Auswaschung des Alkali-Gehaltes an. Seitdem wurde durch Verfeinerung dieser Auswaschung ein besserer Durchschnitt erzielt. Ferner wird bei einer Unterteilung der gesamten Kontaktproduktion in die 3 Gütestufen: (Anilinpunkt besser als -12, Anilinpunkt -12 bis -2, Anilinpunkt schlechter als -2,) die letzte Qualität verworfen. Für die DRD-Anlage werden nur die ersten beiden Gütestufen zurückgelegt, sodass vtl. Ausfälle in dem für DRD bestimmten Kontakt garnicht in Erscheinung treten. Aus der Liste der letzten von Dr. Kelz untersuchten Proben ist ersichtlich, dass von 18 Proben nur 3 (mit A.P. schlechter als -2) als unbrauchbar ausgeschieden würden.

Die Uneinheitlichkeit des Kontaktes, die bei mehreren Fässern festgestellt wurde, beruhte nicht auf einem Fehler in der Herstellung, sondern auf einer Verwechslung beim Füllen.

Aus den von Dr. Hill vorgelegten Unterlagen war zu ersähen, dass die gleiche Probe bei den Untersuchungen durch Dr. Kelz starke Streuungen im A.P. aufwies, wobei es sich teilweise um eine Differenz von über 10 Punkten handelte. Demnach ist die Unterteilung in die verschiedenen Güteklassen und die dementsprechende Beurteilung sehr problematisch und die Ausscheidung der Proben mit dem schlechtesten Anilinpunkt ist durchaus berechtigt und notwendig.

2.) An Dr. Bonath ging bisher nur 1 Probe zur Untersuchung, das Resultat liegt noch nicht vor. Die nächsten Proben sollen nach Aussage von Dr. Hill jetzt abgehen. Auf die Äusserung von Dr. Hill, dass wir uns bei der Beurteilung des Kontaktes damit zufrieden-geben könnten, da Moosbierbaum ja zufriedenstellend laufe, wies ich nochmals (wie schon oft) auf die Wichtigkeit der Ludwigshafener Untersuchungen für uns hin. Ich bat Herrn Dr. Hill, nochmals mehrere Proben an Ludwigshafen zu schicken, da wir uns auf alle Fälle auf das Ludwigshafener Gutachten stützen wollen.

Auf die Anfrage nach dem bereits auf Lager gelegten Kontakt für DRD

b.w.

teilte Dr. Hill mit, dass etwa 20 to getränkter Kontakt zur Verfügung  
 ständen. Bei dieser Gelegenheit stellte sich heraus, dass Dr. Hill  
 ohne weiteres für den DHD-Kontakt die Molybdänsäure-Konzentration des  
 HF-Kontaktes angenommen hat. Ausserdem fragte er nach der für die DHD-  
 Anlage erforderlichen Körnung. Da ich ihm hierauf keine Auskunft er-  
 teilen konnte, bat ich ihn, sich zur Klärung dieser beiden Fragen sofort  
 mit Ludwigshafen in Verbindung zu setzen und sich gleichzeitig bei  
 Herrn Dr. Donath nach der Beurteilung der 1. Probe zu erkundigen.  
 Ausserdem geht von uns eine Aufforderung durch Fernschreiben an Dr.  
 Donath, die Kontaktfabrik über Korngrösse und Molybdänsäuregehalt  
 des DHD-Kontaktes zu informieren.

*Heute*

*Am 27. 11. teilte Dr. Hill mit, dass der Contact des  
 HF-Kontaktes einen Gehalt an  $H_2O_2$  - Gehalt  
 = 70 - 80 g/l  $H_2O_2$  / l Kontakt  
 hat. In der Kontaktfabrik wird der HF-Ge-  
 halt bei der Herstellung bereits auf das 100 g/l  
 des Kontaktes erhöht.*

Leuna Werke, den 22. März 1943. Kö.

3046-7  
30/4.22Besprechungsbericht.Teilnehmer: Dir. Dr. Schunck, Dr. Kaufmann, Dr. Becker, Dr. Deiters.Datum: 1.3.43.Betr.: Gewinnung von Aromatenbenzin aus DHD-Redestillationsrückstand.Fall 1.: Entalkylierung.

Vom Versuchslaboratorium wird vorgeschlagen, den Redestillationsrückstand durch Entalkylierung in leichtersiedendes Aromatenbenzin umzuwandeln.

- a. Bei einer periodischen Arbeitsweise wird ein Benzin mit 90 % Aromaten erzielt. Diese Methode kommt vielleicht für die Verarbeitung von Nitol-Rückstand auf Toluol (in der Hydrier-Kammer der T 52-Anlage) eher in Frage als für die Verarbeitung von DHD-Rückstand zu Benzin.

• Unter Anwendung eines Crack-Kontaktes bei 200 Atm. (Aluminium-Silikat + Molybdänsäure) lässt sich in kontinuierlichem Betrieb ein 70-80 % Aromaten enthaltendes Benzin mit ca. 85 %iger Ausbeute herstellen. Das Gasverhältnis = 2 500 ltr/ltr. genügt wahrscheinlich. Die von Herrn Dr. Kaufmann angeführten Ausbeutezahlen wurden vorsichtig gewählt.

Es ist wahrscheinlich, dass eine Befreiung des Redestillations-Rückstandes von 5 % Hochsiedendem durch nochmalige Destillation, die Herr Dr. Kaufmann bei Raffination des HF-Benzins mit Schwefelsäure für notwendig hält, bei Anwendung der Wasserstoff-Raffination im DHD-Prozess fortfällt.

Da der Prozess mit 50 %igem Umsatz arbeitet, ist ein Teil des Produktes in die Kammer zurückzuführen. Dieser Anteil braucht nicht redestilliert zu werden.

• Für eine beschleunigte Überführung dieses Verfahrens in den Betriebszustand ist es von Nachteil, dass die betrieblichen Erfahrungen mit dem neuen Kontakt noch gering sind und dass seine fabrikatorische Herstellung noch einer gewissen Entwicklung bedarf.

Für eine eventuelle Einrichtung der Entalkylierungsanlage mit vorhandenen Mitteln im Rahmen der Hydrierung wäre es von Wichtigkeit, dass die Kammer mit an den gemeinsamen Gasphasenkreislauf gehängt werden kann.

Herr Dr. Kaufmann hält diese Möglichkeit nicht für ausgeschlossen, da er annimmt, dass durch Veränderung des Molybdängehaltes im Kontakt eine Kompensation erreicht werden kann.

Da der Crack-Kontakt vielleicht gegen Schwefel und sicher gegen Ammoniak empfindlich ist, wird Herr Dr. Becker Herrn Dr. Kaufmann noch genauere Angaben über Zusammensetzung und Eigenschaften des Kreislaufgases zugehen lassen.

b.w.

Gegenüber dem in Fall 1 dargelegten Verfahren des Versuchslaboratoriums schlägt die Hydrierung vor, den Redestillationsrückstand durch hydrierende Spaltung zu verarbeiten. Für die Ausführung dieses Prozesses wurden 3 Modifikationen in Betracht gezogen:

Fall 2.

Ursprünglich war vorgesehen, den Rückstand durch Einführung in die Sumpphase-Abstreiferdestillation mitzuverarbeiten und auf diesem Wege zusammen mit dem übrigen Mittelöl durch die 5058 und 6434-Kammern zu schicken. Diese Arbeitsweise hat den Nachteil, dass der Siedebereich des Produktes nicht weit genug herabgesetzt wird und dass infolgedessen ein adäquater Teil des Rückstandes der 5058-Abstreiferdestillation mit dem Dieselöl zusammen abgeführt wird. Dabei erleidet dieser Anteil eine Wertverminderung.

Fall 3.

stellt eine weitere Vervollkommnung der hydrierenden Spaltung dar. Der Redestillationsrückstand wird durch nochmalige Destillation von den über  $320^{\circ}$  siedenden Anteilen befreit und kann darauf in einer besonderen Kammer restlos über 5058 benziniert werden. Das so erhaltene Benzin wird in der DHD-Kammer mit verarbeitet.

Fall 4.

stellt einen noch weitergehenden Vorschlag dar. Der durch nochmalige Destillation vom schwersiedenden Anteil befreite Redestillationsrückstand wird zusammen mit dem übrigen Mittelöl der Hydrierung in 6434-Kammern verarbeitet. Das durch Destillation gewonnene  $165^{\circ}$ -Benzin geht in die DHD-Anlage. Dieses Verfahren hat gegenüber Fall 3 den Vorteil, dass keine besondere Kammer eingerichtet zu werden braucht. Ein Nachteil ist darin zu sehen, dass infolge der scharfen Fahrweise eine starke Aufspaltung und Isomerisierung des eingesetzten Produktes stattfindet. Es hängt von der Höhe der DHD-Produktion ab, ob 6434-Benzin mit in den DHD-Prozess eingesetzt wird. Bis zu einer gewissen Grenze wird nur 5058-Benzin dehydriert. Für diesen Fall käme nur eine Verarbeitung des Redestillationsrückstandes in der unter 3 angeführten Sonderkammer infrage. Die Ausführung des Verfahrens nach einem der Vorschläge der Hydrierung erscheint vorteilhaft, da in vorhandenen Anlagen, unter weitgehend bekannten Betriebsbedingungen und mit bekannten Kontakten gearbeitet werden kann, für die Reserve jederzeit zur Verfügung steht. Doch ist zuvor durch Bilanzversuche die Höhe des Aromatenverlustes festzustellen, der durch Aufspaltung der Ringe bei der Hydrierung verursacht

wird. Zu diesem Zweck werden die Herrn Dr. Becker und Dr. Kaufmann Versuche ausführen, aus denen sich eine Bilanz über den Ringhaushalt der beiden Verfahren Entalkylierung und hydrierende Spaltung aufstellen lässt. Herr Dr. Kaufmann erhält von der Hydrierung Produkt, das aus einem Redestillationsrückstand der Ludwigshafener DHD-Anlage nach dem Verfahren der hydrierenden Spaltung gewonnen wurde.

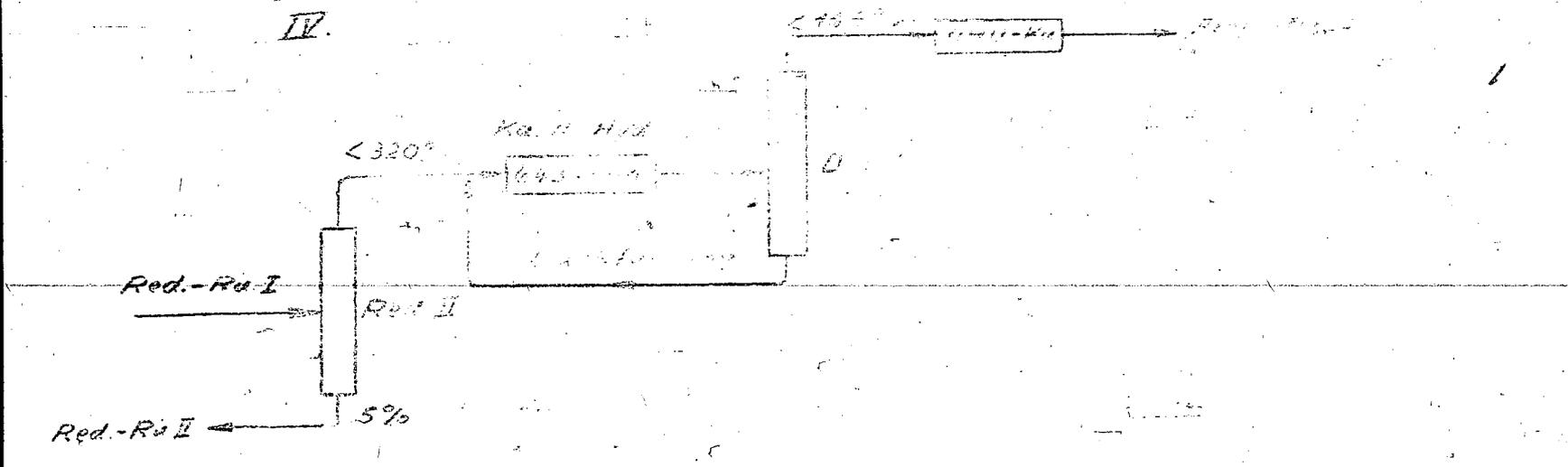
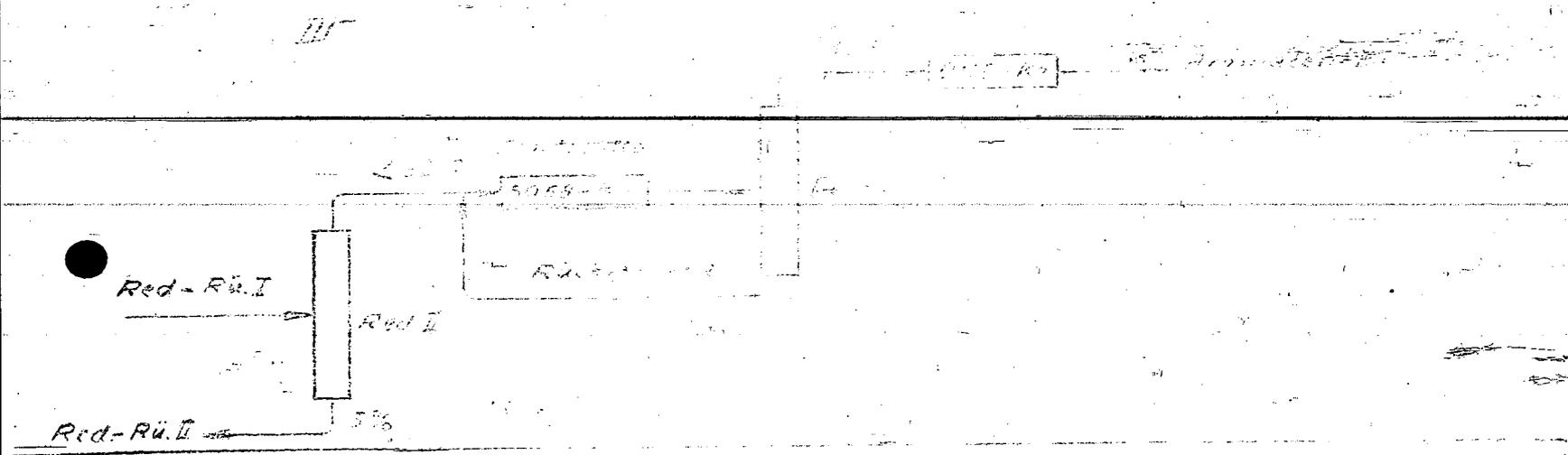
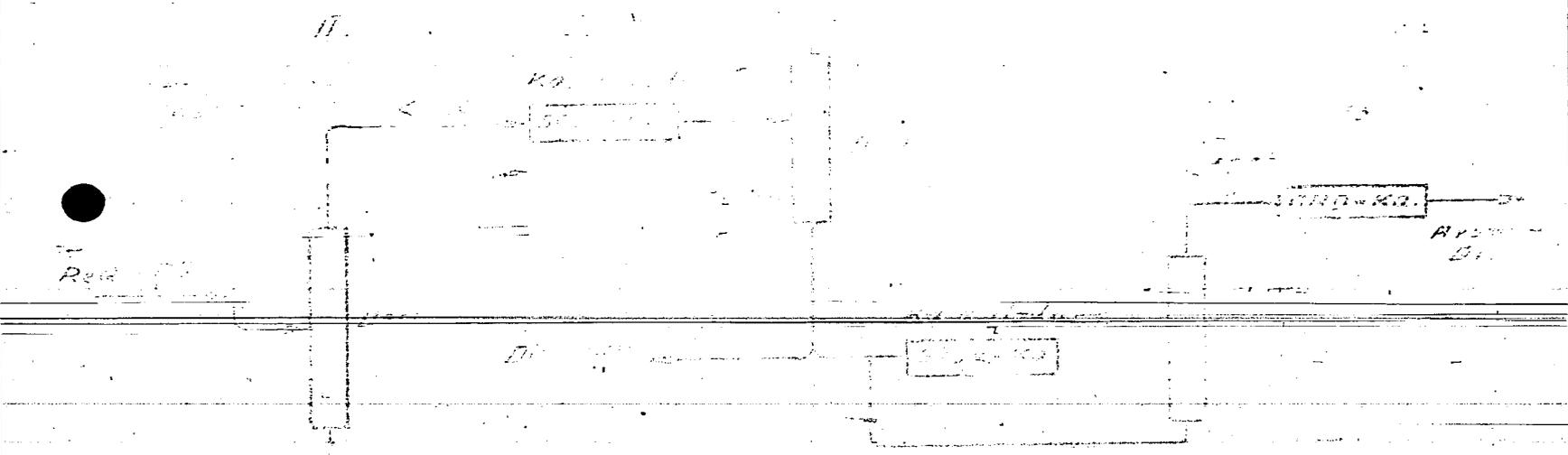
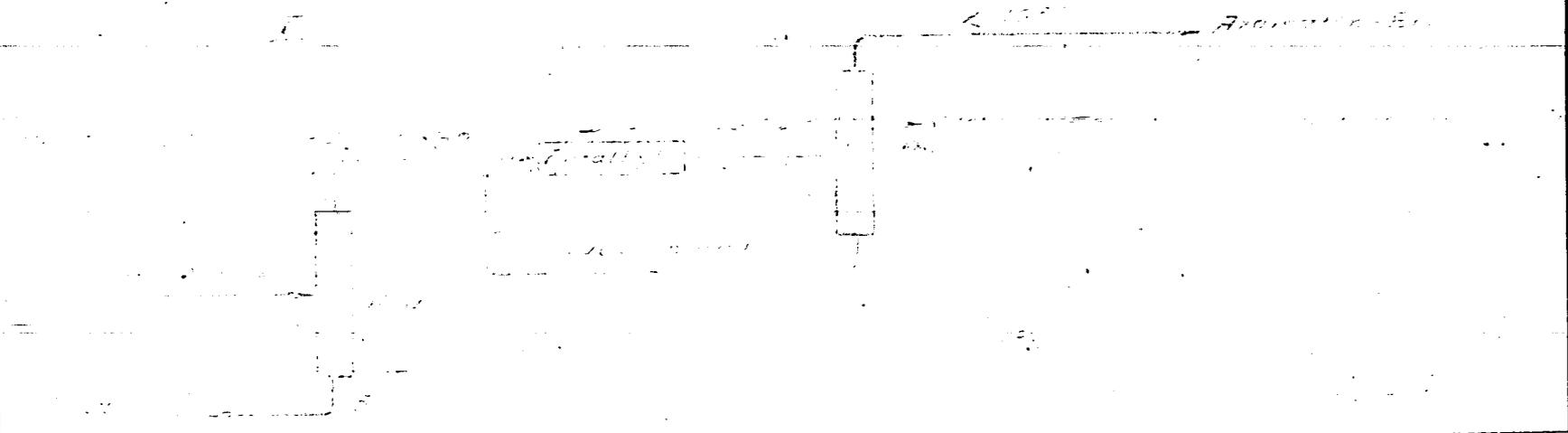
Für den Bilanzversuch ist etwa eine Menge von 1 m<sup>3</sup> Rückstand aus Ludwigshafen zu besorgen. Für die Vorversuche zur Erfassung der Hydrierungsbedingungen braucht Herr Dr. Becker ausserdem etwa 50 ltr. dieses Produktes.

Da es noch sehr unsicher ist, welcher Siedeendpunkt des DHD-Benzins vom R.L.M. in Zukunft als gültig anerkannt wird, d.h. in welchem Siedebereich der Redestillationsrückstand liegt, äusserte Herr Dr. Kaufmann Bedenken über den Wert der unter den augenblicklich gültigen Bedingungen ausgeführten Versuche für den späteren tatsächlichen Betriebszustand des Entalkylierungs-Verfahrens, da die hochsiedenden Anteile (etwa über 200°) eine starke Anreicherung von Doppelringen (Naphthalin) aufweisen.

Verteiler:

Dr. Becker / Dr. Fichler  
Dir. Dr. Harold / Dr. Kaufmann  
Dr. Schick / Dr. Deiters  
Akten DHD.

*Deiters*



800000059

3046 - 8

30/4.02

Workup of P11 D products

800000060

3046-8  
30/4  
Leuna Werke, den 22. April 1942. K8.

A k t e n n o t i z

Betr.: DHD-Produkte, ihre Abführung in die Destillation und ihre Verarbeitung.

Hierzu

- 1 Fabrikationsschema I
- 1 Fließschema II
- 1 Tankschema III
- 1 Tabelle der Flüssigprodukte I
- 1 Tabelle der Gase. II

(Die in der beiliegenden Tabelle angeführten Zahlen beziehen sich auf eine-Produktion von 345 000 Jato DHD-Benzin in einer Betriebszeit von 330 Tagen/Jahr. Die Schemata stellen nur die DHD-Produktion dar, wie sie sich in den Rahmen des gesamten Hydrierungsprogramms einfügt. Die Zahlen gelten ohne Sicherheits- und Spitzen-Zuschläge.)

Die Abstreifer der 5058- und 6434-Kammern (Anfall etwa im Verhältnis 1:1) werden durch Schnitte bei 80° und 165° in 3 Fraktionen zerlegt. Durch getrennte Destillation der beiden Produkte wird erreicht, dass:

- 1.) die Rückstände getrennt ihrer Weiterverarbeitung zugeführt und dass
- 2.) im Bedarfsfall beide Abstreifer bei verschiedenen Temperaturen geschnitten werden können.

Die Destillier-Anlagen sind so auszulegen, dass die Schnitte von 70° - 90° bzw. von 165° - 200° variiert werden können. Die Leichtbenzine werden gemeinsam zwischengestapelt, die Schwerbenzine durchlaufen getrennte Entwässerungstanks. Diese Tanks müssen gross genug ausgelegt werden, da damit zu rechnen ist, dass die Schwerbenzine während gewisser Übergangsperioden vor Eintritt in den gemeinsamen Ansaugtank in einem anderen Verhältnis zu mischen sind, als dem Kammer-Anfall entspricht. Das ist z.B. bei wesentlichen Änderungen der Fahrweise der Hydrierung notwendig, um die Arbeitsweise der DHD-Anlage schonend anpassen zu können. Die Vereinigung der beiden Benzine hat in einer intensiv arbeitenden Mischvorrichtung zu erfolgen. Für die Rückführung des Einspritzbenzins z.B. beim Anfahren der Pumpen wird eine sogenannte Anfahrlleitung benötigt. Für den Fall, dass z.B. während der Einspritzung ein Teil zurückgeführt werden muss, ist in diese Leitung eine Messdrossel einzubauen. Die Leitung kann ausserdem als Reserve für die Einspritzleitung dienen.

Die Abstreifer der Kammern werden noch im Gebiet der Druck-Anlage gemeinsam auf 3 Atm. entspannt und nach weiterer Entgasung in einem Storchennest in den doppelten (Entwässerung)-Abstreifer-Tank geleitet. Für besondere Fälle (Störungen, Bilanzierung Analysen) ist ein Ausweichweg mit 2 zusätzlichen (parallelgeschalteten) Entspannungs-

gefässen (2 mal 35 m<sup>3</sup> Inhalt) zu bauen. Die Rohrleitungen sind so auszulegen, dass diese Behälter mit der Geschwindigkeit des Abstreiferanfalls sämtlicher Kammern entleert werden können. Für die Abführung des Benzins aus dem Ausweichweg bestehen 3 Möglichkeiten, die alle <sup>jede</sup> eine Gelegenheit zur Entwässerung ausschliessen muss:

- 1.) über den Hauptentspannungsweg in den Entwässerungstank des DHD-Abstreifers,
- 2.) zurück in den Einspritz-Ansaugtank, und
- 3.) zurück in den Vorhydrierungsabstreifer. Die Entspannung erfolgt im Hauptgefäss mit automatischer Stand- und Druckhaltung, im Ausweichweg von Hand. Für die Beförderung des im Ausweichweg entspannten Benzins ist eine Pumpe mit Umgang vorzusehen.

Aus dem Abstreifertank gelangt das Benzin in die Redestillation, wo es von dem über 165° siedenden Rückstand befreit wird. Dieser Rückstand wird vorläufig in den Kohleabstreifer gegeben. Es ist jedoch die Möglichkeit vorzusehen, ihn bis 200° zu toppen und das Kopfprodukt dem Autobenzin zuzumischen. Das Destillat der Redestillation wird nach Vereinigung mit dem L-Bi mit Lauge und Wasser gewaschen und anschliessend stabilisiert. Das fertige DHD-Benzin wird bis zu seiner endgültigen Vermischung zum Hochleistungskraftstoff gestapelt.

Ausser dem als Überschussgas aus dem Kreislauf entspannten Armgas, das zusammen mit den Restgasen der Gastrennungsanlagen durch die 600 Ø Leitung über den Gasometer Me 517 ins Kompressoren-Kraftgas abgeführt wird, fallen folgende Reichgase an:

- 1.) Entspannungsgas bei 3 Atm. (Zentrale Entspannung bzw. Ausweichentspannung)
- 2.) Entspannungsgas bei 0 Atm (Tank)
- 3.) Stabilisierungsgas

(Siehe Produktschema und Tabelle!) Diese Gase enthalten im allgemeinen geringe Mengen H<sub>2</sub>S, müssen also durch die Alkaid-Anlage geleitet werden. Sie gelangen anschliessend in die Reichgasverarbeitung, wo sie zusammen mit den übrigen Gasen der Hydrierung aufgearbeitet werden.

Infolge der Periodizität des DHD-Verfahrens ist <sup>im</sup> endgültigen normalen Betrieb mit gewissen Schwankungen im Anfall der Produkte zu rechnen. Sowohl Einspritzung und Abstreifer als auch die entstehenden Gase können von den normalen Mengen um  $\pm 33\%$  abweichen.

Für den Fall einer Abstellung der gesamten DHD-Anlage ist etwa der jetzige Stand der Produktion ins Auge zu fassen, beispielsweise die Herstellung von 20 500 Moto L-Bi (140°), 25 000 Moto Dieselöl und 1500 Moto Aubi. Infolgedessen müsste sich die Destillation auf alle Möglichkeiten einstellen, die zur Zeit auch eintreten können, d.h. die Herstellung von Flubi, Aubi und Dieselöl. Neben der DHD-Produktion wird bei erweiterter Rohproduktbasis Dieselöl und unter Umständen auch Flubi her-

gestellt, allerdings beide in geringer Menge. Jedoch kann die bei voller DHD-Produktion zwangsläufig statt L-Bi anfallende Aubimenge noch nicht angegeben werden, da bisher nicht ermittelt werden konnte, wieviel Pentan nach Einstellung des Dampfdruckes = 0,4 Atü noch unterzubringen ist. Um den Mangel an Tankraum zu berücksichtigen, soll neben der Gewinnung von DHD-Bi und Dieselöl nur die Herstellung von Flubi oder Aubi vorgesehen werden.

Für die Destillation ist die Berücksichtigung folgender Störungsfälle wichtig:

- 1.) Ein Teil der DHD-Produktion fällt aus und muss auf Flubi umgestellt werden. (Gilt auch für die stufenweise Erhöhung während des Anfahrjahres!) Die getrennte Vordestillation der 5058- und 6434-Abstreifer bleibt. Ein Teil des Benzins wird in einer Nachdestillation statt bei 80° bei 135° zu Flubi geschnitten. Die Fraktion 135° - 165° geht zu dem Schwerbenzin des anderen Teils, der in einer 2. Nachdestillation vom Leichtbenzin bis 80° abgetrennt wurde. Es muss Tankraum für Flubi und Dieselöl zur Verfügung stehen.

Da die bei voller DHD-Produktion vermutlich herzustellende Flubimenge nur 2m<sup>3</sup> beträgt, kann das Flubi infolge der zu grossen Leistung der Anlagen nur periodisch destilliert werden und erfordert daher zur Zwischenstapelung einen weiteren Behälter. Laut Mitteilung von Dr. Fichler (24.4.42) fällt die Herstellung dieser geringen Flubimenge wahrscheinlich aus.

- 2.) Ein vollkommener Ausfall der DHD-Anlage schafft weniger komplizierte Verhältnisse. In der Vordestillation wird Flubi hergestellt, Nachdestillation und Redestillation werden abgestellt. Die Herstellung von Dieselöl erfordert keine zuzusätzlichen Vorbereitungen.

Der insgesamt erforderliche Tankraum ist aus Schema III zu ersehen, das insbesondere auf den kompliziertesten Fall, den teilweisen Ausfall der DHD-Produktion zugeschnitten ist.

Verteiler:

Dir. Dr. Schunck / Dr. Becker  
Ol. Cron / DI. Schwab / DI. Hänisch  
Dr. Boesler / Dr. Ester  
DI. Wenzel  
Hochdruck / Dr. Deiters  
Dr. Hörold / DI. Weis  
Dr. Fichler  
~~3 Reserve.~~  
Akten Z.B.

*g. ut...*

Eigenschaften der Produkte

	$d_{20}^{\circ}$	S i e d e -		-165°	-85°	-300°	-120°	-60°	-200°
		Beginn	Endpu.						
Einprits-Schwerbensin	0.773	88°	173°	96%			48%		
Leichtbensin	0.680	35°	90°		98%			44%	
DHD-Abstreifer (vor Stabilisierung u. Redestillation)	0.804	31°	192°	92%			64%		
Fertiges DHD-Benzin (nach Redestilla- tion, Zugabe von L-Benzin und Stabili- sierung)	0.777	49°	165°				63%		
Redestillations-Rückstand	0.942	168°	310°			96%			56%

800000063

800000054

Analysen der Gase. (Vol %)

G a s	H <sub>2</sub> + C <sub>1</sub>	C <sub>2</sub>	C <sub>3</sub>	C <sub>4</sub> <sup>1</sup>	C <sub>4</sub> <sup>n</sup>	C <sub>5</sub>
<u>Arngas:</u> Überschussgas	86.7	10.4	2.1	0.2	0.3	0.17
<u>Rückgase:</u> Entspannung 50 auf 0 atm. 0 atm.	7.5	32.2	13.5	2.0	3.0	1.8
Entspannung 3 auf 0 atm. 0 atm.	6.1	27.8	38.3	7.3	11.7	8.8
Stabilisierung	0.1	2.9	18.4	9.7	23.1.	45.8

(Sämtliche Zahlen dienen der Auslegung der Anlage,  
nicht Kalkulationszwecken!)

J.H.A.  
80000065

3046  
30/4  
Leuna Werke, den 12.1.1943. Kö.

Mitteilungen von Herrn Dr. Diepenbruk.

Herr Dr. Diepenbruk, Pölitze teilte folgende Einzelheiten des DHD-Prozesses mit:

Bei Steigerung der Aromatenkonzentration im DHD-Verfahren sinkt der Ausnutzungsgrad der Anlage d.h. es ist mehr Koks auszubrennen als einer der Aromatenkonzentration proportionalen Zunahme entsprechen würde.

Es bestehen 2 Möglichkeiten den Aromatengehalt durch schonende Massnahmen zu regulieren.

1.) Durch Verminderung des Leichtbenzinschnittes.

D.h. bei einem höheren Bedarf an Aromaten wird das Leichtbenzin tiefer geschnitten, es ist also mehr Produkt durch die DHD-Anlage durchzusetzen.

2.) Durch Erhöhung des Siedeendes.

Die Wirkung ist dieselbe wie bei Massnahme 1.

In welchem Masse eine Produktersparnis infolge einer Herabsetzung der Vergasung bei diesen veränderten Fahrbedingungen möglich ist, lässt sich noch nicht eindeutig sagen.

Zu 1. In Pölitze lässt sich eine Ergänzung der Aromaten durch Veränderung der abgeschnittenen Leichtbenzinmenge noch wirkungsvoll durchführen, solange nur 5058-Benzin verarbeitet wird. Bei dem Einsatz von 6434 Benzin wäre ein Prozentsatz unter  $100^{\circ}$  herauszunehmen. Das hätte erhöhten Produktverlust zur Folge, da unter  $80^{\circ}$  bereits zu starke Vergasung eintritt.

Eine Unterschreitung der  $80^{\circ}$ -Grenze ist bei 5058-Produkt nicht möglich. Die Annahme von Herrn Dr. Diepenbruk, durch Veränderung des Schnittes im Leichtbenzin eine Aromatenkorrektur ohne zusätzliche Vergasung erreichen zu können, erscheint höchst zweifelhaft.

Das Einspritzprodukt für die DHD-Kammern wird im Siedeendpunkt so hoch geschnitten, dass im Kammer-Abstreifer nicht unter 3 % Redestillationsrückstand enthalten ist. Im allgemeinen erhält man etwa 6 - 7 %. Die Einstellung dieses hohen Rückstandes hängt mit dem Dampfausblasen zusammen, auf diese Weise lässt sich besser destillieren.

In den technischen Lieferbedingungen für DHD- Pölitze ist der 95 %-Punkt mit  $165^{\circ}$  angegeben. Der Endpunkt liegt dabei etwa bei  $180^{\circ}$ . Dr. Diepenbruk hält diese Bedingungen für sehr vorteilhaft, da er sich hierdurch einen beträchtlichen Spielraum gesichert hat.

Nach Ansicht von Herrn Dr. Diepenbruk ist das Raffinat der Toluol-Fabrikation wegen seines schlechten Aromatengehaltes nicht ins DHD-Benzin, sondern in das VT-Benzin bzw. in das DHD-Einspritzprodukt zurückzuführen.

800000067

Leuna Werke, den 1.7.1943.

Telefonnotiz.

Dr. Donath, Lu - Dr. Deiters Me.

Betr.: DHD-Kontakt.

1. Auf Anfrage teilte Dr. Donath mit, dass der neu für den Raffinationsofen herzustellende Kontakt mit 55 gr/ltr Molybdänsäure zu tränken sei.
2. Herrn Dr. Donath wurde mitgeteilt, dass das Einfüllen des stückigen Kontaktes mit dem in Leuna üblichen Gliederrohr Schwierigkeiten bereitet. Er empfahl darauf die Ludwigshafener Methode, bei der ein Eimer mit selbsttätig sich öffnendem Boden angewandt wird. Auf die Frage nach der Möglichkeit, den Kontakt im Ölbad einzufüllen, konnte Dr. Donath keine Auskunft erteilen. Für diese Arbeitsweise wäre zuvor durch Versuch festzustellen, ob der Kontakt nicht durch das Öl weich wird und zerfällt.

Ø: Herrn Dir. Dr. Schunck / Dr. Becker  
OI. Cron  
Dr. Hill, Kontaktfabrik.

800000068

Über Herrn Dir. Dr. Schunck an  
Herrn Dr. Pohl,  
A. S. P. Me 26.

2042-8  
30/4.02

Dr. Del/Kö.

17.12.1942.

DHD-Produkte, Ihre Anfrage vom 16. d.M.

Es sei ausdrücklich darauf hingewiesen, dass die mitgeteilten Zahlen durch Schätzung aus den Resultaten Ludwigshafener Kleinversuche ermittelt wurden, die mit einem Ausgangsprodukt ausgeführt wurden, das sich nicht unwesentlich von dem in Leuna zu verarbeitenden Benzin unterscheidet. Davon ist besonders die Angabe über die Vergasung betroffen. Der Aromatengehalt wurde durch Extraktion bestimmt, ist also auch als fehlerhaft zu betrachten. Der Klopfwert des aromatenfreien Restbenzins wurde durch Schätzung aus den Eigenschaften seiner Komponenten ermittelt.

Das DHD-Benzin enthält 55 Gew.% Aromaten, die sich etwa folgendermaßen zusammensetzen: 9,4 Gew.% Benzol, 19,8 Gew.% Toluol, 17,0 Gew.% Xylol 8,8 Gew.% höhere Aromaten. Die 45 % Restbenzin dürften einen Motorklopfwert = etwa 70 aufweisen ( ohne Bleizusatz ).

Bei einer Produktion von 345 000 Tons DHD-Benzin fallen etwa 75 500 to gasförmige Kohlenwasserstoffe ( C<sub>1</sub> - C<sub>4</sub> ) und 10 500 to eines über 165° siedenden aromatischen Rückstandes an.

Ø : Dr. Fichler  
DHD,  
Leutol,  
3 Reserve.

Geheim!

800000089

Leuna-Werke, den 15. Oktober 1942. Bu.

1. Dies ist ein Staatsgeheimnis im Sinne des § 38  
S. 103 in der Fassung des Gesetzes vom 24. 4. 1934  
(RGBl. I S. 341 f.)
2. Sicherstellung der vollständigen, Beförderung als  
„Einigungsstellen“.
3. Gewährleistung für höhere Qualität.

Bewertung des Ausgangsproduktes für DHD-Benzin.

Nach den Mitteilungen der Wirtschaftsgruppe Kraftstoffindustrie ist in den Verhandlungen über die Preisbildung der Flugkraftstoffe festgelegt worden, dass das zur Erzeugung von DHD-Benzin verwendete Ausgangsprodukt unter Zugrundelegung des aus dem Marktpreis abgeleiteten Nettoerlöses in die Kalkulation des DHD-Benzins eingesetzt wird. Als Ausgangsprodukt für die Erzeugung von DHD-Benzin wird ein bei etwa 165° abgeschnittenes Benzin benutzt, das einen grösseren Wert als Auto- benzin besitzt. Bei der Umstellung der Produktion von Autobenzin auf DHD-Ein- setzprodukt wird die Produktion zurückgehen, da die Ausbeuten an flüssigem Pro- dukt geringer werden. Abgesehen davon kann die Produktion auch zurückgehen, wenn in Teilen der Apparatur, die von der Herstellung von 165°-Benzin stärker belastet werden, Reparaturen liegen.

Da der Produktionsrückgang die entscheidende Rolle bei der Bewertung des Aus- gangsproduktes spielt, erscheint es zweckmässig, um zu einem einheitlichen Ver- fahren für dessen Ermittlung zu kommen, etwaige Engpässe zu vernachlässigen und davon auszugehen, dass bei der Umstellung der Produktion von Autobenzin auf DHD- Einsatzprodukt die verarbeitete Rohmaterialmenge nicht geändert wird. Der Pro- duktionsrückgang ist dann lediglich durch den Rückgang der Ausbeute bestimmt. Bei gleichem Rohmaterialeinsatz wird bei der Produktionsumstellung auf DHD-Einsatz- produkt ein Mehraufwand durch höheren Wasserstoffverbrauch und durch höhere Be- lastung einiger Verfahrensstufen eintreten, dem erhöhte Gutschriften durch höhe- ren Gasanfall gegenüberstehen; umgekehrt können für das DHD-Einsatzprodukt die Kosten für Stabilisierung, Benzinwäsche, Benzinprüfung und die internen Versand- kosten in weitaus geringerem Masse anfallen, wenn die DHD-Benzinerzeugung am gleichen Ort erfolgt und diese Kosten mit der eigentlichen DHD-Stufe verrechnet werden. Ob per Saldo ein Mehraufwand bzw. Minderaufwand bestehen bleibt, lässt sich allgemein nicht voraussehen.

Hieraus ergibt sich folgende Formel für die Bewertung des Einsatzproduktes:

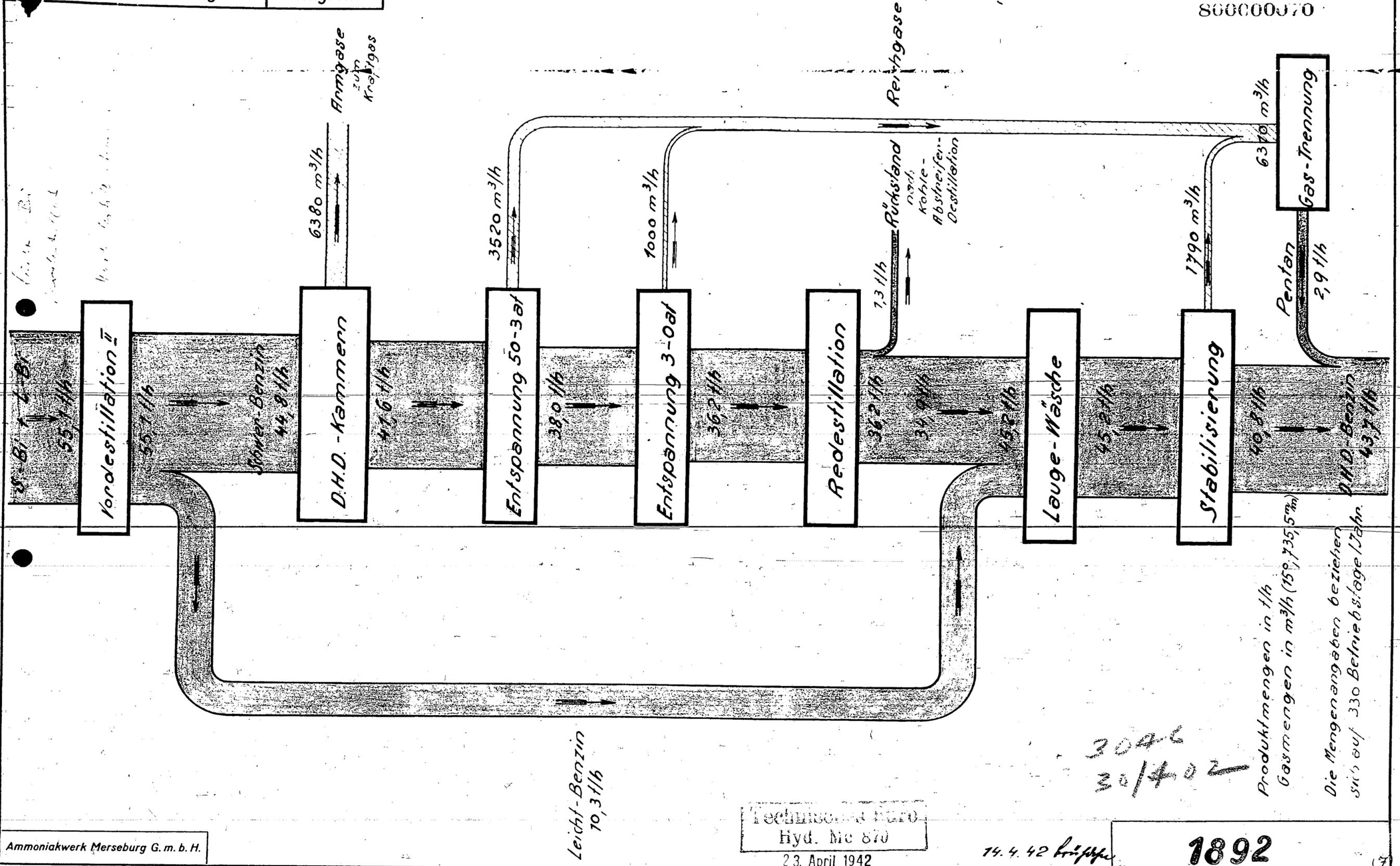
Kosten des Einsatzproduktes für DHD =  $\frac{\text{Ausbeute für Autobenzin} \times \text{Nettoerlös für Autobenzin}}{\text{Ausbeute für DHD-Einsatzprodukt}} + \text{Mehraufwand (bzw. - Minderaufwand)}$

Die Ausbeuten und der Mehraufwand (bzw. Minderaufwand) werden dabei unter der An- nahme angenommen, dass das gesamte in die Hydrierung eingehende Rohmaterial (bzw. das nur auf Autobenzin in oder nur auf DHD-Einsatzprodukt verarbeitet wird.

Diese Annahme ist notwendig, um die wechselnden Stoffflüsse zu berücksichtigen, die sich für die Berechnung der Ausbeute und Kosten bei unterschiedlichen Erzeugnissen ergeben können.

Bei der Ermittlung von Ausbeuteverhältnis und Mehraufwand geht man am besten von dem für Herstellung von Autobenzin und DHD-Einsatzprodukt gemeinsamen Zwischen- produkt aus (Vorhydrierungsabstrahier). Die zuzur Berechnung notwendigen Kalku- lationswerte ergeben sich aus den Unterlagen für die Garantiepreisermittlung.





Ammoniakwerk Merseburg G. m. b. H.

Technische Büro  
Hyd. Me 870

23. April 1942

14. 4. 42 *Krüppel*

1892

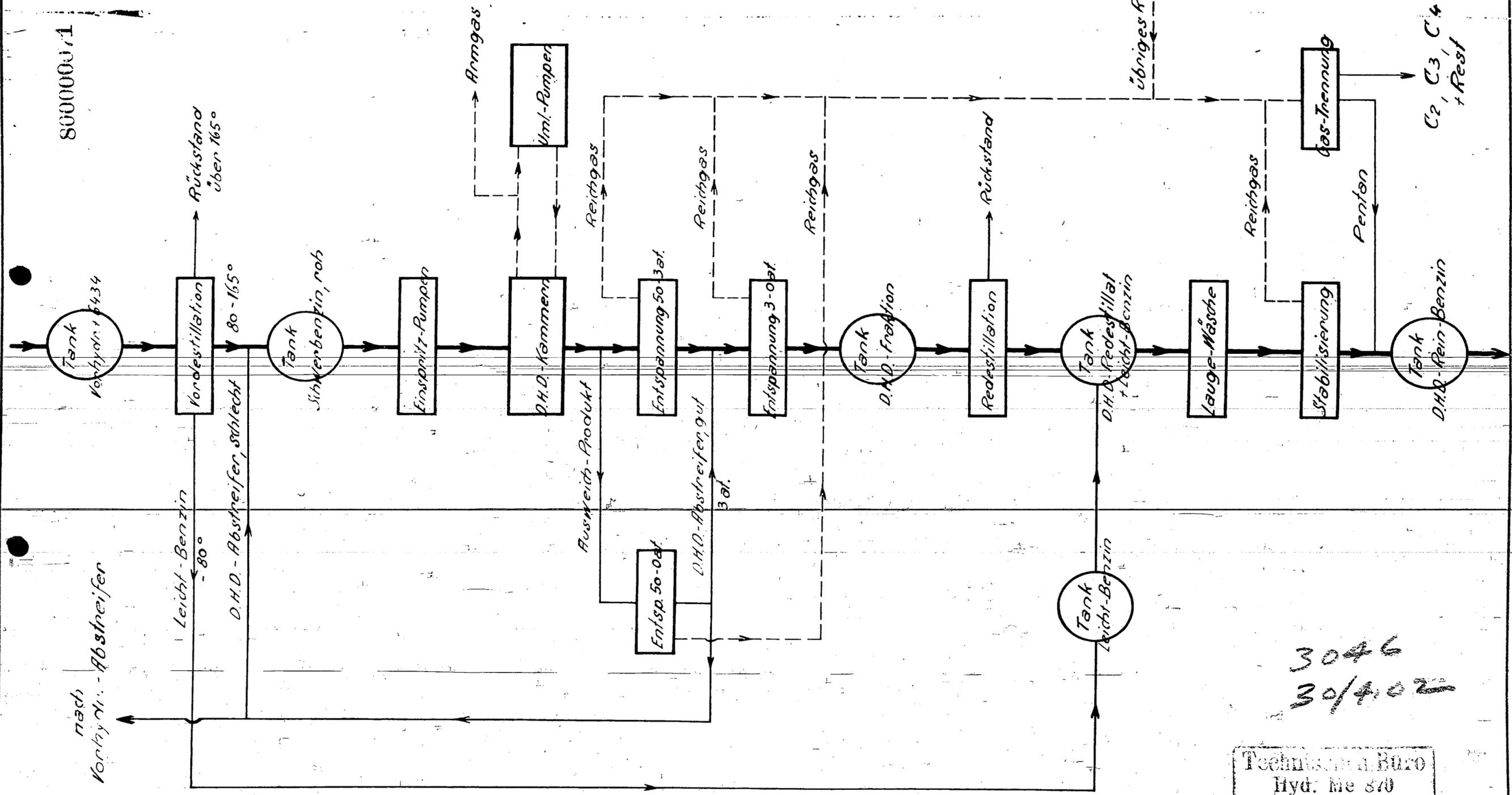
(7)  
DIN A3

Betrieb: D.H.D.-Anlage Leuna.

Fließ-Schema für 345000 Tajo D.H.D.-Benzin.

Fachgruppe:

Bau-Nr.  
Me 1100/1104



8000000/1

nach Kohhydrat - Abstreifer

3046  
30/4/02

Technisches Büro  
Hyd. Me 570

23. April 1942.

1891

4.4.42 *brüpf*

Ammoniakwerk Merseburg G. m. b. H.

J10786 2000 5 41

DIN A 3

Betrieb: D.H.D.-Anlage Leuna.

Fabrikations - Schema der D.H.D. - Anlage.

Fachgruppe:

Bau-Nr.

Me 1100/1104

3046

30/4/02

800000072

Norman Van der Elst

confession

2

3046-9

900000073

Leuna Werke, den 17. April 1942. K8.

30/4.02  
Operation Conditions for New Reactor

A k t e n o t i z

Betr. Betr. ihtigung der DHD-Neubaukammer P8litz am 13. und 14.4.42 (Dr. Steffen).  
(Siehe hierzu auch MPA-Bericht von Herrn DI. Schwab.)

1.) Betriebszahlen (Dazu Tabelle am Schluss des Berichtes!)

Die erste der 4 vorgesehenen DHD-Kammern (Neubau) wurde Ende Januar des Jahres angefahren und beendete am 13. die 13. Betriebsperiode. Sie lief bisher ohne wesentliche Störung. Die Kammer war anfänglich für eine Belastung von 0,5 kg/Liter ausgelegt worden. Da sich später der Wert 0,4/Liter als vorteilhafter erwies, wurde der Einbau eines weiteren Reaktionsofens gefordert. Die Kammer besteht zur Zeit noch aus 3 Reaktionsöfen und einem Raffinationsofen. Das Produktgemisch durchströmt die Öfen von oben nach unten, es ist also noch kein Tauchrohr vorhanden.

Der Siedebereich des Einspritzproduktes beträgt 80° bis 175°. Der Endpunkt ist dadurch bestimmt, dass der DHD-Abstreifer 6 % über 165° siedendes enthalten darf. Das Einspritzprodukt entsteht aus der Rohstoffbasis von etwa 40 % Erdöl und 60 % Seinkohle + Pech. Es wurden erstaunlich hohe Betriebszeiten erreicht, die sich im Durchschnitt auf etwa 100 Stunden belaufen. An der im Betrieb befindlichen Neubaukammer 21 wird ungefähr mit einer maximalen Reaktionszeit von 130 Stunden gerechnet, an der noch mit dem gleichen Produkt im Betrieb befindlichen Umbaukammer 1 wurden bereits Zeiten von 190 Stunden erreicht. Die Leistungsfähigkeit bezüglich der Periodenlänge, für die die Produktbilanz d.h. also die Vergasung massgebend ist, findet ausserdem eine Begrenzung in der maximal zulässigen Temperatur des Vorheizers.

Die aus den bisherigen Betriebserfahrungen sich ergebenden Periodenzeiten sind ungefähr folgende:

<u>Reinigungszeit:</u>	Trockenfahren	2 Stunden
	Entspannung auf 0 Atm	1 Stunde
	Auffüllen auf 10 Atm Stickstoff (1x) und Entspannen	1/2 Stunde
	Auffüllen	1/2 Stunde
	Temperatureinstellen etwa	2 Stunden
	Summe des <u>Spülprozesses</u> =	<u>6 Stunden</u>
	<u>Brennen</u> mit einer Nachbrennzeit von etwa 1/2 Stunde =	8 Stunden
	<u>Spülen</u> und Vorbereitung für den neuen Reaktionsprozess	6 Stunden.
	Summe des <u>gesamten Reinigungsprozesses</u>	<u>20 Stunden.</u>
		*****

Da sich für die Verarbeitung der infrage kommenden Produkte der Druck von 50 Atm als zu hoch erwies, wurde die Kammer bei niederen Betriebsdrücken gefahren.

Die in den 3 Reaktionsöfen eingestellten Temperaturen richten sich nach der Verteilung des abgelagerten Kokes. Infolge der fraktionierten Dehydrierung bzw. Isomerisierung der verschiedenen im Ausgangsbenzin enthaltenen Produktgruppen besteht die merkwürdige Eigenart, dass es bis jetzt noch nicht gelungen ist, den Koks gleichmässig auf die Öfen zu verteilen. Das ist erwünscht, um bei gleichzeitigem Ausbrennen sämtlicher Öfen eine möglichst kurze Brennzeit zu erzielen. Die im 2. Ofen abgelagerte Koksmenge war im allgemeinen wesentlich geringer als die in den übrigen Öfen.

Beispiel:

Ofen I	=	0,65 to
Ofen II	=	0,35 to
Ofen III	=	0,65 to
Raffinationsofen	=	0,20 to.

Der Durchschnittswert des Koksanfalles belief sich bei einer Einspritzung von 16 000 to auf etwa 1,5 to Koks. Aus dem Versuch, die Koksmenge im Ofen II zu erhöhen, ergibt sich das Temperaturbild mit dem Maximum in Ofen II. An der Angleichung der Koksmengen wird zur Zeit noch gearbeitet.

Die Wärmetönung betrug bei der Verarbeitung des normalen 5058-Benzins bei einem Betriebsdruck von 35 Atm im letzten Reaktionsofen minus 100. Jedoch ist schon aus dem Vergleich mit den Daten der Kammer I ersichtlich, dass die Wärmetönung ausserordentlich empfindlich von den verschiedenen Variablen abhängt, d.h. im wesentlichen vom Druck, von der Reaktionstemperatur und von der Belastung. Im vorliegenden Falle wurde ein geringer Druck vorgezogen, da hierdurch eine Herabsetzung der Vergasung ermöglicht wird. Es handelt sich um einen Bilanzgewinn von etwa 0,5 %. Bei einigen Versuchsperioden der Umbaukammer I, die noch bei 50 Atm betrieben wurde, ergab sich bei Einstellung auf dieselbe Gasdichte eine wesentlich abweichende Kontaktbelastung. Bei Anwendung des gleichen Druckes = 35 Atm zeigte dasselbe Produkt in der Kammer I bei einer Belastung von 0,27 (gegenüber einer Belastung von 0,60 (in Kammer 21) eine Wärmetönung von minus 160 WE (21)21 = -100 WE).

Die Druckverhältnisse bei einer Betriebsperiode der Kammer 21 betragen 43 Atm auf der Druckseite und 30 auf der Saugseite.

Gasmengen: Reaktionsgas 14 000 m<sup>3</sup>/h, Brenngas 18 000 m<sup>3</sup>/h. Kaltgas wird im allgemeinen während der Reaktionsperiode nicht gebraucht. Andere Daten der Druckdifferenz betragen: Beim Spalten 48/32 und beim Brennen 63/50 Atm. Die Gasdichte betrug bei Beendigung des Prozesses 0,4.

Die Dichte des Regenerationsgases belüftet sich je nach Kohlensäuregehalt auf 1,2 und 1,3. Der Kohlensäurewert stellt sich auf einen Spiegel von etwa 80 % ein, Kohlenoxyd ist nur in geringen Mengen im Gas vorhanden.

Bei der Verarbeitung des 5058-Produktes ist auf Grund der folgenden Versuchsdaten anzunehmen, dass man die noch vorhandene Aktivität des Kontaktes nach der die Wärmetönung kennzeichnenden Temperaturdifferenz in den Reaktionsöfen beurteilen kann. Beispielsweise betrug in einer Reaktionsperiode von über 100 Stunden Dauer die Wärmetönung 20 Stunden nach Beginn 104 WE/kg und 5 Stunden vor der Abstellung 96 WE/kg.

Temperaturbild:

Anfang:	I	II	III	Summe der Differenzen:
	27,8	27,9	27,1	
	24,0	25,7	26,7	
	Diff. 3,8	Diff. 2,2	Diff. 0,4	6,4
Ende:	28,4	28,4	27,5	
	25,2	27,1	27,5	
	Diff. 3,2	Diff. 1,3	Diff. 0,0	4,5

Es ist jedoch bei der Beurteilung der Wärmetönung zu beachten, dass sie, wie von den übrigen Variablen, auch stark von der absoluten Temperatur abhängt.

Bei Verarbeitung von 5058-Produkt wurde im allgemeinen im Kreislaufgas ein Wasserstoffgehalt von etwa 70 % gefunden. Je nach Produkt schwanken die im Betrieb gefundenen ~~letzten~~ Reaktionsöfen zwischen 73 bis 75 % bei 35 Atm Betriebsdruck. Im letzten Reaktionsofen besteht somit ein Wasserstoffpartialdruck von 25 Atm. Auf diesen Wasserstoffgehalt ist materialmässig Rücksicht zu nehmen.

*H<sub>2</sub>-Analysen*

Die höchste Nadeltemperatur im Vorheizzer betrug 13,2 MV (570°). Dabei ist zu beachten, dass in Pölitz unter wesentlich günstigeren Bedingungen als in unserer zukünftigen DHD-Anlage gearbeitet wird; denn 1. wurde zum Bau der Anlage Hochdruckmaterial verwandt (300 Atm) und 2. bestehen die Vorheizernadeln aus N<sub>8</sub>-Stahl, der mit seinem Chromgehalt von etwa 2,5 % und seinem Gehalt an Mo und Vd von zusammen etwa 1 % natürlich wesentlich höhere Belastungen erträgt, als unser Material. Die Brennzeiten bei der beobachteten Fahrperiode betragen: Im Ofen I 5 Stunden 35 Min., im Ofen II 4 Stunden 45 Min., im Ofen III 5 Stunden 20 Min. und im Raffinationsofen 2 Stunden 35 Min. Man sieht, dass die Versuche, die Koksmengen der Öfen anzugleichen, in dieser Periode bereits einen wesentlichen Fortschritt gemacht haben. Jedoch wurden noch nicht sämtliche Öfen gleichzeitig gebrannt, wie es für uns von Ludwigshafen vorgeschlagen worden war. Ofen I und Ofen III begannen um 2<sup>15</sup> Uhr, der Raffinations-

ofen und Ofen II um 5<sup>15</sup> Uhr bzw. 6<sup>30</sup> Uhr. Dr. Steffen hält es bei den ausserordentlich langen Betriebszeiten nicht für nötig, den durch gleichzeitiges Ausbrennen erreichbaren Zeitgewinn anzustreben, da er im gleichzeitigen Brennen mit 2 hintereinander liegenden Öfen eine gewisse Gefahr sieht. Der Sauerstoff des 1. Ofens kann durchschlagen und damit das Brennen des 2. Ofens unkontrollierbar beeinflussen. Ausserdem steht nicht fest, ob beim gleichzeitigen Brennen sämtlicher Öfen die Verbrennungswärme, die sonst gerade die Wärmeverluste deckt, abgeführt werden kann. Die maximale Luftmenge beim Ausbrennen betrug je Ofen etwa 1 100 m<sup>3</sup>/h.

Die höchste Ofentemperatur (im Ofen II) betrug zum Schluss einer Spaltperiode laut Eintragung im Ofenbuch 28,8 MV. = 540°. Die geforderten Grenztemperaturen werden demnach tatsächlich erreicht. Es muss auf alle Fälle Front dagegen gemacht werden, dass auf Betreiben der Materialprüfung die Dauerstands-Temperaturen werden demnach bauenden Haarnadeln noch weiter herabgesetzt werden.

Die Temperaturen des Rauchgases stiegen zum Schluss dieser Spaltperiode an einigen Stellen (Vorheizer der Öfen I und II) bis 15,5 MV. = 640°.

## 2.) Anfahren.

Da zur Zeit nur eine Neubaukammer in Betrieb ist, wird jede Periode mit einem Gemisch von Stickstoff und Wasserstoff zum Anfahren aufgefüllt. Man hat für Spaltgas keinen Stapelbehälter vorgesehen um eine Gefährdung des Betriebes durch falsche Ventil-Bedienung zu vermeiden. Dr. Steffen äusserte die Absicht, auch später im vollen Betriebe die anzufahrende Kammer immer aus dem Überschussgas der übrigen Kammern zu füllen. Die Kammer wird zuerst auf etwa 2/3 des Druckes mit Stickstoff gebracht und dann mit Wasserstoff vollkommen aufgefüllt, dann werden die Umlaufpumpen angefahren. Dabei stellt sich durch Vermischen eine Gasdichte von etwa 0,9 ein. Darauf wird nach Einstellung der Temperatur eingespritzt. Um die Geschwindigkeit mit Stickstoff ist zur Zeit noch zu erhöhen (Gefahr undich beim Auffüllen die Geschwindigkeit kühlung!), ist z.Zt. noch ein Stapelbehälter für Stkühlung ein Undichtwerden dem Netz nur verhältnismässig wenig Stickstoff entnommen werden darf.

Im allgemeinen wird mit einer Einspritzung von 4 m<sup>3</sup> begonnen und im Laufe von etwa 4 Stunden auf die volle Menge 19 m<sup>3</sup> vorgefahren. Die Anlage war für einen Durchsatz von 12 Tonnen ausgelegt, kann aber zur Zeit mit 15 to betrieben werden d.h. mit einer Belastung von etwa 0,6 kg/Liter. Die Wälzmenge beträgt dabei 14 000 m<sup>3</sup> d.h. das Gasverhältnis ist etwa = 1 m<sup>3</sup>/kg Einspritzung. Unter diesen Verhältnissen läuft der Betrieb befriedigend.

Das Produkt wird den Anforderungen gerecht, nur scheint die Vergasung noch zu hoch zu sein (maximal etwa 23 %).

Die in den Reaktionsöfen als max. geforderten Temperaturen betragen etwa im Ofen I 27,5 MV, im Ofen II 28,5 MV und im Ofen III 27,5 MV. Infolge der zu Beginn der Einspritzung nicht genau einstellbaren Temperatur ist der Anilinpunkt im allgemeinen anfänglich zu gut, d.h. das Produkt ist zu hochwertig. Es kann demnach ohne Bedenken in die laufende Produktion geleitet werden.

Vor dem Beginn der Reaktionsperiode wurde mit einer Geschwindigkeit von 1,5 MV pro Stunde hochgeheizt. Das Hochheizen erfolgte mit etwa 65 % der Brennerbelastung. Im Augenblick der Einspritzung werden die Brenner voll belastet und das 2. Wälzgasgebläse wird angefahren. Die Folge ist ein beträchtlicher Temperaturanstieg vom Augenblick der Einspritzung an. Die Reaktion springt sofort an, erkenntlich an dem starken Abfall der Gasdichte. Damit dem Kraftgas im Augenblick der Einspritzung übermässig hoch gefahren wurde, musste im Laufe der nächsten Stunden langsam wieder auf die tatsächlich gebrauchte Menge zurückgefahren werden.

Das Anfahren unter gleichzeitigem Hochfahren der Brenner und Anfahren des Gebläses zusammen mit dem Beginn der Einspritzung erschien uns sehr grob. Die Temperaturen der Öfen liessen sich zwar verhältnismässig schnell nach dem 1. Temperaturstoss beruhigen, doch hatten wir den Eindruck, dass das Wälzgasgebläse bereits vor Beginn der Einspritzung hereingenommen werden müsste. Auf alle Fälle erkennt man daraus, dass die Kammer bei dieser Art des Anfahrens während der 1. 14 Perioden keinen Schaden genommen hat, da der Prozess verhältnismässig unempfindlich ist.

Die Einspritzung betrug zu Anfang  $4,5 \text{ m}^3$  bei  $14.000 \text{ m}^3$  Gasdurchgang und wurde nach einer vorgezeichneten Linie in 2 Stunden auf  $8 \text{ m}^3$  vorgefahren. Die Ofentemperaturen lagen etwa 20 Min. vor Beginn der Einspritzung folgendermassen Ofen I 25,5 bis 24,6, Ofen II 26,5 bis 25,5, Ofen III 25,6 bis 25,0, Ofen IV 15,0. Im Augenblick der Einspritzung lagen die Eingangstemperaturen bei 26,2, 27,0 und 26,2 und stiegen in kürzester Zeit an, z.B. im Ofen I von 26,2 auf 26,7, im Ofen II von 27,0 auf 27,3. Der Kammerdruck betrug 37/31. Die Gasdichte 0,91. Im allgemeinen soll die Temperatur der Öfen zu Beginn der Einspritzung etwa um 1 MV tiefer liegen, als die gewünschte Höhe. Hierin liegt eine Sicherheit für die Überbrückung der durch das Hochfahren des Vorheizers bedingten Unregelmässigkeiten.

Spitztemperatur im Vorheizer: (Heisseste Rauchgas-Elemente).

Zeit:	Ofen I	Ofen II	Ofen III.
18 Uhr (Einspritzung)	14,6	14,5	12,5
18,30 Uhr	14,6	14,5	13,1

Die Grenztemperatur von 15,5 MV wurde demnach beim Anfahren noch nicht erreicht. Das Rauchgas stieg erst gegen Ende der Spaltperiode auf diese Temperatur.

### 3. Fahrweise.

Pölitz brennt noch nach und zwar 1 x nach mehreren Perioden. Dieses gründliche Durchbrennen ist ab und zu mal nötig, um den Kontakt von allen Polymerisatresten zu befreien. Das Nachbrennen dauert etwa 1/2 Stunde. Die gute Wirkung des Nachbrennens macht sich z.B. in einer Verringerung der Vergasung bemerkbar.

Einspritzwasser (die Menge beträgt maximal 1 m<sup>3</sup>/Kammer) zum Spülen des kalten Regenerators und des Kühlers wird nur während der Regeneration angewandt. Korrosionen wurden angeblich beim bisherigen A Ausbauten nicht beobachtet. Alkalische Zusätze waren demnach nicht nötig.

Kaltgas wird im allgemeinen nicht gebraucht. Wenn beim Ausbrennen der Öfen Kaltgas nötig ist, wird es nicht vor dem Eingang, aus dem hinter dem Ausgang zugeführt, da durch Zugabe am Eingang infolge der unregelmässigen Beaufschlagung Gefahr besteht, dass die Zündtemperatur unterschritten wird.

Eine Kühlung des Gases vor Eingang in den heissen Regenerator durch Kaltgas-Zugabe ist nicht nötig.

Dr. Steffen legt auf das gleichzeitige Ausbrennen sämtlicher Öfen keinen Wert, da der Zeitgewinn gegenüber der langen Spaltperiode nicht ins Gewicht fällt. Ausserdem genügt beim gleichzeitigen Ausbrennen sämtlicher Öfen der Wärmeverlust zwischen den Öfen nicht mehr, um die Verbrennungswärme zu vernichten.

Beim Regenerieren wird die Brennerleistung sehr stark zurückgenommen und zwar auf etwa 9 Millionen auf etwa 1 Million WE. Man hofft, in Zukunft während der Regenerationsperiode mit den Zündbrennern von zusammen etwa 9 Millionen WE auszukommen. Die Zündbrenner sind speziell für diesen Fall verhältnismässig stark ausgebildet.

#### 4. Betriebliche Neuerungen.

Pölitz will versuchen, sich für die Spülprozesse von Stickstoff frei zu machen. Auch für Leuna erscheint es nach den in dieser Besprechung mitgeteilten Erfahrungen möglich, die Anwendung von Stickstoff zu vermeiden. Dr. Steffen hat die Stapelung von nur 1 Gasart (Inertgas) vorgesehen. Er will auf diese Weise vermeiden, dass die Gase durch Verwechslung in einem Behälter vermischt werden könnten. Da kein Stapelbehälter für Spaltgas vorgesehen ist, muss die anzufahrende Kammer aus dem Überschussgas der laufenden Kammern aufgefüllt werden. Das sind für Pölitz etwa 4 000 m<sup>3</sup>/h. Man will, um die Zeit abzukürzen, schon bei 25 Atm anfahren. Zur Zeit wird die Kammer jedesmal zum Vorbereiten der Spaltperiode mit Stickstoff und Wasserstoff aufgefüllt.

Für die Frage, ob überhaupt mit reinem Stickstoff gespült werden muss, da das Zusammentreffen von Brenn- und Spaltgas beim Periodenwechsel zur Bildung von Wasserdampf führen kann, ist folgende Beobachtung interessant. Gelegentlich einer schlechten Standhaltung im Ansaugtank wurde während der ersten Stunden einer Spaltperiode Wasser in die Anlage eingespritzt. Der Kontakt wurde sofort "narkotisiert" und arbeitete nicht mehr. Sofortige Änderung der Gasdichte. Jedoch sprang der Kontakt nach Beendigung der Störung ohne dazwischen liegendes Ausbrennen wieder an und der übrige Teil der Periode lieferte vorschriftsmässiges Benzin. Dieser Befund könnte als Beweis dafür gelten, dass Wasser den Kontakt nur temporär schädigt. Die Stickstoffspülung wurde bisher beibehalten, da die Knallgas-Reaktion des Wasserstoffs und die Methanreaktion der Kohlensäure befürchtet wurden.

#### 5. Apparatur.

Zur Einstellung der Temperatur des Raffinationsofens dient ein durch Kolbenventil gesteuerter heisser Umgang um den Regenerator I. Ursprünglich waren 2 Umgänge sowohl druckseitig als auch saugseitig vorgesehen, da sich jedoch der saugseitige Umgang zur Regulierung bewährt hat, empfiehlt es sich nicht, in Leuna einen druckseitigen überhaupt noch vorzusehen. In der Pölitzer Kammer befindet sich ausserdem eine direkte Verbindungsleitung vom Ofen 5 zum Kühler mit einem heissen Kolbenventil. Da dieses Ventil jedoch nie benutzt wurde, sehen wir keinen Anlass, eine derartige Einrichtung in Leuna anzubringen.

Eine Kaltgaszugabe in der Mitte des letzten Reaktionsofens hat sich nur bei der Verarbeitung von Erdölprodukten als notwendig erwiesen, da dort die Re-

aktion im letzten Ofen exotherm wird. Für uns ist daher eine derartige Einrichtung noch nicht notwendig, wir sehen lediglich für alle Fälle einen Anschluss an der Gruppe vor.

In den Leitungsstücken, die mit Umgang versehen sind, waren ursprünglich Drossellinsen vorgesehen. Jedoch haben sich diese als unnötig erwiesen, da der Widerstand der Regeneratoren bereits hoch genug ist.

#### 6. Erfahrungen.

Der K-Wert des Vorheizers hat bis jetzt nicht nachgelassen,

Bei der in Pölitze angewandten Ausbrennweise: zuerst Ofen I und III, dann Ofen II und IV ist der Einbau eines Dampferzeugers zwischen den Öfen nicht nötig. Die überschüssige Verbrennungswärme wird durch die Abstrahlungs-Verluste aufgezehrt.

Der in Pölitze eingebaute Ofen-Typ hat bis jetzt keinen Anlass zu Beanstandungen gegeben. Die Mantel-Temperaturen sind bis jetzt niedrig gewesen.

Die Anbringung von Nadel-Elementen zur Kontrolle der Nadel-Temperatur wird auch jetzt noch für unbedingt notwendig gehalten. <sup>des</sup> Trotz Nachbrennens mit Luft wurde in den Vorheizer-Nadeln, die aus dem  $N_8$ -Material bestehen, keine Sauerstoff-Korrosionen beobachtet.

#### 7. Beobachtungen.

Die Thermoelemente der Öfen sind in 4 Thermo-Rohren angebracht, die auf einem Umfang mit etwa halbem Radius liegen. Von diesen Thermo-Elementen befinden sich je 2 gegenüber liegende auf gleicher Höhe. Es konnte nun beobachtet werden, dass diese Parallel-Elemente teilweise verschiedene Temperaturen anzeigten, und zwar bis zu 0,2 MV. bei der Spaltperiode und bis zu 0,5 MV. beim Brennprozess.

#### 8. Vorschläge für Leuna.

Es wird angenommen, dass <sup>durch</sup> die für Leuna vorzusehenden Produktschwankungen in der Zusammensetzung des Gemisches von 5058- und 6434-Benzin das Fahren der Kammer nicht wesentlich gestört wird. Es wird sich lediglich eine Veränderung der Vergasung zeigen, die durch Regulierung der Temperatur oder einer der anderen Variablen kompensiert werden kann. Auf alle Fälle aber wird das Fahren der Kammer dadurch kaum erschwert werden.

Dr. Steffen macht darauf aufmerksam, dass es sich bei dem hohen Feuchtigkeitsgehalt der anfallenden Produkte als notwendig erwiesen hat, sämtliche Meßleitungen, die feuchtes Gas enthalten, gut zu isolieren.

Bei der Besprechung über die Temperatur des Kühlwassers erfuhren wir, dass

das Oderwasser etwa 5° kälter ist, als unser Kühlwasser. Dadurch ist es zu erklären, dass in Pölitze nie Schwierigkeiten durch zu warmes Kühlwasser, also unzulässiger Dichte-Anstieg des Kreislaufgases beobachtet wurden.

Es wurde uns empfohlen, auf den Kontakt des Raffinationsofens eine oberste Schicht von 25iger Raschig-Ringen zu legen. In dem Raffinationsofen tritt infolge der niedrigen Temperatur bereits Kondensation geringer schwer siedender Anteile auf. Dadurch wird der Kontakt feucht und weich. In diesem Zustande wird der seiner Widerstandskraft beraubte Kontakt durch den aufblasenden Gasstrom zermahlen und bildet Staub. In Pölitze trat infolge dieser Erscheinung 2 x hintereinander hoher Widerstand im Raffinationsofen auf.

Als unterste Schicht im Raffinationsofen ist die Aktiv-Erde 6108 anzubringen.

#### 9. Allgemeine chemische Grundsätze.

Um bei veränderter Belastung den gleichen gewünschten Anilinpunkt zu halten, muss eine andere Temperatur eingestellt werden. Die Folge ist jedoch, dass sich dementsprechend die Vergasung wesentlich ändert. Diese Änderung kann durch Einstellung eines anderen Betriebsdruckes wieder kompensiert werden.

Es ist für die Auslegung der Anlage Leuna von Wichtigkeit, dass jede mögliche Temperaturerhöhung in den Öfen, also auch im Vorheizzer, einen wirtschaftl. Gewinn bedeutet, da die Spaltperioden verlängert werden können.

Wenn mit dem letzten Ofen auf eine Verbesserung des Anilinpunktes gefahren werden muss, macht sich ein besonders starker Einfluss auf die Gasdichte bemerkbar. Bei den übrigen Öfen ist eine derartige Auswirkung nur in bedeutend geringerer Masse zu erkennen. Daraus ergibt es sich, dass bei notwendigen Korrekturen der Kammerlage, die mit Hilfe des letzten Ofens ausgeführt werden, wellenförmige Schwankungen in der Gasdichte-Kurve auftreten.

Als maximale Temperatur im Ofen werden 28,8 MV für das jetzt in Pölitze verarbeitete Produkt verlangt. Diese Temperatur gilt für eine Belastung von 0,6 kg/Liter; es ist anzunehmen, dass der Wert bei 0,4 tiefer liegt.

Es ist eine Erfahrungstatsache, dass mit zunehmender Spaltperiodenlänge der Prozentgehalt an gebildetem Koks geringer wird. Als Anzeichen für die Beendigung der Spaltperiode ist folgendes zu betrachten. (Beispiel) Die Grenztemperatur in einem der Öfen ist erreicht. Im vorliegenden Falle liegt sie z.B. im Ofen II höher als in den anderen Öfen, um eine richtige Verteilung des Kokes zu erreichen.

Der Anilinpunkt der gesamten Kammer lässt sich zwar noch konstant halten, jedoch sieht man an dem Anilinpunkt dieses am stärksten erhitzten Ofens, dass seine Kontaktwirkung nachlässt. In diesem Falle ist die Abstellung nötig. Es ist nicht möglich, den Prozess nur nach der absoluten Höhe der Gasdichte zu fahren, da es hierbei massgebend ist, mit welcher Dichte die Periode begann.

#### 10. Einspritzmenge - Druck - Wasserstoffpartialdruck.

Über die Zusammenhänge von Einspritzmenge, Gesamtdruck und Wasserstoffpartialdruck kann ungefähr folgende Betrachtung ein Bild geben (Zahlen von Dr. Steffen geschätzt:) Wenn eine Einspritzung von  $12 \text{ m}^3$  vorgesehen war bei einer Belastung von  $0,5 \text{ kg/Liter}$  und einem Gasverhältnis von  $1,5 \text{ m}^3/\text{kg}$  bei einem Gesamtdruck von  $50 \text{ Atm}$ , müsste bei einem Rückgang des Gesamtdruckes auf  $25 \text{ Atm}$  entsprechend der absinkenden Pumpenleistung die Einspritzung auf  $6 \text{ m}^3$  herabgenommen werden, um das gleiche Gasverhältnis  $1,5 : 1$  zu halten. Da nun aber die Belastung viel günstiger geworden ist ( $= 0,25$ ) kann sich die Einspritzung unter Herabsetzung des Gasverhältnisses (auf  $0,75$ ) wieder auf etwa  $12 \text{ m}^3$  erhöhen, d.h. nach den bisherigen Erfahrungen gleichen sich die beiden Einflüsse ungefähr aus. Allerdings ist damit zu rechnen, dass die Verkokung wegen des geringeren Wasserstoffpartialdruckes etwas stärker wird. Im allgemeinen soll beim Anfahren ein Wasserstoffpartialdruck von  $22 \text{ Atm}$  nicht überschritten werden. Als oberste Gränze ist von Ludwigshafen der Druck von  $25 \text{ Atm}$  angegeben.

#### 11. Analysen.

A.P.: Dr. Steffen ist ebenfalls der Ansicht, dass es von Vorteil wäre, die Handanalyse durch eine automatische Analysen-Kontrolle zu ersetzen. Die Anilinpunkt-Analyse wird im Kammergang ausgeführt und bringt infolgedessen eine Anzahl von Nachteilen mit sich. Anilin ist giftig. Von den Betriebsleuten wird bei der primitiven Arbeitsweise die Analyse nie korrekt ausgeführt, ausserdem tritt der übliche Verschleiss an Glasgeräten auf. Aus dem vorliegenden Analysenmaterial war zu ersehen, dass sich zwischen den im Betrieb und im Labor ausgeführten Anilinpunkten zeitweise gewaltige Unterschiede zeigten. Ein weiterer Punkt, der gegen die Ausführung des Anilinpunktes überhaupt sprechen dürfte, ist der, dass das anzuwendende Normalbenzin sehr stark schwankt.

Zu der eventuellen Einführung einer automatisierten Aromatenbestimmung teilte Dr. Steffen mit, dass er in U.S.A. bei der Verarbeitung von  $\text{SO}_2$ -Extrakten aus Schwerbenzin gute Erfahrungen mit der Anwendung des Brechungs-Index gemacht habe.

Aromatenbestimmung: Ausführung aller 8 Stunden mit Schwefelsäure und Phosphorsäure.

Jodzahl: Die Ausführung der Jodzahl-Analyse nach der 1938er Methode ist in Ordnung.

Restbenzinbestimmung durch  $\text{SO}_2$ -Extraktion, ist unbedingt nötig. Hierzu schlug Dr. Steffen vor, von der üblichen Ludwigshafener Methode der  $\text{SO}_2$ -Extraktion in verhältnismässig primitiven Glasgeräten abzugehen und eine fertige Metall-Apparatur der Edeleanu-Gesellschaft anzuschaffen. Der Apparat besteht zwar aus Kupfer und kostet etwa 2 000 RM. Jedoch können mit seiner Hilfe mühelos die Restbenzinmengen hergestellt werden, die für die Aufstellung von Überladekurven des Restbenzins notwendig sind. Eine Beurteilung des Restbenzins nach dem Klopfwert allein genügt nicht, da die isomeren Anteile nur auf Grund der Überladekurven bewertet werden können. Mit der Glas-Apparatur können die notwendigen Restbenzinmengen nicht hergestellt werden, sodass diese ausserordentlich wichtige Analyse dauernd nachhinkt. Falls Prospekte oder Erfahrungen über die Edeleanu-Apparatur nicht zu erlangen sind, könnte man Erkundigungen über Professor Terres einziehen. Die zur Zeit angewandte Glas-Apparatur Typ Ludwigshafen erfordert besondere Bauvorschriften für das Laboratorium wegen der  $\text{SO}_2$ -Gefahr. (Abzug usw.)

Gasanalysen: Es wird empfohlen, direkt im Betriebs-Labor für die Möglichkeit der Ausführung von Gasanalysen zu sorgen. Bestimmung von  $\text{H}_2$ ,  $\text{CO}_2$ , usw. z.B. Drehschmidt.

Die Anforderungen an die Reinheit der Gase nach dem Spülen sind folgendes: Das Gas darf noch 5 % Brennbare enthalten. Hierfür war ursprünglich ein Wärmeleitgerät vorgesehen, jedoch erscheint uns das nicht nötig, da die behördlichen Vorschriften ausserdem noch die Kontroll-Analyse von Hand verlangen. In Pölitz interessiert das Wärmeleitgerät ausserdem für die Bestimmung der Kohlensäure, da das abgehende Inertgas später durch Auswaschung der Kohlensäure auf Stickstoff verarbeitet werden soll.

Die Anilinpunkt-Bestimmung an der Kammer, also die laufende Betriebsanalyse wird am unstabilierten Benzin ausgeführt. Dabei ist sorgfältig auf die Temperatur bei der Produktabscheidung zu achten, da sich infolge schwankender Leichtbenzin-Anteile bei verschiedenen Temperaturen der Anilinpunkt leicht beeinflussen lässt.

Eien am heissen Regenerator auftretende Undichtigkeit könnte am Abfall des Aromatengehaltes zwischen dem Reaktions- und Raffinationsofen erkannt werden. Normalerweise beträgt der Unterschied infolge der Hydrierung 2 %

Ein stärkerer Abfall deutet auf einen ~~Ergebnis~~schluss hin.

Zur Bestimmung des Sauerstoffgehaltes hat Pölitz hinter jedem Ofen jeder Kammer 1 Analysengerät angebracht. Wir werden trotzdem zur Ersparnis von Wärmetönungsgeräten Anwendung einer Gerätegruppe für je 2 Kammern bleiben.

*Handwritten signature*

Verteiler:

Dir.Dr. Schunck / Dr. Becker  
OI. Cron / DI. Schwab  
~~Hochdruck / Dr. Deiters~~  
Dr. Höroid / DI. Weis  
Dr. Pichler  
Akten Z.B.

Betriebsdaten der letzten Perioden von Kammer 21 (Neubau) und Kammer 1 (Umbau).

Die Kammer 21 ist mit 140 Betriebsstunden abgestellt worden, Kammer 1 befindet sich noch in Betrieb.

	Kammer 21 4. Stunde	92. Stunde	139. Stunde	Sonderföfle	Kammer 1
Durchsatz m <sup>3</sup> /h (EM)		19 300			8 050
Kreislaufgas m <sup>3</sup> /h		14 000			8 000
Druckdifferenz Atm.		1		13	10
Druck - Abstreifer Atm.		30		30	35
Druck vor Ofen I Atm.				38	42,5
Druck nach Ofen III Atm				34,1	39,7
AP I Abstreifer °C		-4			-3,7
Ofentemperaturen MV					
Element 101	26,8	27,7	27,7		27,9
Element 112	23,0	24,6	24,7		23,0
Element 201	28,0	28,7(538°)	28,6		27,9
Element 212	25,1	27,2	27,7		25,0
Element 401	27,0	27,6	28,0		27,0
Element 412	26,5	27,5	27,8		26,5
Element 502 (Refination)	15,0	15,0	15,0		15,0
Element 508	15,0	15,0	15,0		15,0
Mittlere Ofentemperaturen MV					
Ofen I		25,9			25,9
Ofen II		27,9			25,9
Ofen III		27,5			26,6
Ofen IV (Refination)		15,0			15,0
Kreislaufgasdichte	325	370	385		253
Heizgasverbrauch Mill. WE/h		7,8			5,3
Maximale Vorheizertemperatur MV. (Wälzgas)		15,5 (640°)			15,3
Maximale Deckeltemperatur MV.		8,9 (8,1 - 10,6)			23,5
Temperatur Wälzgas - Saug. MV		27,2			24,4
Temperatur Wälzgas - Druck MV.		26,4			
<u>Frischprodukt d 20°</u>		775			772
AP I °C		+ 38,5			+ 38,8
AP II °C		+ 52,0			+ 52,2
Siedebeginn °C		78			70
10 Vol. % °C		87			96
50 Vol. % °C		123			121
Endpunkt °C		189			172

900000085

Kammer 21. 92. Stunde

Aromaten + Ungesättigte Vol. %  
 Naphthene Vol. %  
 Paraffine Vol. %

Abstreifer d 20°  
 50 Vol. % - °C  
 Vol. % - 165°  
 Endpunkt

Bensin bis 165° d 20°  
 Aromaten + Ungesättigte Vol. %  
 Naphthene Vol. %  
 Paraffine Vol. %  
 Jodzähl nach Hanus

AP I  
 AP II  
 Siedebeginn °C  
 Vol. % bis 70°C  
 Vol. % bis 100°C  
 Endpunkt °C

OZ. I ME  
 OZ. II ME  
 Vol. % im Abstreifer  
 Gew. % im Abstreifer  
 Fraktion über 165° d 20°  
 AP I (berechnet)  
 Siedebeginn °C  
 Endpunkt °C

Vol. % und Gew. % im Abstreifer

15,5  
 51,0  
 33,5

793  
 112  
 86,5  
 205

791  
 61,0  
 11,0  
 28,0  
 0,8  
 -6,2  
 +61,5

50  
 6,0  
 43,0  
 165  
 82,7

86,9  
 920  
 -55,2  
 169  
 282

Kammer 1.

16,5  
 49,0  
 34,5

799  
 116  
 90,0  
 200

793  
 56,0  
 13,0  
 31,0  
 0,8  
 -2,8  
 +60,8

65  
 1,5  
 38,0  
 165  
 79,0

88,5  
 911  
 -47,0  
 173  
 254

90000086

Ka	Abstreifer Ofenproben		Ungesättigte + Aromaten Vol. % Jod-Zahl	Ofen I		Ofen II		Ofen III		Refinierungsproben
	Betr. Std.			21	1	21	1	21	1	
21	1			21	1	21	1	21	1	
30	12	Ungesättigte und Aromaten Vol. % Jod-Zahl	54,5	38,5	55,0	36,5	62,4	61,0	61,0	60,0
58	72	Ungesättigte und Aromaten Vol. % Jod-Zahl	35,0	38,5	52,5	56,5	4,0	2,5	1,1	1,0
105	142	Ungesättigte und Aromaten Vol. % Jod-Zahl	35,0	36,0	50,5	53,0	61,0	61,5	61,5	58,0
			88	88	59,0	58,0	4,0	3,0	1,1	0,9
					5,0	2,7	59,0	58,0	59,5	57,0
							5,0	2,7	1,1	0,8

100000087

3046-10

- 30/4.02

Production of High Anticorrosion  
Resistant Polyethylene  
of High Naphtalene

100000088

A b s c h r i f t

*N. v. Hasler  
U. J. Braun, 3x  
N. v. Hasler  
1. 11. 8. 13. 1x*

Der Beauftragte für den Vierjahresplan  
Der Generalbevollmächtigte für Sonder-  
fragen der chemischen Erzeugung.

Berlin W 9, den 31. März 1942.  
Saarlandstr. 128

Zeichen: I MinÖl A 3 Od/H  
Tgb.-Nr. 2263/42 g  
Bezug: ~~Erreiferklärungen~~ vom 21.2.41 und 28.7.41.  
Betr.: Errichtung einer Anlage zur Dehydrierung von Schwerbenzin.  
Kennwort: DHD-Anlage Leuna / WRoX 5523 / O Ch Magdeburg 2004.

3046  
30/4.02

An die  
Ammoniakwerk Merseburg GmbH,  
z.Hd. von Herrn Dir. Dr. Schunck ö.V.,  
Leuna Werke Kr. Merseburg.

Geheim!

1. Dies ist ein Staatsgeheimnis im Sinne des § 83 B.Z.G. in der Fassung des Gesetzes vom 24. 4. 1934 (RGBl. I. S. 311 ff.).
2. Dieses Dokument darf nicht veröffentlicht werden, Postbeförderung als "Geheim".
3. Dieses Dokument ist für sichere Aufbewahrung zu sorgen.

Der Herr Reichswirtschaftsminister hat durch die Erlasse II MinÖl Tgb.-Nr. 1311/41 g vom 10.3.41 und 5215/41 g vom 8.8.41 die Genehmigung zur Errichtung einer Dehydrierungsanlage und zum Ausbau dieser auf eine grössere Produktion in Ihrem Werk Leuna erteilt. Diese Entscheidung teile ich Ihnen unter Beifügung der Erlasse des Herrn Reichswirtschaftsministers vom 10.3.41 und 8.8.41 hierdurch mit. Das Bauvorhaben ist im Interesse der Sicherstellung der Landesverteidigung als staatspolitisch wichtig anzusehen.

Die Kapazität der bestehenden Treibstoff-Erzeugungsanlage wird durch diese Dehydrierungsanlage nicht erhöht, sondern nur ein Teil der bisherigen Produktion durch Dehydrierung in seiner Qualität verbessert.

Die Produktionsleistung nach Durchführung des hier genehmigten Bauvorhabens beträgt:

345 000 jato Hochleistungsflugtreibstoff.

In der I. Ausbaustufe der Anlage werden aus 52,5 t/h Vorhydrierungsabstreiferprodukt durch Destillation 3,7 t/h Leichtbenzin und 15,7 t/h Schwerbenzin gewonnen. Nach Dehydrierung des Schwerbenzins werden hieraus insgesamt 16,1 t/h Hochleistungsflugtreibstoff (entspr. 115 000 jato) erhalten. Nach Fertigstellung der II. Ausbaustufe werden aus insgesamt 46,8 t/h Vorhydrierungsabstreiferprodukt 12,9 t/h Leichtbenzin und 40,6 t/h Schwerbenzin durch Destillation gewonnen. Nach Dehydrierung des Schwerbenzins werden hieraus insgesamt 43,7 t/h Hochleistungsflugtreibstoff (entspr. 345 000 jato) erhalten.

Die Gesamtleistung wird in 330 Betriebstagen erreicht, sodass 35 Tage für Abststellungen und Reparaturarbeiten zur Verfügung stehen.

Die Genehmigung umfasst im einzelnen die Errichtung folgender Anlagenteile:

- 1 Vordestillationsanlage
- 2 Redestillationsanlagen
- 1 Dehydrierungsanlage
- 1 Laugewäsche
- 1 Stabilisationsanlage
- 1 Kessel mit Zubehör
- 2 Trinkwasserfilter mit Leitungen
- 2 Saalewasserfilter " "

Der gesamte Energiebedarf beträgt pro Stunde:

Strom (Eigenerzeugung)		6750 kWh
Dampf	"	13 t
"	"	3 t
Wasser	"	1375 m <sup>3</sup> .

U. F.

Ihnen ist folgendes zu entnehmen:

1) Die Gesamtanlagekosten betragen

41 000 000.- RM,

davon 8 500 000.-RM für den bautechnischen Teil. Die Finanzierung erfolgt durch das Reichsluftfahrtministerium, mit dem Sie die Verhandlungen aufgenommen haben.

2) Die Fertigstellung des Bauvorhabens hat nach Massgabe der Materialzuteilungen und des verfügbaren Arbeitseinsatzes mit grösster Beschleunigung zu erfolgend Zur Ausarbeitung und regelmässigen Vorlage eines Terminplanes wurden Sie mit Schreiben I MinÖl A 117 158 vom 20.5.41 aufgefordert. Die Inbetriebnahme der Anlage ist mir rechtzeitig anzuzeigen.

3) Der gesamte unmittelbare Materialbedarf für die Durchführung dieses Bauvorhabens wird aus dem mir für die Durchführung der Bauvorhaben des Treibstoffgebietes zur Verfügung stehenden Gesamtkontingent gedeckt. Er beträgt für die Anlage im einzelnen höchstens:

- 22 900 t WoGG Eisen und Stahl
- davon 4 300 t Baueisen und
- 18 600 t Maschineneisen,
- ferner: 52 t Kupfer
- 14 t Zink
- 53 t Blei
- 0,5 t Zinn
- 7 t Messing
- 6 t Rotguss
- 39 t Aluminium
- 60 t Chrom (ohne Öfen)
- 5 t Molybdän
- 8 500 t Zement
- 40 000 m<sup>3</sup> Kies
- 8 300 t feuerfeste Steine
- 2 500 000 St. Ziegelsteine
- 1 050 m<sup>3</sup> Schnittholz
- 500 " Rundholz.

Ausserdem für Kontakte:

- 25,4 t Molybdän
- 506 " Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>
- 1 860 " HNO<sub>3</sub>
- 565 " NH<sub>3</sub>

Die Bedarfszahlen entsprechen dem derzeitigen Stand der Planung. Weitgehende Ersparnisse müssen mit allen Mitteln angestrebt werden. Die Zuteilung von Material, insbesondere der beantragten NE-Metalle bleibt im einzelnen von meiner Genehmigung Ihrer formgerecht vorzulegenden Zuweisungsanträge abhängig. Auf die Pflicht zur sorgfältigen Überprüfung der Verwendung von Austauschstoffen anstelle von NE-Metallen und genauen Beachtung der bestehenden Herstellungs- und Verwendungsverbote der zuständigen Reichsstellen weise ich besonders hin. Die Kontrollnummer zum Bezuge von Eisen und Stahl wurde bereits mit Schreiben I MinÖl A Tgb.Nr. 15 301/41 vom 1.4.41 bekanntgegeben.

4) Die sorgfältige Anwendung zeitgemässer, insbesondere eisensparender Bauweisen bei der Durchführung des Bauvorhabens mache ich Ihnen ausdrücklich zur Pflicht. Alle wesentlichen bautechnischen Pläne für die Gebäude Ihres Bauvorhabens sind meiner Dienststelle (Abt. I MinÖl A) zur Überprüfung der geplanten Bauweise vorzulegen. Die Vorlage der Pläne soll dabei im allgemeinen vor Vergebung von Aufträgen für die einzelnen Bauvorhaben erfolgen.

Sie bleiben als Bauherr in jedem Fall dafür verantwortlich, dass die Ausführung der Bauten in einer im Einvernehmen mit mir festgelegten zeitgemässen Bauweise erfolgt. Sie werden auf den Erlass des Herrn Reichsmarschalls vom 20.6.41 hingewiesen, nach dem in einfachster Form zu bauen ist und auf alle nicht notwendigen Aufwendungen wie für "Schönheit der Arbeit", architektonische Gestaltung usw. verzichtet werden muss.

- 5) Die zur Errichtung oder Erweiterung von Tankanlagen mit insgesamt über 500 m<sup>3</sup> Fassungsvermögen erforderliche Genehmigung des Herrn Reichswirtschaftsministers gemäss dessen Anordnung vom 15.6.38 ist für die betriebsnotwendigen Tankanlagen Ihres Bauvorhabens in der vorliegenden Baugenehmigung nur im Grundsatz enthalten. Sie haben daher die zur Durchführung kommenden Tankbauten nach Festlegung der Projektierung unter Übersendung von Anordnungs- und Ausführungsplänen mit möglicher Beschleunigung gesondert bei meiner Dienststelle (Abt. I MinÖl A) anzumelden und die Genehmigung für die projektierte Art der Anordnung und Ausführung gesondert nachzusuchen. Hierbei sind genaue Angaben über Notwendigkeit, Grösse und Verwendungszweck der einzelnen Tanks sowie über die Sicherheitsvorrichtungen zu machen (Unterlagen in 7-facher Ausfertigung). Zu der von Ihnen projektierten Anordnung und Bauweise behalte ich mir bzw. den am Genehmigungsverfahren beteiligten Behörden vor, erforderlichenfalls besondere Auflagen zu machen. Mit der Vergebung von Aufträgen und mit der Aufstellung der einzelnen Tanks soll erst begonnen werden, wenn die schriftliche Einverständniserklärung zur Ausführung der von Ihnen projektierten Anordnung und Ausführung der Tankanlagen bei Ihnen vorliegt. In jedem Fall bleiben Sie als Bauherr dafür verantwortlich, dass die endgültige Anordnung und Ausführung der Tankanlagen in der Ihnen im Genehmigungsverfahren vorgeschriebenen Bauweise erfolgt.
- 6) Die baupolizeiliche Prüfung und Genehmigung des Vorhabens wird durch dieses Genehmigungsschreiben nicht ersetzt. Wegen der beim Aufbau der Anlage durchzuführenden luftschutztechnischen Massnahmen wurde Ihnen die grundsätzliche Stellungnahme der Inspektion 13 des Reichsluftfahrtministeriums in den Besprechungen am 17. und 25.7.41, an denen Ihr Herr Oberingenieur Cron teilnahm, bekanntgegeben. Darüber hinaus haben Sie nach Fertigstellung entsprechender Konstruktionszeichnungen für jeden Einzelbetrieb diese dem Reichsluftfahrtministerium (Inspektion 13) zur Begutachtung vorzulegen. Auch haben Sie mit der Werkluftschutzbereichsvertrauensstelle und dem Luftgaukommando in ständiger Fühlungnahme zu bleiben und deren Stellungnahme herbeizuführen.
- 7) Die etwaige Erstellung oder Vergrösserung von Anlagen zur Gewinnung von Nebenprodukten, Verarbeitung von Abfallstoffen usw. darf nur in Übereinstimmung mit meiner Dienststelle erfolgen.
- 8) Wegen der rechtzeitigen Bereitstellung der erforderlichen Kontaktmengen haben Sie umgehend mit den zuständigen Stellen die Eingliederung fristgemässer Lieferungen in das Kontaktterzeugungsprogramm zu vereinbaren.
- 9) Der Vermerk gemäss § 22a RGO für die Durchführung des Bauvorhabens ist in den Genehmigungsschreiben des Herrn Reichswirtschaftsministers II MinÖl Tgb.Nr. 1311/41g vom 10.3.41 und 5215/41 g vom 8.8.41 enthalten.
- 10) Die Genehmigung zur Durchführung des Bauvorhabens wird unter der Bedingung erteilt, dass zur Vermeidung von Störungen in der Mineralöl- und Treibgasbewirtschaftung die vom Reichswirtschaftsministerium bzw. den damit beauftragten Stellen getroffenen marktregelnden Bestimmungen und Abmachungen genau beachtet werden.

Heil Hitler!

gez. Unterschrift

A b s c h r i f t

100000091

Der Reichswirtschaftsminister  
II Min.Öl 1311/41 g

Berlin W. S., den 20. März 1941  
Behrenstr. 43.

An die  
Ammoniakwerk Merseburg G.m.b.H.  
z.Hd. des Herrn Obering. C r o n oder Vertreter,  
Leunawerk Krs. Merseburg

Betr.: Anlage zur Dehydrierung von Schwerbenzin im Ammoniakwerk Merseburg.

Auf Grund des § 1 Ziff. 2 meiner Anordnung über die Beschränkung der Errichtung von Mineralölerzeugungsanlagen vom 24. August 1938 in Verbindung mit der Verlängerungsverordnung vom 11. Dezember 1940 (Deutscher Reichsanz. und Preuß. Staatsanz. Nr. 199 vom 27. August 1938 und Nr. 293 vom 13. Dezember 1940) erteile ich die Genehmigung zur Errichtung einer Dehydrieranlage in Ihrem Werke.

Zum Zwecke der Vorlage bei der für die Genehmigung gemäß § 16 ff. RGO. zuständigen Behörde wird bescheinigt, dass der von Ihnen beabsichtigte Bau im Rahmen des Aufbauprogramms des Vierjahresplanes liegt und dass das Vorhaben im Interesse der Sicherstellung der Landesverteidigung als staatspolitisch wichtig anzusehen ist. Die Behandlung des Genehmigungsantrages gemäß § 22 a RGO. wird als genehmigt anerkannt.

Im Auftrag  
gez. Dr. E. R. Fischer.  
Beglaubigt Burnann, Kanzleiangestellte.

A b s c h r i f t

100000092

Der Reichswirtschaftsminister  
II MinÖl 5215/41 g

Berlin W 8, den 8. August 1941.  
Behrenstrasse 43

An  
die Ammoniakwerk Merseburg GmbH.,  
z.Hd. des Herrn Obering. C r o n o v.

Leunawerk b/Merseburg

Betr: Dehydrieranlage für Schwerbenzin im Ammoniakwerk Merseburg.

Auf Grund des § 1 Ziff.2 meiner Anordnung über die Beschränkung der Errichtung von Mineralölerzeugungsanlagen vom 24. August 1938 in Verbindung mit der Verlängerungsanordnung vom 11. Dezember 1940 (D.R. u.Pr.St.Nr. 199 vom 27. August 1938 und Nr. 293 vom 13. Dezember 1940) erteile ich die Genehmigung zur Errichtung einer Dehydrieranlage für Schwerbenzin.

Zum Zwecke der Vorlage bei der für die Genehmigung gemäss § 16 ff. RGO zuständigen Behörde wird bescheinigt, dass die von ihnen beabsichtigte (-Erweiterung-) im Rahmen des Aufbauprogramms des Vierjahresplanes liegt und dass das Vorhaben im Interesse der Sicherheit und der Landesverteidigung als staatspolitisch wichtig anzusehen ist. Die Behandlung des Genehmigungsantrages gemäss § 22 a RGO. wird als gegeben erachtet.

Im Auftrag

gez. Dr.E.R.Fischer.

Beglaubigt Walter, Kanzleiangestellte

100000093

3046  
30/4.02

Leuna Werke, den 18. März 1942. K8.

*lin*

Die Herstellung von Hochleistungsflugbenzinen  
in der DHD.-Anlage der Hydrierung Leuna.

Vortrag vor der Direktion, gehalten von Dr. Deiters am 18.3.42.

- I.) Hochleistungskraftstoffe allgemein.
- II.) Auftrag an Leuna.
- III.) Chemismus der Dehydrierung.
- IV.) DHD-Unterlagen für Leuna.
- V.) Ablauf des Prozesses.
- VI.) Thermische Verhältnisse.
- VII.) Schema der Anlage Leuna.
- VIII.) Produktfluss.
- IX.) Vermischung zum Hochleistungskraftstoff.
- X.) Eigenschaften im Motor.

I.) Im Zuge der Entwicklung von leistungsfähigen Flugbenzinen, die im Jahre 1938 zu der O.Z. 100 führte, wurde eine weitere Veredelung innerhalb dieser Gruppe von hochwertigen Kraftstoffen bezüglich der Überladefähigkeit gefordert, die die Herstellung der sogenannten Hochleistungsflugbenzine zur Folge hatte. Als wesentliche Komponenten dieser hochgezüchteten Kraftstoffgemische kommen Aromaten und Oktane in Frage. Bezüglich der Eignung der Aromaten bestehen zwar noch einige Bedenken - schlechte Bleiempfindlichkeit, hohe Zylinderkopftemperaturen - doch wurden diese dank der grossen Vorteile dieser Körpergruppe bereits durch die Entwicklung überholt.

Man kann aromatenreiche Benzine durch Zusatz von Aromaten - Extrakten ( $\text{SO}_2$ ), von katalytisch raffiniertem Schwerbenzol oder von synthetisch hergestellten Alkylbenzolen (Diäthylbenzol, Äthylpropylbenzol) gewinnen, doch können diese Arbeitsmethoden wegen der wenig umfangreichen Basis nur auf spezielle Fälle beschränkt bleiben. Demgegenüber bestehen aber 2 Verfahren, die die eine ~~ungang~~ in grossen, praktisch unbegrenzten Mengen ermöglichen, die Aromatisierung und die katalytische Dehydrierung. Beide liefern aromatenreiche Benzine, das erste auf dem Wege der katalytischen Druckhydrierung von Kohlemittelölen, das zweite durch Dehydrieren von Schwerbenzinen jeglicher Herkunft.

Gegenüber dem Vorteil der Aromatisierung, dass die in vorhandenen Hochdruckhydrierungs-Anlagen ausgeführt werden kann, hat die Dehydrierung die breitere Rohstoffbasis aufzuweisen und liefert - was für die gesamte Versorgung mit Hochleistungskraftstoffen ausserordentlich wichtig ist -  $3 \frac{1}{2}$  mal so viel auf Oktan verarbeitbares Butan.

- II.) Da die naphthenreichen Hydrierungsbenzine der Braunkohle ein besonders geeignetes Ausgangsprodukt für die Fabrikation von Aromatenbenzinen darstellen, erhielt das A.W.M. im August 1940 vom Reichsamt den Auftrag, eine Anlage zur Verarbeitung des gesamten Vorhydrierungs-Schwerbenzins auf einen Hochleistungskraftstoff mit 50 Vol.-% Aromaten zu erstellen. Die Kapazität dieser Anlage wurde im August 1941 auf das 3 fache erweitert, so dass das gesamte Schwerbenzin der Hydrierung auf 345 000 Jato 50 %iges Aromatenbenzin zu verarbeiten ist. Die Kosten für den Bau dieser Anlage wurden auf 30 000 000 RM veranschlagt.

Als Grundlage für diese Fabrikation kamen 2 Ausführungsformen der Dehydrierung in Frage, das in Leuna speziell für Erdölbenzine entwickelte HF-Verfahren und der Ludwigshafener DHD-Prozess. Beide beruhen auf demselben Prinzip und unterscheiden sich lediglich durch gewisse der Natur der Ausgangsprodukte angepasste Betriebsbedingungen und die daraus sich ergebenden technischen Abänderungen. Wir entschieden uns für das bei einem Druck von 50 Atm arbeitende DHD-Verfahren, da es uns für die Dehydrierung der Braunkohlenbenzine am geeignetsten erschien.

- III.) Die Dehydrierung in Gegenwart von Kontakten ist der Reaktionstemperatur von  $530^{\circ}$  entsprechend von Krackreaktionen begleitet. Als Spaltgas fällt demnach kein reiner Wasserstoff, sondern ein Kohlenwasserstoff-haltiges Gemisch an. Eine weitere Folge der unerwünschten Begleitreaktionen ist die Bildung von Polymerisaten, die sich auf der Oberfläche des Kontaktes ablagern und diesen durch ihre Krackprodukte verschmutzen ( $C_1H_1$ ). Der Kontakt verliert dadurch nach verhältnismässig kurzen Zeiten seine Aktivität, der Anteil der Krackung an der Gesamtreaktion nimmt zu und führt zu einer Verschlechterung der Benzin-Ausbeute.

Daraus ergibt sich die Notwendigkeit, den Kontakt nach einer bestimmten Betriebsdauer wieder zu aktivieren. Das geschieht durch Ausbrennen mit verdünnter Luft. Dabei bleibt der Kontakt im Ofen und nur die durchströmenden Gase werden umgeschaltet.

Die Dehydrierfähigkeit und damit die zu wählenden Betriebsbedingungen hängen in starkem Masse von der Natur und Zusammensetzung der Ausgangsprodukte ab. Je höher der Wasserstoffgehalt eines Benzins ist, desto schwieriger lässt sich aus ihm ein Aromatenbenzin bestimmter Qualität herstellen. Dehydrierbarkeit und Qualität des erhaltenen Produktes vermindern sich in der Richtung von den

Steinkohlenprodukten über die Benzine aus Braunkohlen und naphthenbasischen Erdölen zu paraffinbasischen Erdölen. Das erklärt sich aus der Verschiedenartigkeit der zu den klopffesten Stoffen führenden Reaktionen. Naphthene werden leicht zu Aromaten dehydriert, die Cyclisierung von Paraffinen erfolgt schon schwieriger und den wirtschaftlich unvorteilhaftesten Vorgang stellt die Isomerisierung der Paraffine dar. Aus diesen Tatsachen ist ohne weiteres ersichtlich, dass man nicht aus Ausgangsbenzinen verschiedener Natur mit gleicher Ausbeute gleichwertige Grundbenzine herstellen kann.

Da Paraffine in ihrer Krackempfindlichkeit bedeutend stärker vom Druck beeinflusst werden als Aromaten und Naphthene, ist ihre Konzentration massgebend für die Höhe des zu wählenden Betriebsdruckes. Paraffine dürfen nur bei geringen Drucken z.B. 15 Atm dehydriert werden, während Naphthene ohne wesentliche Schädigung durch Kracken 50 Atm vertragen. Das bedeutet aber einen Nachteil für die paraffinbasischen Produkte, da mit steigendem Druck der Wärmeverbrauch des Prozesses geringer wird. (Z.B. bei 15 Atm 200 Cal, bei 50 Atm 100 Cal.). Das hängt damit zusammen, dass die Dehydrierung gegenüber der Cyclisierung zurückgedrängt wird.

Die Wasserstoffabspaltung wird mit steigendem Druck geringer und die Koksabscheidung auf dem Kontakt wird infolge des erhöhten Wasserstoffpartialdruckes vermindert. Das bedeutet aber, dass der Kontakt bei erhöhtem Druck länger aktiv bleibt.

Die Benzinausbeute bleibt bei Anwendung eines erhöhten Betriebsdruckes konstant doch tritt eine erhebliche prozentuale Erhöhung des leichtsiedenden Anteils ein. (Auf Kosten der verminderten Polymerisatbildung.) Daraus könnte man die Schlussfolgerung ziehen, von einem Benzin mit höherem Siedeende also einem billigeren Material auszugehen.

IV.) Wir legten der Auslegung der Anlage Leuna die Versuchsergebnisse der "Hochdruckversuche" Ludwigshafen zugrunde. Die Ergebnisse vieler Kleinversuche über die Dehydrierung von 5058- und 6434-Schwerbenzinen wurden in einer 0.5 Stuto-Anlage bestätigt. Da mit einem Einsatz der beiden Benzine im Verhältnis von etwa 1:1 zu rechnen ist, mittelten wir die Ausbeuten aus den mit den reinen Stoffen gewonnenen Bilanzen.

Für die Verarbeitung von reinem Vorhydrierungsbenzin wurde uns für die erste Ausbaustufe ein Betriebsdruck von 50 Atü (Abstreifer) empfohlen. Da das stark naphthenische Benzin diesen Druck noch gut vertragen kann, würden wir bei 50 Atü unter optimalen Dehydrierbedingungen arbeiten. (Bei höherem Wasserstoffpartialdruck besteht erfahrungsgemäss die Gefahr, dass die Reaktion infolge Hydrierung der Spaltprodukte exotherm wird und durchgeht!)

Anders liegen jedoch die Verhältnisse beim 6434-Benzin, das infolge seiner andersartigen Zusammensetzung druckempfindlicher ist.

Für Gemische mit zunehmendem Gehalt an 6434-Benzin ist daher voraussichtlich eine Senkung des Betriebsdruckes bis auf 40 Atm (im Falle reinen 6434-Benzins) vorzusehen. Bei der Auslegung der Maschinen wurde das berücksichtigt.

Wenn 6434-Benzin bei 50 Atm auf ein gleichwertiges Aromatenbenzin wie 5058-Produkt verarbeitet wird, steigt die Vergasung auf Kosten der Benzin-Ausbeute, die auf 79 gegenüber 84 % absinkt.

Aus den Resultaten der Ludwigshafener Versuche ergeben sich folgende Betriebsverhältnisse bei der Verarbeitung eines Gemisches der beiden Benzine im Verhältnis = 1:1.

Siedebereich der Einspritzfraktion = 80° - 165°

Kontaktbelastung = 0,4 kg/l/h

Kreislaufgasverhältnis = 1,4 m<sup>3</sup>/kg

Ausbeuten bei einem Aromatengehalt im stabilisierten Abstreifer von 68 Gew. %

stabil.Abstreifer = 74,5 Gew.%

Redestillationsrückstand = 3,0 Gew.%

Koks = 0,3 "

Wasserstoff = 0,7 "

C<sub>1</sub> - C<sub>4</sub> - Kohlenwasserstoffe = 21,5 "

darin sind die einzelnen Kohlenwasserstoffe etwa im gleichen Gewichtsverhältnis verteilt. Hierzu seien folgende Erläuterungen gegeben:

Als untere Siedegrenze wurde 80° gewählt, da das Leichtbenzin wegen seines guten Klopfverhaltens nicht behandelt zu werden braucht. Die obere Grenze ist durch die Gefahr der Schmierölverdünnung bedingt, die beim Fliegen mit gedrosseltem Motor in grosser Höhe, also bei starker Kälte geschieht. Da gerade die höheren Fraktionen aus reinen wertvollen Aromaten bestehen, ist aus wirtschaftlichen Gründen trotzdem eine Erhöhung dieser Siedegrenze anzustreben.

Als Kontakt (7360) dient eine aktive Tonerde (auf Nitratbasis), die mit 6 % MoO<sub>3</sub> getränkt ist.

Der Aromatengehalt ergibt sich aus den Forderungen des R.L.M. für das Hochleistungsbenzin. Der Aromatenkonzentration des fertigen Gemisches soll nicht unwesentlich über 40 Vol.% steigen, da anderenfalls Ringstecken zu befürchten ist. Worauf die schädliche Wirkung der Aromaten in dieser Richtung beruht, konnte noch nicht festgestellt werden.

Durch die als Nebenreaktion auftretende Krackung und Polymerisation tritt eine Verzerrung der Siedekurve nach beiden Enden hin auf. Während die neuentstandenen Leichtbenzinanteile im Produkt verbleiben können, muss der Rückstand abgetrennt und die Hydrierung zurückgeführt werden.

Die Wirksamkeit der Dehydrierung zeigt sich in der Veränderung der chemischen Zusammensetzung des Benzins

	Aromaten	Naphthene	Paraffine
Einspritzbenzin	13	44	43
stabil. Abstreifer vor der Raffination	66	9	25

Da sich im Verlauf der Dehydrierung Krackprodukte bilden, die Anlass zur Entatehung von Gum geben, ist der Abstreifer zu raffinieren. Die Raffination mit Schwefelsäure hat eine Reihe von Nachteilen. Sie ist empfindlich in ihrer Mischungsabhängigkeit, gibt Anlass zu Korrosionen und bereitet Schwierigkeiten durch den Anfall von Säureteer und saueren Abwässern. Besonders aber ist sie mit einem beträchtlichen Substanzverlust verbunden. Wir entschieden uns daher für die hydrierende Druckraffination, die sich günstig in den Prozess eingliedern lässt. Kontakt - 7360 mit einer nachgeschalteten Terrancoerde-Schicht (= 20%). Diese Raffination führt bei 50 Atm und 300° ohne Substanzverlust zu einem Benzin, das in gebleitem Zustand einen einwandfreien Bombentest zeigt. Sollte der im allgemeinen erreichte Harzwert von weniger als 10 mg einmal überschritten werden, so lässt sich auf alle Fälle durch Zusatz einer geringen Inhibitor-Menge (0,02 %) Abhilfe schaffen. Die betriebliche Kontrolle erfolgt an Hand der Jodzahl, die im Durchschnitt von 9 auf 4 heruntergesetzt wird.

V.) Aus dem schliesslichen Verlauf des Prozesses ergibt sich folgende Ausführung des Verfahrens:

Der Vorhydrierungsabstreifer wird in 3 Fraktionen zerlegt, und das Schwerbenzin 80° - 165° wird dehydriert und ergibt durch anschliessende Vermischung mit dem unveränderten Leichtbenzin -80° den fertigen Aromatenkraftstoff. Das über 165° siedende Mittelöl geht in die Nachhydrierung geleitet.

Durch die DHD-Kammer wird das Rohbenzin zusammen mit einer bestimmten Menge Kreislaufgas hindurchgeleitet. Nach Vorheizung auf die erforderliche Reaktionstemperatur - 530° durchströmt das Gemisch eine Reihe von Kontaktöfen, wobei durch Zwischenvorheizer die in jedem Ofen verbrauchte Wärmemenge wieder ergänzt wird. Anschliessend wird das dehydrierte Benzin bei niedriger Temperatur (300°) über dem gleichen Kontakt raffiniert und nach Abkühlung aus dem Kreislauf abgeschieden.

Da das Gasvolumen des Kreislaufs durch die Spaltgasbildung dauernd zunimmt, muss der Druck durch Entspannung der nicht im Abstreifer gelösten Armgase konstant gehalten werden. Die Rückgase werden bei der Entspannung und Stabilisierung des Abstreifers frei.

Der Abstreifer wird durch Redestillation vom Rückstand über 165° befreit und nach

Vermischung mit dem Leichtbenzin stabilisiert und mit ~~Lauge~~ gewaschen.

Wenn nach einer gewissen Reaktionsdauer die Aktivität des Kontaktes abzuklingen beginnt (Ansteigen der Gasdichte. Der A.P. muss durch Steigerung der Temperatur konstant gehalten werden!), muss der Kontakt abgebrannt werden. Zu diesem Zweck wird die Anlage nach Abstellung der Einspritzung rückengefahren und darauf durch Entspannung und anschliessendes Nachspülen mit Stickstoff vom Produktgas befreit. Dann wird nach dem Auffüllen mit Inertgas bei 50 Atü ausgebrannt, wobei die angewandte Sauerstoff-Konzentration durch die Verbrennungstemperatur begrenzt ist. Nach Beendigung der Kontakt-Reaktivierung wird vor Beginn der Spaltperiode wieder in der bereits beschriebenen Weise ausgespült.

Um aus diesem periodisch verlaufenden Prozess einen kontinuierlichen Betrieb zu gestalten, wählten wir einen 4 - Kammer-Betrieb, dessen Turnus aus dem Schema ersichtlich ist. Wir hielten uns bei dieser Auslegung an die von Ludwigshafen als sicher erreichbar bezeichneten Periodenlängen, so dass nicht zu erwarten ist, dass der Ausnutzungsgrad der Anlage (Verhältnis der Spaltzeit zur Reinigungszeit) zu einer Unterschreitung der geforderten Produktion führt.

mVI.) Die Dehydrierung ist ein endothermer Prozess, die über dem Kontakt verbrauchte Wärme muss also ergänzt werden, um die Temperatur des Gemisches innerhalb der für die Reaktion günstigen Grenzen zu halten. Der ideale Zustand für die Ausführung dieses Verfahrens wäre verwirklicht, wenn zu jedem Zeitpunkt die verbrauchte Wärme dem Gemisch sofort wieder zugeführt werden könnte. Er ist annähernd im aussenbeheizten Röhrenofen erreicht, in dem ein Temperaturgefälle lediglich durch die Verhältnisse im Rauchgasweg zwangsläufig bedingt ist. Die beim Arbeiten im unbeheizten Grossraumofen auftretenden Verhältnisse sind in dem Schema dargestellt.

Die Unterteilung des gesamten Reaktionsraumes in beispielsweise 3 Öfen erfordert zur Erreichung eines vollkommenen Umsatzes eine Überhitzung des Produktes vor dem Eintritt in den Ofen. Die Überhitzung aber bringt eine verstärkte Krackung mit sich, so dass sich die Ausbeute gegenüber dem Röhrenofen verschlechtert.

Durch Erhöhung der Ofenzahl, d.h. durch Erweiterung der Unterteilung kann man natürlich eine Annäherung an den idealen Zustand des Röhrenofens erreichen.

Wir haben trotz dieser Erkenntnis bewusst auf die Anwendung des Röhrenofens verzichtet, da dieser voraussichtlich noch einer beträchtlichen Entwicklungszeit bedarf und da wir wegen der Dringlichkeit der Aufgabe das hiermit verbundene Risiko nicht mehr auf uns nehmen konnten.

Wir unterteilen den Reaktionsraum in 4 Einheiten (2:2:3:3) und glauben schon auf diese Weise die durch Übertemperaturen verursachten Schäden auf ein unwesentliches Mass herabzudrücken.

Als maximaler Energieverbrauch wurde uns für die ~~reaktive~~ Reaktion der Wert - 120 W.E. genannt. Er enthält noch keine Sicherheiten und Reserven. Dabei muss darauf hingewiesen werden, dass der Verlauf der Reaktion und somit auch die Wärmetönung von der Reaktionstemperatur abhängt. Die höchste für die Reaktion in Frage kommende Temperatur beträgt 540°. Dabei steigen die maximalen, also die Eingangstemperaturen von Ofen zu Ofen um einige 1/10 M.V. an. Der Raffinationsofen arbeitet bei 300°. Der Energieverbrauch verteilt sich auf die 4 Reationsofen etwa im Verhältnis von 46 : 32 : 19 : 3.

Beim Ausbrennen liegt die Zündtemperatur bei etwa 430°. Als obere Grenze ist für das Ausbrennen die Temperatur = 560° gesetzt.

VII.) An Hand eines Schemas wird der Aufbau der Anlage beschrieben, wie er sich aus den oben dargelegten betrieblichen Erfordernissen ergibt. Unter anderem wird der Anschluss an gemeinsame Kreisläufe begründet. Fahrweise und Kontrolle des Betriebes werden erläutert. Die Systemzahl wurde auf Grund einer Berechnung von Dr. Pichler gewählt, in der diese Zahl mit den Belastungsspitzen, dem Ausgleich-tankraum, den Lohnkosten und anderen Faktoren in Einklang gebracht wurde.

VIII.) Aus dem Fließ-Schema sind die Mengenverhältnisse der entstehenden Produkte zu ersehen. Das mit Leichtbenzin auf 50 Vol % Aromaten gestellte Fertigbenzin hat folgende Eigenschaften.

Spezif. Gew. = 0,781.

J.-Z. = 3

Siedebeginn = 50°

bis 100° = 52 %

Endpunkt = bis 165° = 98 %.

Paraffine 31 Gew. %

Ungesättigte 1,5 "

Naphthene 12,5 "

Aromaten 55 "

Heizwert = 10 107

Dampfdruck = 0,42

Bombentest mit 0,12 Pb entspricht den Anforderungen.

Klopffwerte + Leichtbenzin (50% Aromaten)

O.Z. M.M. ohne Blei = 77

" " mit 0,12 Blei = 90

(Abstreifer-Benzin bis 165° (66% Aromaten) ist klopffester:

O.Z. M.M. ohne Blei = 81,5

" " mit 0,12 Blei = 92,5)

Von den Spaltgasen fallen 130 m<sup>3</sup>/t Einsatz als Reichgas und 130 m<sup>3</sup>/t als Armgas an. Das Armgas enthält etwa 50 % Wasserstoff, 37 % Methan und 13 % Kohlenwas-

serstoffe. Trotz des Gehaltes an Butan = 0,5 % und Pentan = 0,2 % werden diese Gase vorläufig ins Kraftgas abgeführt. Die Reichgase werden zusammen mit den übrigen Reichgasen der Hydrierung aufgearbeitet.

IX.) Wie die Untersuchungen ergeben haben, ist das bei uns zu erwartende DHD-Benzin als Komponente für die Herstellung eines Hochleistungskraftstoffes vom Typ C<sub>3</sub> geeignet.

Das motorische Verhalten eines Hochleistungsbenzins ist durch den Gehalt an Aromaten und die Eigenschaften der Restbenzine bestimmt. Da die Aromaten gleicher Siedelage, die nach verschiedenen Verfahren und aus verschiedenen Rohprodukten hergestellt wurden, keinen grundsätzlichen Unterschied in ihrem Verhalten zeigen, kommt also dem Restbenzin, das aus Naphthenen und Paraffinen besteht, eine ausschlaggebende Bedeutung zu. Durch die Betriebsbedingungen beim DHD-Prozess lassen sich die Eigenschaften der Restbenzine in nicht unwesentlicher Masse beeinflussen.

Ein weiterer wichtiger Faktor für die Güte des Endproduktes ist die Beschaffenheit des Leichtbenzins. Da jedoch durch die Vermischung dieser im Prozess selber anfallenden Komponenten noch nicht die erforderlichen Eigenschaften erreicht werden, schreibt das R.L.M. unter Zuhilfenahme von Isooktan (ET 100, ET 110 oder Alkyloktan) eine Reihe von Standardmischungen vor, nach denen aus den Grundbenzinen Hochleistungskraftstoffe hergestellt werden können.

Diese sogenannten C-Kraftstoffe sind Flugbenzinmischungen von Grundbenzinen mit Isooktan und B.T.A., die die O.Z. = 100 haben.

C<sub>2</sub> stellt ein a-romatisches Grundbenzin mit einem Zusatz von 20 % E.T. 110 und 0,12 % B.T.A. dar. Ist das so entstehende Gemisch so gut, dass es noch mit einem O.Z. 87 - Flugbenzin (B 4) verschnitten werden kann, dann entsteht ein Kraftstoff vom Typ C<sub>3</sub>, der ausser einer maximalen Menge von B 4 = 25 % 75% C<sub>2</sub> enthält. (Tafel.).

Die Vermischung der Aromaten mit einem gemischt-paraffinischen Benzin zur Einstellung des zulässigen Aromatengehaltes führt also zu einer Verschlechterung der motorischen Eigenschaften, die eine Kompensation durch Zusatz von Oktan erfordert. Aus kapazitätsmässigen und wirtschaftlichen Erwägungen heraus hat man sich zu bemühen, diesen Anteil möglichst gering zu halten.

X.) Diese Hochleistungsflugbenzine, die alle die O.Z. = 100 haben, unterscheiden sich durch ihre Überladefähigkeit.

Die Tafel zeigt einige typische Klopfgrenzkurven und unter ihnen die des in Leuna herzustellenden DHD-Benzins. Als Anhaltspunkt für die Bewertung des Leunabenzins wurde von Ludwigshafen das mit 0,12 Pb versetzte Aromatenbenzin Scholven CV<sub>2</sub>b (Kontakt 7019) vorgeschlagen, da sich beide Produkte in ihrer Überladbarkeit

und in der Steilheit der Kurven entsprechen. Die Untersuchungen im Motor ergaben, dass der auf 50 Vol % Aromaten eingestellte DHD-Kraftstoff im Luftüberschussgebiet bei  $\lambda = 1.1$  einen etwa 0.5 Atm höheren Klopfgrenzwert aufweist als der R.L.M.-Vergleichsstoff CV<sub>2</sub>b. Damit ist gezeigt, dass er sich wie CV<sub>2</sub>b zur Herstellung eines guten C<sub>3</sub>-Kraftstoffes durch Zugabe von Oktan eignet.

*Dr. Deiters*

Verteiler:

O.I. Cron / D.I. Schwab	1x
Dr. Kuppinger/ Dr. Schiek	1x
Dr. Deiters und Betr.DHD	2x
Stat. Büro	3x
Zentralbüro	1x
Reserve	2x

L. 2 - 110000102

J. 1

17. April 1942. EB

3046-11

30/4.02

# Confidential on DHD Operation

Personnel: Dr. Sieber, Dr. Busch, Dr. Götting, Hoch...

Dr. ...

Dr. ...

Dr. ...

... sich in ...

...

...

...

...

...

...

... negative ... Temperaturabfalls ...

... sich nicht ... der Decktion auf die ...

... der Wärmestromung bei einem an-

Summe 11

... Ludwigshafen er- ... der 27 000 to-Anlage ...

... die Besondere ...

... (T.E. ... der ...

zu machen. Eine Kontrolle der Ausbeuten am Abstreifenanfall einer jeden Kammer, wie ~~was~~ im Ludwigshafen ausgeführt wird, ist in ~~Technik~~ ~~unmöglich~~, wie ~~Luft~~ allerdings auch reichlich ungenau sein.

Auch die übrigen als Ersatz für die Gasdichte in Frage kommenden Analysen z.B. die Untersuchung auf Gasbenzingeht oder auf Krackprodukte sind nach Ansicht von Dr. Donath nicht brauchbar. Das im Abstreifen enthaltene Gasbenzin ist von so vielen Betriebsbedingungen z.B. der Art der Standhaltung und der Temperatur abhängig, dass es kein einwandfreies Kriterium darstellt. Ebenfalls sind die Analysen des Benzins vor dem Raffinationsofen mit Jod oder Schwefelsäure einer Anzahl anderer Einflüsse unterworfen. Allerdings dürften diese Methoden auch schon wegen ihrer Unzuverlässigkeit nicht in Betracht gezogen werden.

Zur weiteren Prüfung der Frage der Temperaturdifferenzmessung wird Dr. Süßenguth versuchen, Unterlagen über Gasdichte, Dichtedifferenz und Temperaturdifferenz von Perioden zu finden, bei denen der Kontakt in möglichst hohem Maße bis zur Erschöpfung gefahren wurde.

### 3.) Ausbrennen.

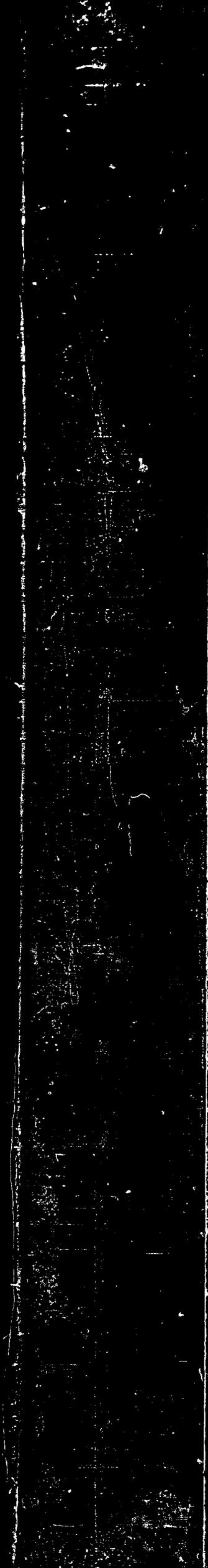
Dr. Süßenguth teilte mit, dass man wieder dazu übergegangen ist, die Öfen gründlicher auszubrennen, und zwar bis zu einem Sauerstoffgehalt von 0,4 % im durchschlagenden Gas. Er hält es daher auch für ratsam, an jedem Ofenausgang ein Sauerstoffmessgerät anzubringen. Anlass zu dem verschärften Brennen gab eine Beobachtung, die kürzlich gelegentlich eines Ausbaues vom Ofen I (wegen erhöhter Druckdifferenz) gemacht wurde.

Der Kontakt war, obgleich die Regeneration ordnungsgemäss durchgeführt worden war, auf der Oberfläche schwarz. Daraus aber, dass die Kontaktstücke im Inneren eine hellere Farbe aufwiesen, ging hervor, dass sich der Niederschlag erst zum Schluss der Brennperiode gebildet hatte. Die Erklärung wird darin gesucht, dass die durch das Ausbrennen der letzten Öfen erzeugte hohe Regenerationstemperatur ein nachträgliches Ausdampfen hochsiedender Anteile aus der Regeneratorisolierung bewirkte, die dann im Ofen gekrackt wurden. In Pöhlitz machte man bereits ähnliche Beobachtungen an ausgebautem Kontakt. Der Fall ist noch als ungeklärt zu betrachten und es ist noch nicht bewiesen, dass das verhängerte ~~schwarze~~ diesen Umstand verursacht. Über die Aktivität des auf der Oberfläche verbleibenden Kontaktes wurden keine Angaben gemacht.

### 4.) Einheitliche DHD-Abtrennfraktionen.

Für die Herstellung von DHD-Benzin als Flugbenzin ist ein Spielraum im Siedebeginn von 70°-100° und im Siedende bis 185° zuzurechnen. Vorläufig steht allerdings die Einstellung eines derartigen hohen Endpunktes nicht zur





D

Hochdruckversuche

Lu 558

13. Januar 1941.

30/40.2

**Geheim**

1. Es ist ein Staatsgeheimnis im Sinne des § 88 des Grundgesetzes in der Fassung des Gesetzes vom 24. 4. 1934.

2. Die Erhaltung des Geheimnisses ist für die Sicherheit des Reiches von erheblicher Bedeutung.

3. Die Erhaltung des Geheimnisses ist für die Sicherheit des Reiches von erheblicher Bedeutung.

*Handwritten:* ~~High Antiknock Kraftstoffe~~

*Handwritten:* ~~Stand Ende Dezember 1940~~

**Status ~~Antiknock~~ at End of December 1940**

Zusammen mit... wurde die voraussichtliche Produktion von Hochleistungskraftstoffen für die Jahre 1941-1943 neu aufgestellt. Die derzeit aromatisierten, aromatenhaltige Benzine in großer Menge zur Verfügung stehen; geringer ist die verfügbare Menge an Isooktan, wobei der Anteil an Isomerisierung von Isooktanerzatzstoffen besondere Bedeutung erlangt.

Aromatische Hochleistungskraftstoffe können im wesentlichen auf vier verschiedenen Wegen hergestellt werden, von denen die beiden ersten nur für Spezialfälle in Frage kommen, während nach den beiden letzten große Mengen erzeugt werden können.

1.) Durch Synthese.

Reine, aromatische Kohlenwasserstoffe, deren motorisches Verhalten besonders günstig ist, wie Diäthylbenzol, Äthylpropylbenzol oder auch Mesitylen müssen auf synthetischem Wege erzeugt werden. Diäthyl- und Äthylpropylbenzol z.B. erhält man durch Anlagerung von Äthylen bzw. Propylen an Benzol. Beide verhalten sich nach den bisher aufgenommenen Überladekurven und, soweit sich übersehen läßt, auch bezgl. Ringstecken im Motor besonders günstig. Äthylpropylbenzol kommt jedoch wegen seiner hohen Siedelage erst für Kraftstoffe mit 185°C Endpunkt in Frage und auch Diäthylbenzol kommt

voraussichtlich nur in kleineren Zusätzen in Betracht, die aber besonders wirksam zu sein scheinen.

Ab sofort sollen daher in Wils 50 t/Monat, ab März 1941 300 t/Monat Diäthylbenzol hergestellt werden; allmählich ist eine Steigerung der Produktion vorgesehen.

2.) Durch katalytische Raffination von Schwerebenzol.

In Schwerebenzol liegt ein Gemisch höherer aromatischer Kohlenwasserstoffe vor, das sich nach katalytischer Raffination unter Druck in Hochleistungskraftstoffen verwerten läßt.

3.) Durch aromatisierende, katalytische Druckhydrierung.

Für die Erzeugung großer Mengen aromatischer Hochleistungskraftstoffe stehen die Hydrieranlagen, insbesondere diejenigen, die Steinkohle oder ihre Produkte verarbeiten, zur Verfügung. Es ist schon lange bekannt, daß man mit geeigneten Katalysatoren bei hohen Temperaturen wasserstoffarme Mittelöle in aromatenreiche Benzine überführen kann. Allerdings waren die Verluste infolge der bei der höheren Arbeitstemperatur eintretenden Gasbildung verhältnismäßig hoch.

In dieser Weise werden in den französischen Hydrieranlagen von Béthune und Liévin aus Steinkohlentersmittelöl aromatenreiche Autokraftstoffe erzeugt, aus denen sich durch geeignete Destillation 800-1000 t/Monat Hochleistungskraftstoff herstellen lassen. Näheres über die Eigenschaften dieses Treibstoffes ist der Anlage 1 zu entnehmen.

In Deutschland wurde die sogen. Aromatisierung in den letzten Jahren durch Einführung neuer Katalysatoren wesentlich verbessert. Es haben sich zwei Arbeitsweisen entwickelt:

- a) In Melheim wird Rechmittelsöl bei 700 atm in den Hochleistungskraftstoff VT 706 übergeführt.
- b) In Scholven wird aus Steinkohlverflüssigungsmittelöl bei 300 atm der Hochleistungskraftstoff CV<sub>2</sub> erzeugt. Pölitz und Gelsenberg werden die CV<sub>2</sub>-Produktion in Kürze ebenfalls aufnehmen.

4.) Durch katalytische Dehydrierung (DHD- und HF-Verfahren).

Die breiteste Möglichkeit zur Erzeugung aromatischer Kraftstoffe bietet die Dehydrierung. Scherbenzine aus Hydrieranlagen oder auch aus Erdöl geben bei der katalytischen Dehydrierung unter Drücken von etwa 10-50 atm solche Hochleistungskraftstoffe. Die besten Benzine liefert die Dehydrierung von Steinkohleprodukten, es folgen die Braunkohle- und Erdölprodukte. Die Dehydrierung läßt sich in Hydrieranlagen mit der normalen Benziniierung oder mit der Aromatisierung kombinieren.

Das DHD-Verfahren wird zunächst provisorisch in Pölitz eingesetzt (März 1941) und ab <sup>September</sup> ~~Mai~~ 1941 in größerem Umfange ebenfalls in Pölitz und später in Scholven und Schlesien durchgeführt. Auch Leuna soll eine Dehydrieranlage bauen. Projektiert ist außerdem eine DHD-Anlage für etwa 30 000 t/Jahr in Ludwigshafen. Eine HF-Anlage kommt im Mai 1941 in Moosbierbaum in Betrieb, in der zunächst ein geeignetes rumänisches Erdölbenzin dehydriert wird.

Vergleicht man die Möglichkeiten der Herstellung aromatischer Hochleistungskraftstoffe durch Aromatisierung oder durch Dehydrierung, so ergibt sich folgendes Bild:

Die Aromatisierung läßt sich mit verhältnismäßig geringen apparativen Änderungen und daher auch Einrichtungskosten in kurzer Zeit in den bestehenden Steinkohlhydrieranlagen durchführen. Für die Dehydrierung muß eine zusätzliche, allerdings verhältnismäßig einfache Anlage neu gebaut werden. Eine Umstellung vorhandener Apparaturen ist zwar möglich, aber für Dauerbetrieb unzuweckmäßig.

Die Aromatisierung läßt sich zur Herstellung von aromatischen Kraftstoffen aus Steinkohle und gegebenenfalls auch aus paraffinarmen Braunkohlen und Krackölen<sup>1)</sup> mit gutem Erfolg anwenden, wobei man sowohl bei 300 atm als auch bei 700 atm arbeiten kann. Die Dehydrierung dagegen kann außer für Steinkohlprodukte auch für alle Braunkohlen und für Erdöle angewendet werden. Für die Herstellung von Hochleistungskraftstoffen sind Schwerbenzine mit möglichst niedrigem Paraffingehalt (unter 50 %) geeignet<sup>1)</sup>. Wenn eine HD-Anlage nicht mehr für die Erzeugung von Hochleistungskraftstoffen gebraucht wird, läßt sie sich zur Verbesserung von Erdölbenzinen oder dergl. einsetzen.

Bei der Aromatisierung ändert sich die Zusammensetzung der bei der Hydrierung anfallenden Kohlenwasserstoffe in der Richtung, dass der Butan- und Isobutangehalt gegenüber demjenigen bei der derzeitigen Herstellung von Fliegerbenzin (Typ Oktanzahl 87) stark zurückgeht. Bei der

<sup>1)</sup> Durch Extraktion mit SO<sub>2</sub> können die ringförmigen Kohlenwasserstoffe von den paraffinischen abgetrennt und dadurch weitere Rohstoffe für die Aromatenbenzinerstellung verfügbar gemacht werden.

Anlage 2

Benzinierung und anschließenden Hydrierung dagegen fallen etwa 70-75% der derzeitigen Isooktarmenge an. Die genannten Zahlen sind der als Anlage 2 beigefügten Tabelle zu entnehmen.

Die Ausbeute an Aromatisierungsbenzin aus den bei der Steinkohleverflüssigung gewonnenen Mittelölen + Dampfphasenbenzinen dürfte nach den heutigen Ergebnissen etwas höher liegen als bei der Benzinierung dieser Produkte mit anschließender DHD-Behandlung. Dafür scheinen aber nach den bisherigen Erfahrungen die Dehydrierbenzine aus dem gleichen Rohstoff qualitativ den Aromatisierungsbenzinen überlegen zu sein, worauf im Folgenden noch ausführlicher eingegangen werden soll.

Die bisherigen Ausführungen über Aromatisierung und Dehydrierung bestätigen, daß die Dispositionen für die Herstellung von Aromatenkraftstoffen richtig waren. Um schnell und mit verhältnismäßig geringen apparativen Änderungen zu aromatischen Benzinen zu kommen, wurden die vorhandenen Steinkohlehydrieranlagen teilweise auf Aromatisierung umgestellt. Weil gleichzeitig in den gleichen Anlagen die Produktion an Fliegerbenzin (Typ OZ 87) weitergeführt wird, ändern sich Menge und Zusammensetzung der Hydrierabgase nicht allzu stark. Um jedoch die geforderten großen Mengen an Aromatentreibstoff herzustellen, muß neben der Aromatisierung die Dehydrierung eingesetzt werden, die ihre Herstellung auf breiterer Rohstoffbasis gestattet und gleichzeitig die Möglichkeit zur Gewinnung größerer Isooktarmengen aus den Hydrierabgasen bietet als die Aromatisierung.

Die Qualität der aromatischen Hochleistungskraftstoffe wird einerseits durch die Aromaten, andererseits durch das aromatenfreie Restbenzin bestimmt. Die Oktanzahlen der höheren Aromaten liegen meist etwas höher als die aromatisierten Aromaten, wie Ethyl-, Propyl-, Isopropyl-, etc. Diese Ergebnisse der Versuche weisen, daß die aromatischen Aromaten sich hinsichtlich des Ausmaßes der Oxidation und dementsprechend auch der Überladungsfähigkeit bei höheren Drehmomenten anders verhalten als die aromatischen Aromaten, d. h. daß die Aromaten in den hochsiedenden Fraktionen nicht unbedingt unzureichend sind.

Die auf Versuchsreihe 100000114 hergestellten Kraftstoffe, die aus verschiedenen Aromaten, die aus verschiedenen Verfahren hergestellt waren, zur Erzeugung von Kraftstoffen die Aromaten zugefügt. Diese Kraftstoffe zeigten kleine Unterschiede in den Leistungen, insbesondere in der Oktanzahl der höher siedenden Aromaten. Hinsichtlich der Überladungsfähigkeit konnte ein grundsätzlicher Unterschied bisher nicht festgestellt werden, doch sind die Untersuchungen in dieser Richtung noch nicht abgeschlossen.

Man muß die Aromaten zunächst für die Bewertung des Gesamtbenzins als gleich ein, so wird dessen Wert durch das Restbenzin bestimmt. Die Restbenzine, die aus Paraffinen und Naphthenen bestehen, haben allgemein in ihren höher siedenden Fraktionen schlechtere Klopfwerte und eine kleinere Leistung im Überlademotor. Um eine hohe Klopfleistung der nicht aromatischen Benzinsanteile zu

120000115

erreichen, ist es daher zweckmäßig, ihren Siedebereich möglichen-  
 tief zu wählen. Da bei gleichem Siedebereich die Aromaten stets  
 einen höheren Klopffwert haben als Paraffine und Naphthene,  
 ergibt sich, daß das Restbenzin möglichst unter dem Siedebe-  
 reich der Aromaten liegen soll, d. h. unter  $100^{\circ}\text{C}$ .

Anlage 3

Bei der Dehydrierung ist man in der Lage, dies  
 weitgehend zu verwirklichen und gleichzeitig mit der Aroma-  
 tenbildung ein niedrigsiedendes Restbenzin herzustellen.  
 Infolgedessen zeigt z. B. bei der Destillation das Restbenzin  
 bei gleicher Aromatenkonzentration das bessere Klopffverhalten  
 als das Aromatisierungsbenzin V<sub>2</sub>b.

Bei der Dehydrierung verschiedener Rohstoffe  
 auf Benzins mit gleicher Aromatengehalt ist die Qualität am  
 besten bei Erzeugung von Restbenzin aus Beck, Stein-  
 kohlensteer und Steinkohle, dann folgen russische Braunkohle,  
 spanischer Braunkohle, mitteldeutsche Braunkohle, Braunkoh-  
 lensteer und schließlich paraffinartiges Erdöl. Kracköle  
 geben uns bessere Kraftstoffe, je niedriger ihr Wasserstoff-  
 gehalt ist. Die Restbenzine sind also umso besser, je niedri-  
 ger der Wasserstoffgehalt des Ausgangsstoffes ist. Sie folgen  
 in der gleichen Reihenfolge aufeinander wie die normalen auto-  
 und Flugbenzine aus den gleichen Rohstoffen. Allerdings  
 sind die Unterschiede kleiner, da die aromatenfreien Anteile  
 der Restbenzine mehr leichtsiedende Anteile enthalten und diese  
 geringere Unterschiede im Klopffwert und Überladdbarkeit aufwei-  
 sen als die höher siedenden Benzinanteile.

Die Restbenzine bei der Aromatisierung sind  
 wesentlich höher siedend als bei der Dehydrierung. Ihre

Vgl. Anlage 3 Eigenschaften werden wie bei der Dehydrierung einerseits durch den Rohstoff, andererseits durch die Arbeitsweise bestimmt. So ist bei derselben Arbeitsweise ein Benzin aus Pech besser als aus Steinkohle, letzteres wieder besser als das aus Braunkohle. Bei dem derzeitigen Stand der Aromatisierung erhält man bei 700 atm aus Rohmittelöl ein Benzin (Vgl. 7.2.2), das bei einem Siedepunkt von 165° etwa die gleiche Aromaschärfe hat wie das bei 300 atm gewonnene Aromatisierungsbenzin aus Steinkohlenscheidung mit gleichem Siedepunkt (Vgl. 7.2.2). Wenn bei 185° abgeschnitten wird, ist dagegen das bei 700 atm-Stromung-Produkt aus Pech dem 300 atm-Produkt aus Pech und auch dem Steinkohle überlegen, da bei den jetzt angewandten Katalysatoren die höher siedenden Restbenzinsanteile eine bessere Oktoberzahl haben und die Konzentration an Aromaten über 165° bei der 300 atm-Aromatisierung

Anlage 4

~~erhalten wird.~~  
~~Es ist zu prüfen, auch zu prüfen, ob man bei künftigen Anlagen, insbesondere Steinkohleanlagen besser bei 700 oder 300 atm aromatisiert hat. Benzinierst, was~~ Hierbei neben der Qualität des Rohstoffes auch die betriebliche und wirtschaftliche Seite untergeht.

x Zur Verbesserung der Aromatisierungsbenzine stehen zwei Wege zur Verfügung, die beide darauf beruhen, die Menge der weniger kloppfesten hochsiedenden Restbenzinsanteile zu vermindern. Man kann die Restbenzine mittels schwefeliger Säure oder einer entsprechenden Lösungsmittelbehandlung von den Aromaten abtrennen und sie z.B. durch Benziniierung in unter 100° siedende Anteile aufspalten und dann den Aromaten wieder zumischen; oder man kann die höheren Fraktionen der Aromatisierungsbenzine durch Dehydrierung verbessern, wobei der Aromatengehalt erhöht wird, sodaß dann das Benzin

mit klopfstoffen, ni, arigerisiedenden benzinen vorläuft werden kann.

Sie bei 300 atm. aromatisierung benzol... (text continues with technical details about benzene, aromatisation, and engine tests)

5

Anlage 4

... durch aromatisierung... (text continues with technical details about engine tests and aromatisation)



Aus dem mit dem RWA aufgestellten Beschaffungsprogramm für Hochleistungskraftstoffe ergibt sich, daß die zur Herstellung der C<sub>3</sub>-Kraftstoffe und noch mehr der C<sub>2</sub>-Kraftstoffe erforderliche Menge von 15-20% Isooktan, insbesondere in der ersten Zeit, nicht zur Verfügung steht.

Eine Möglichkeit zur Erhöhung der Isooktanerzeugung aus den Hydrierabgasen, deren Durchführung in Angriff genommen ist, aber noch einige Zeit erfordert, besteht darin, statt Isooktan Alkyloktan zu erzeugen. Es liegt zwar in der Oktanzahl etwas niedriger als das technische Isooktan, läßt sich jedoch - bei Vorhandensein der nötigen Mengen n-Butan - in mehr als der doppelten Menge aus den Hydrierabgasen gewinnen wie Isooktan, während nur wenig mehr zur Herstellung der Hochleistungskraftstoffe C<sub>3</sub> und C<sub>2</sub> verbraucht wird.

Ein weiteres Mittel zur Herabsetzung des Isooktanbedarfes bildet die oben behandelte Kraftstoffverbesserung durch Einführung von Leichtbenzin und dergl. Leichtbenzine lassen sich in den vorhandenen Hydrieranlagen - unter Umständen nach Erweiterung von Destillation, Stabilisation und Tanklager - naturgemäß auf Kosten der normalen Fliegerbenzinerzeugung in erheblichen Mengen erzeugen. Man kann sie aus geeigneten Benzinen ausschneiden, oder man kann mit entsprechendem Ausbeuteverlust durch höhere Vergasung geeignete Schwerbenzine und Mittelöle ausschließlich auf Leichtbenzin verarbeiten. Hierbei hängen Ausbeute und Qualität des Benzins vom zulässigen Dampfdruck und wie schon erwähnt, vom Rohstoff ab; bei Steinkohle beträgt die Ausbeute an Leichtbenzin (bis etwa 100° siedend) etwa 80% der Fliegerbenzinausbeute (0287). Bei paraffinarmen Braunkohle- und Erdölprodukten - wahrscheinlich auch bei Steinkohleprodukten - wird man nur einen

Teil des Fliegerbenzins für die Leichtbenzinherstellung heranziehen. Die Eigenschaften einiger bei 100° abgechnittener Leichtbenzine aus Steinkohlenteer, Steinkohle und Braunkohle sind der Anlage 6 Anlage zu entnehmen.

Die Leichtbenzine haben einen hohen Isopentangehalt. Man kann das Isopentan auch heraus schneiden und als solches Hochleistungsbenzinen beimischen. Da die Aromatenbenzine meist niedrigen Dampfdruck haben, sind sie zum Vermischen mit Isopentan besonders geeignet.

Die katalytische Hochdruckhydrierung ist der einzige Weg, um aus höheren Benzolanteilen und aus Mittelölen schnell zu guten Fliegerbenzinen zu gelangen. Für die Verarbeitung von Mittelölen kommt daneben auch das katalytische Cracken in Frage. Dabei erhält man z.B. aus Vorhydrierungsmittelölen aus der Steinkohleerückführung beim Cracken in geradem Durchgang in einer Ausbeute von etwa 20-35 Gew.-% klopffestes Fliegerbenzin. Die gleichzeitig entstehenden höher siedenden Anteile müssen vor weiteren Cracken aufgearbeitet werden. Nach dem Aufhydrieren lassen sie sich ebenfalls erneut katalytisch cracken.

Für den sofortigen Ersatz von Isooktan kommt unter Umständen auch ein isoparaffinisches Alkoholbenzin in Frage, das durch die Reaktion der bei der Isooktansynthese aus Kohlenoxyd und Wasserstoff 1) als Nebenprodukt anfallenden höheren Alkohole hergestellt werden kann. Bei einem Endpunkt von etwa 165° entspricht ein solches Benzin etwa einem guten Fliegerbenzin (Typ O.Z.87); bei einem Endpunkt von 110° ist die Überladekurve ähnlich wie bei den Leichtbenzinen. Die Eigenschaften

1) Auch eine Heranzielung der Produkte der Kohlenwasserstoffsynthese nach Fischer und nach dem Gasumwälzverfahren der I.G. könnte durch Polymerisation oder Alkylierung gewisser ungesättigter Produkte in Frage kommen.

Anlage 7

dieses vorwiegend isoparaffinischen Produktes, das sich durch seine hohe Bleiempfindlichkeit auszeichnet, sind aus Anlage 7 zu entnehmen. Falls die motorischen Prüfungen weiter günstig ausfallen, lassen sich je einige 10 t/Monat Alkohobenzin aus Leuna und Ludwigshafen in kurzer Zeit zur Verfügung stellen. Später kommt eine Belieferung aus Heidebreck mit bis zu 2000 t/Monat in Frage. Allerdings ist der Preis für dieses Produkt höher als der von Leichtbenzin und leichtflüchtigen ihm aus dem Hochdruck.

In der letzten Zeit wurden zahlreiche Untersuchungen angestellt, um zu sehen, durch welche Zusätze man unter Einsparung von Isooktan  $C_3$ - und  $C_2$ -Kraftstoffe bekommen kann. Dabei wird Wert darauf gelegt, daß die Überladekurven für  $C_3$ - und  $C_2$ -Kraftstoffe soweit möglich einen flacheren Verlauf annehmen als die der jetzigen Standardmischungen (s. Anlage 8). Solange diese Forderung aufrecht erhalten wird, scheint eine Verbesserung der hochlastigen Kraftstoffe durch Steigerung des Aromatengehaltes über etwa 40 % aus. Eine Ausnahme machen die höheren Aromaten, die neben dem Kern einen erheblichen Anteil an paraffinischen Seitenketten haben, n-Propyl-, n-Butylbenzol und andere. Sie scheinen weniger temperaturempfindlich zu sein und zeigen in kleinen Mengen zugesetzt eine besonders hohe Überladefähigkeit und zwar bewirkt ein Zusatz von 12 Teilen n-Butylbenzol die gleiche Verbesserung in der Leistung wie ein Zusatz von 20 Teilen Isooktan zu den Aromatenkraftstoffen.

Bei der Herstellung der  $C_3$ -Qualität aus den verfügbaren aromatischen Hochleistungskraftstoffen

mit 50 Vol. Aromaten besteht eine Reihe von Möglichkeiten, um den normalen Isooktangehalt von 15 % herabzusetzen bzw. einzusparen. Ein Teil dieser Möglichkeiten ist in Tabelle 9 dargestellt. Hier sei nur darauf hingewiesen, daß man bei CV<sub>2</sub>b und CV 700b das Isooktan nur zum Teil, bei CV<sub>2</sub>a mit der Steinkohle bei CV 700 dagegen anscheinend vollständig durch Leichtbenzin ersetzen kann. Beim CV<sub>2</sub>-Benzin genügt es schon, den Inhalt an 15 % Isooktan 15 % Leichtbenzin zu ersetzen. Bei CV 700 muß man gleichzeitig einen Teil des 20 Vol. Aromatensatzes ersetzen, wodurch die Aromatensättigung von 30 auf etwa 37 ansteigt.

Die Möglichkeit zur Herstellung von C<sub>2</sub>-Kraftstoffen ist für die Herstellung von C<sub>2</sub>-Kraftstoffen nur ein enger Spielraum gegeben. Dabei liegt nach den bisherigen Ergebnissen das CV<sub>2</sub>-Benzin aus Steinkohle am günstigsten. Damit scheint man bei 40 Vol. Aromaten im Gesamtbenzin das Isooktan ganz oder mindestens zum größten Teil durch Leichtbenzin ersetzen zu können (Tabelle 10). Bei CV 700 ist ebenfalls, dagegen erreicht man mit dem derzeitigen CV 700b und CV<sub>2</sub>b hauptsächlich wohl wegen des schlechteren Restbenzins selbst mit 20 Vol. Isooktan nicht C<sub>2</sub>-Qualität. Hierfür müßte man größere Mengen von Isooktan (etwa 30-35%) vorsehen bzw. einen der auf Seite 8 beschriebenen Wege zur Verbesserung der Qualität des Restbenzins einschlagen. Dehydriert man z.B. CV<sub>2</sub>b auf einen Aromatengehalt von 90% und vermischt 40 Teile dieser Mischung mit 60 Teilen Leichtbenzin, so erhält man nach der bisherigen Untersuchung einen iso-oktanfreien C<sub>2</sub>-Kraftstoff mit etwa 40 Vol. Aromaten. Bei Verwendung von Leichtbenzin + der üblichen Isooktanmenge

(20 Vol.-% im Gemisch) wurde ein Hochleistungskraftstoff hergestellt, der bei nur 32 Vol.-% Aromatengehalt fast C<sub>2</sub>-Qualität erreicht (s. Anlage 9).

Einige ältere C<sub>3</sub>- und C<sub>2</sub>-Mischungen, die nach den heutigen Untersuchungen aus den Aromatkraftstoffen durch Zusatz von Isooktan bzw. Alkylloktan, Leichtbenzin, Alkoholbenzin oder Diäthylbenzol herzustellen sind, enthält die Anlage 9. Für einen Teil dieser Mischungen müssen die Überladkurven noch bestimmt werden.

Einige Bemerkungen über die noch in der Untersuchung vorzunehmenden Hochleistungsuntersuchungen sind im Anhang zusammengestellt. Über die damit verbundenen Fragen wird in der nächsten Zeit eine Besprechung mit den an der Entwicklung der Motoren beteiligten Stellen stattfinden.

In vorstehendem wurde ein grober Überblick aufgezeigt, wie es möglich ist, für die nächste Zeit und bis zum Jahre 1945 den Bedarf an Hochleistungskraftstoffen zu decken. Im Einzelnen sind noch viele Punkte gemeinsam zu erörtern und zu klären. Es ist jedoch deutlich, daß man die erforderlichen Aromatenstoffe (mit 50 Vol.-% Aromaten) einerseits durch teilweise Umstellung von Hydrieranlagen von Benziniierung auf Aromatisierung, andererseits durch Bau der vorgesehenen Dehydrieranlagen erzeugen kann. Soweit die zur Herstellung von C<sub>3</sub>- bzw. C<sub>2</sub>-Kraftstoffen nötigen Mengen Isooktan bzw. Alkylloktan, besonders in der ersten Zeit, nicht verfügbar sind, können sie durch Verbesserung der Restbenzine, z. B. durch Zusätze von Leichtbenzinen oder Alkoholbenzinen ganz oder teilweise ersetzt werden, falls die weiteren Prüfungen auf Überladbarkeit und die Versuche an Vollmotoren günstig ausfallen.

## Anhang.

120000124

Motortechnisches.

Aus den Bestimmungen der Klopfgrenzkurven nach dem Überladeverfahren, die neben der C.Z.-Bestimmung zur genaueren Beurteilung von Fliegerbenzinen erforderlich sind, geht hervor, daß bei den bisher zugrunde gelegten Motorbedingungen (Verdichtungsverhältnis  $\xi = 6,5$ ; Indukttemperatur  $t_1 = 30$ ; variable Zündung) die Übereinstimmung bei den einen Prüfstellen befriedigend war, bei anderen im Laufe der Zeit verbessert wurde. Da jedoch seit einiger Zeit die Anforderungen an die Hochleistungskraftstoffe verschärft wurden, mußten auch bei dem Prüfverfahren Verdichtung und Indukttemperatur erhöht werden. Bei diesen verschärften Bedingungen ist die Übereinstimmung an den verschiedenen Prüfmotoren nicht mehr so gut, da anscheinend die Erzielung gleichmäßiger Temperatur schwieriger ist. Dadurch konnten größere Abweichungen sowohl in der absoluten Höhe des Ausdrucks an der Klopfgrenze als auch in dem Verlauf der Kurven in Abhängigkeit von  $\lambda$  vor. Dies wirkt sich insbesondere bei den Aromatenkraftstoffen aus, die mit Temperaturänderungen empfindlich sind.

Aber auch die Kurven für die isoparaffinischen Kraftstoffe ändern sich noch stark mit Änderung der Prüfbedingungen. So ist z.B. aus Anlage a und b ersichtlich, daß die BT 100-Kurve durch Übergang von variabler auf konstante Zündung wesentlich stärker beeinflusst wird als die Kurve der Aromatenkraftstoffe. Es erhebt sich die Frage, wieweit es möglich ist, diese Erfahrungen auch auf die aromatischen Kraftstoffe zu übertragen.

Allgemein erscheint es wichtig, zu prüfen, welche Bedingungen für das Überladeverfahren zu wählen sind, um den

heute in der Praxis wichtigen Motorenbedingungen noch besser zu entsprechen und noch weitere Versuche durchzuführen, wie sich die Motoren der Eigenart der aromatischen Hochleistungskraftstoffe am besten anpassen lassen.

Ebenso wichtig wie die Bestimmung der Überladekurven ist die Erprobung der Aromatenkraftstoffe in den verschiedenen Vollmotoren hinsichtlich erzielbarer Leistung und Dauer-  
verhaltens, wobei u.a. die Schmierölfrage zu berücksichtigen ist, da auch die gegenseitige Einwirkung von Treibstoff und Schmieröl von Bedeutung ist.

Für die Entwicklung der Kraftstoffproduktion sind folgende Vollmotorenversuche zunächst dringlich:

HT-Benzin:

- 1) aus Steinkohle: 2 Kesselwagen in Mischung mit 20 Vol.-% BT 110 sind bei Daimler-Benz in Genshagen angeliefert.
- 2) aus Braunkohle: die notwendigen Versuchsmengen stehen in Ludwigshafen zur Verfügung.
- 3) aus Erdöl: die notwendigen Versuchsmengen werden in Ludwigshafen aus russischem bzw. rumänischem Benzin in der nächsten Zeit hergestellt.

CV<sub>2</sub>b-Kraftstoff:

Die in größerer Menge vorhandene Scholvener CV<sub>2</sub>b-Produktion sollte evtl. mit Zusatz von 20 Vol.-% BT 110 im Vollmotor geprüft werden, da sie sich durch die etwas höhere Jodzahl von den alten Proben unterscheidet. Diese haben bei Daimler-Benz-Untertürkheim (CV<sub>2</sub>b:50 Vol.-% Aromaten, 165° EP) und bei BMW-München (CV<sub>2</sub>b:50 Vol.-% Aromaten, 180° EP) gute Ergebnisse in 100 Stunden-Läufen gezeigt.

120000126

Reichs-Luftfahrt-Ministerium

z.Hd. von Herrn  
Oberstabsingenieur Mücklich

GL 5 II

Berlin W 8

Leipzigerstrasse 7

HOCHDRUCKVERSUCHE  
P/Lu 558

5. Dezember 1940  
Si/Pr.

Fliegerbenzin aus den  
französischen Hydrieranlagen.

In der Anlage überreichen wir Ihnen die Untersuchungsergebnisse von Benzinen der nordfranzösischen Hydrieranlagen. Die Proben sind der Oktoberproduktion entnommen. Die Anlagen produzieren z.Zt. Benzine mit Endpunkt ca. 205°C in einer Menge von 1000-1500 t/Monat. Die untersuchten Proben wurden von uns auf Endpunkt 165°C redestilliert und dann sowohl einzeln (Spalte 1 + 2) wie im Anfallverhältnis gemischt (Spalte 3) untersucht.

Die Untersuchung zeigt, dass sämtliche Tests in Ordnung sind. Nach den analytischen Untersuchungen entspricht das Mischbenzin der beiden Anlagen etwa GV<sub>2</sub>b.

Wir senden am 6.12.40 eine 50 ltr.-Probe des Mischbenzins an die Deutsche Versuchsanstalt für Luftfahrt, Berlin-Adlershof, zur Prüfung der Überladbarkeit (s. beil. Schreiben).

Wir machen noch darauf aufmerksam, dass die Zusammensetzung des Benzins in verschiedenen Produktionsperioden leichten Schwankungen unterworfen sein kann, infolge Verwendung verschiedener Ausgangsstoffe.

Heil Hitler!

I.G. FARBEITENUNTERNEHMEN AG & CO. GEBELLSCHAFT

gez. Pier

gez. I.V.Höring

Anlagen

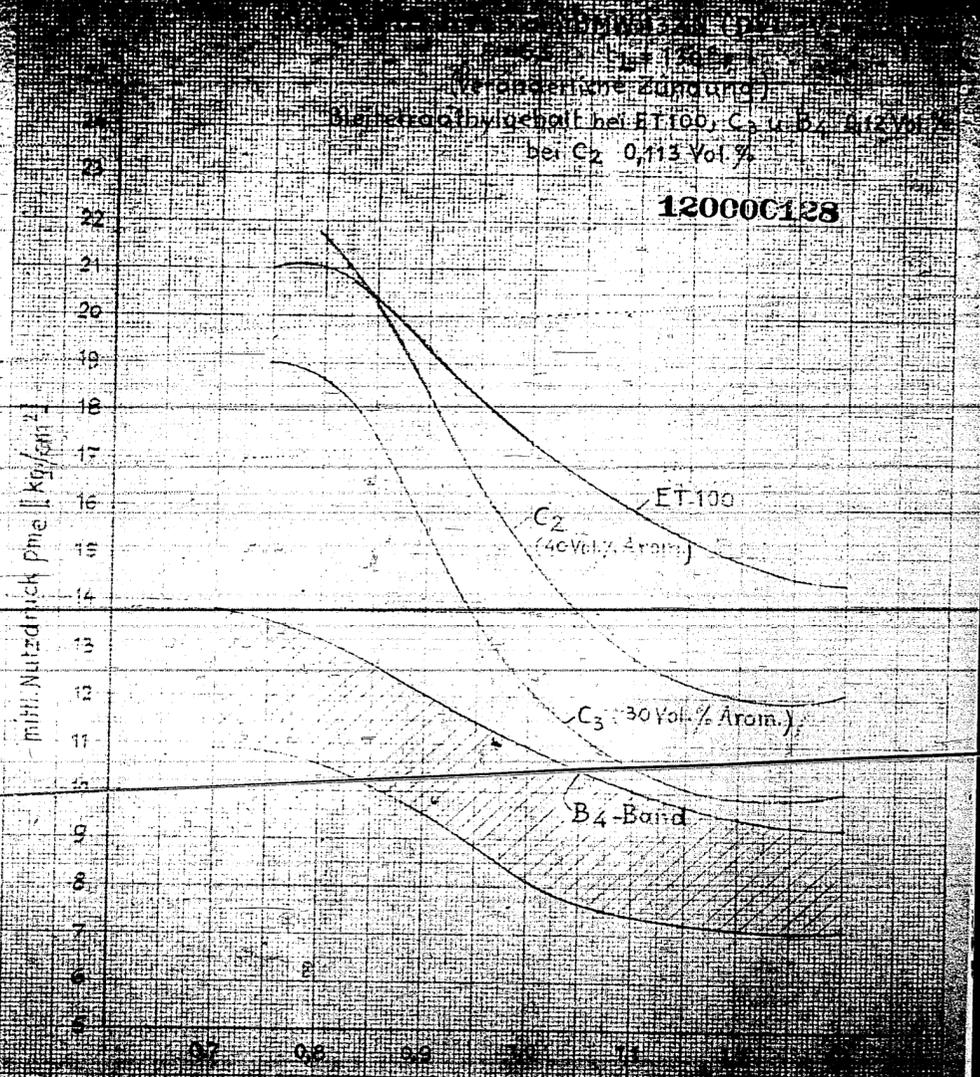
Hochdruckversuche

Analysen von Benzinen aus Böhme und Liévin.

1922

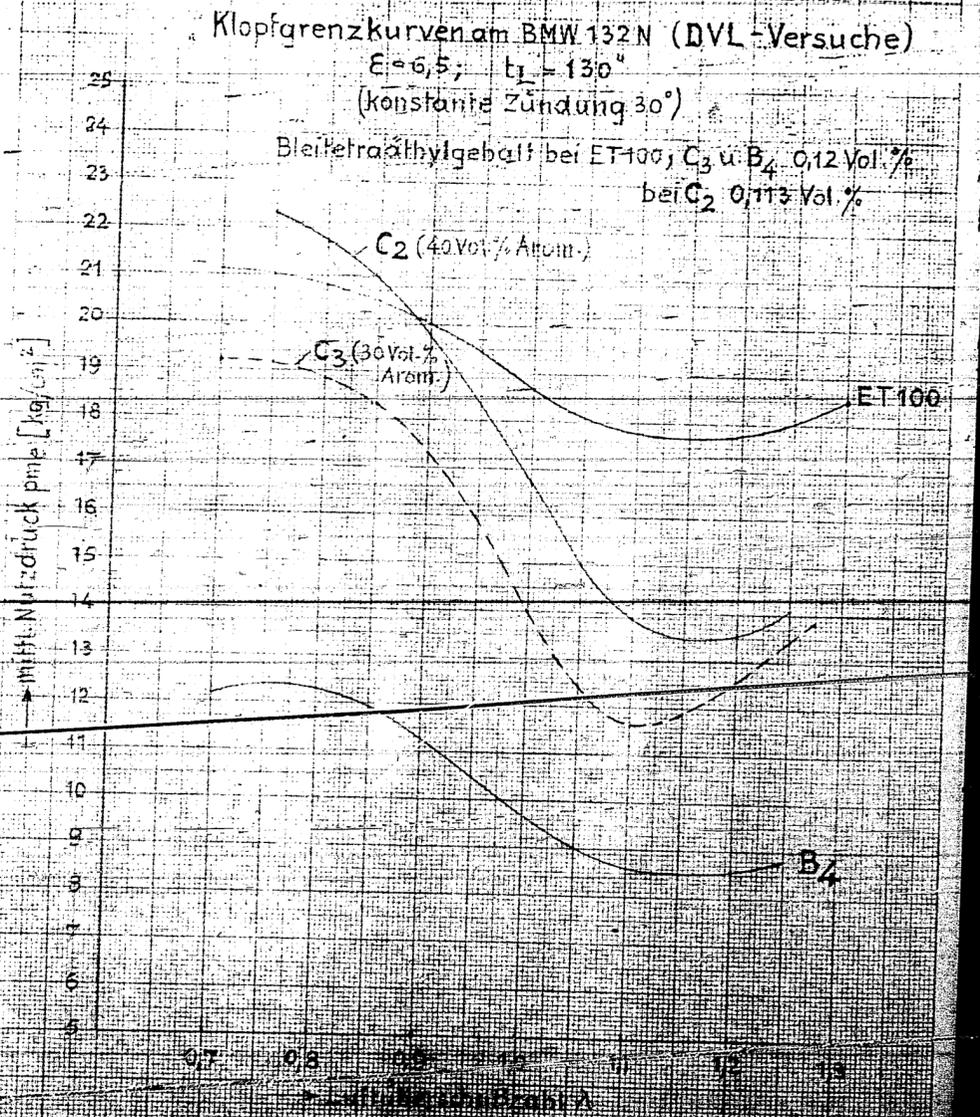
120000127	Originalproben redestilliert -165°C		
	Böhme	Liévin	546 Teile 1, Böhme 497 T. Liévin
Spez. Gewicht b. 15°C	0,823	0,805	0,814
Anilinpunkt I °C	-11,0 ber.	-3,8	-6,0 ber.
" II °C	+ 47,2	+ 47,8	+ 47,7
Cu-Streifen	gut	schwach.	gut
Cu-Schale ohne Pb	-	Farbenanl.	-
" + 0,12 Pb	4,3	5,5	4,1
Dokortest	negativ	negativ	negativ
Jodzahl	5,2	6,5	4,3
Dampfdruck atm	0,222	0,335	0,310
ASTM. Siedebeginn °C	72	52	53
- 60°C	-	1,0	0,5
- 70°C	-	3,0	2,0
- 80°C	1,0	9,5	6,0
- 90°C	5,0	19,0	14,0
- 100°C	17,0	36,0	27,0
- 110°C	33,5	54,0	47,0
- 120°C	54,0	66,0	61,0
- 130°C	71,0	76,0	72,0
- 140°C	84,0	84,0	83,5
- 150°C	91,7	91,0	90,0
- 160°C	96,0	95,0	94,5
Endpunkt °C/%	166/98,0	171/98,0	170/98,0
Rückstand %	1,2	1,2	1,2
Verluste %	0,8	0,8	0,8
Bombentest + 0,12 Pb	ohne Abfall	ohne Abfall	ohne Abfall
Glasschale vor Alterung	0,2	0,3	1,1
nach "	15,8/6,3	17,6/8,8	7,0
Bombentest ohne Pb			ohne Abfall
Glasschale vor Alterung			0,0
nach "			4,5
Oktanzahl:			
Research-Methode	95,5	88,5	91,5
Res.-Meth. + 0,12 Pb	105,5	103,0	103,0
Motor-Methode	79,5	77,0	78,5
Mot.-Meth. + 0,12 Pb	92,5	92,0	92,0
Zusammensetzung:			
% Paraffine	8,5	11,5	10,5
% Naphthene	27,0	36,0	29,0
% Aromaten	63,0	50,5	56,5
% Ungesättigte	1,5	2,0	2,0

1) Mischung im Anfallverhältnis



120000129

Verlauf der Klopfgrenzkurven von Jsecokt<sub>100</sub>,  
Aromatenbenzinen C<sub>2</sub> (mit 40 Vol. % Arom.), C<sub>3</sub> (mit 30 Vol. %  
Arom.) u. B<sub>4</sub>-Kraftstoff.



I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft  
Ludwigshafen a. Rhein.

Benzin- und Isooktanproduktion.

Umstellung einer Steinkohlhydroxyeranlage von 200 000 tato Autobenzin auf die Erzeugung von Fliegerbenzin 0.2.87 oder auf die Erzeugung von aromatischem Hochleistungskraftstoff (50 Vol.-% Arom.)

Herstellung bei Druck	Autobenzin	Fliegerbenzin 0.2.87	Hochleistungskraftstoffe B.B. 163°	
			Aromatisierung	Benzinierung AMD-Verf.
atm	300	300	300	300/50
Benzin	200 000	180 000	166 000	170 000 <sup>1)</sup>
Isooktan	6 100	13 700	2 800	4 000
Isooktanproduktion in % bei Benzinsynthese	3	7,6	1,7	2,3
Isooktanproduktion bezogen auf:				
Isooktan bei Autobenzinherstellung = 100	100	225	46	65
Isooktan bei Fliegerbenzin 0.2. 67-Herstellung = 100	45	100	21	29

1) Versuchswert: 174 000 t mit 45 Vol.-% Aromaten.

120000130

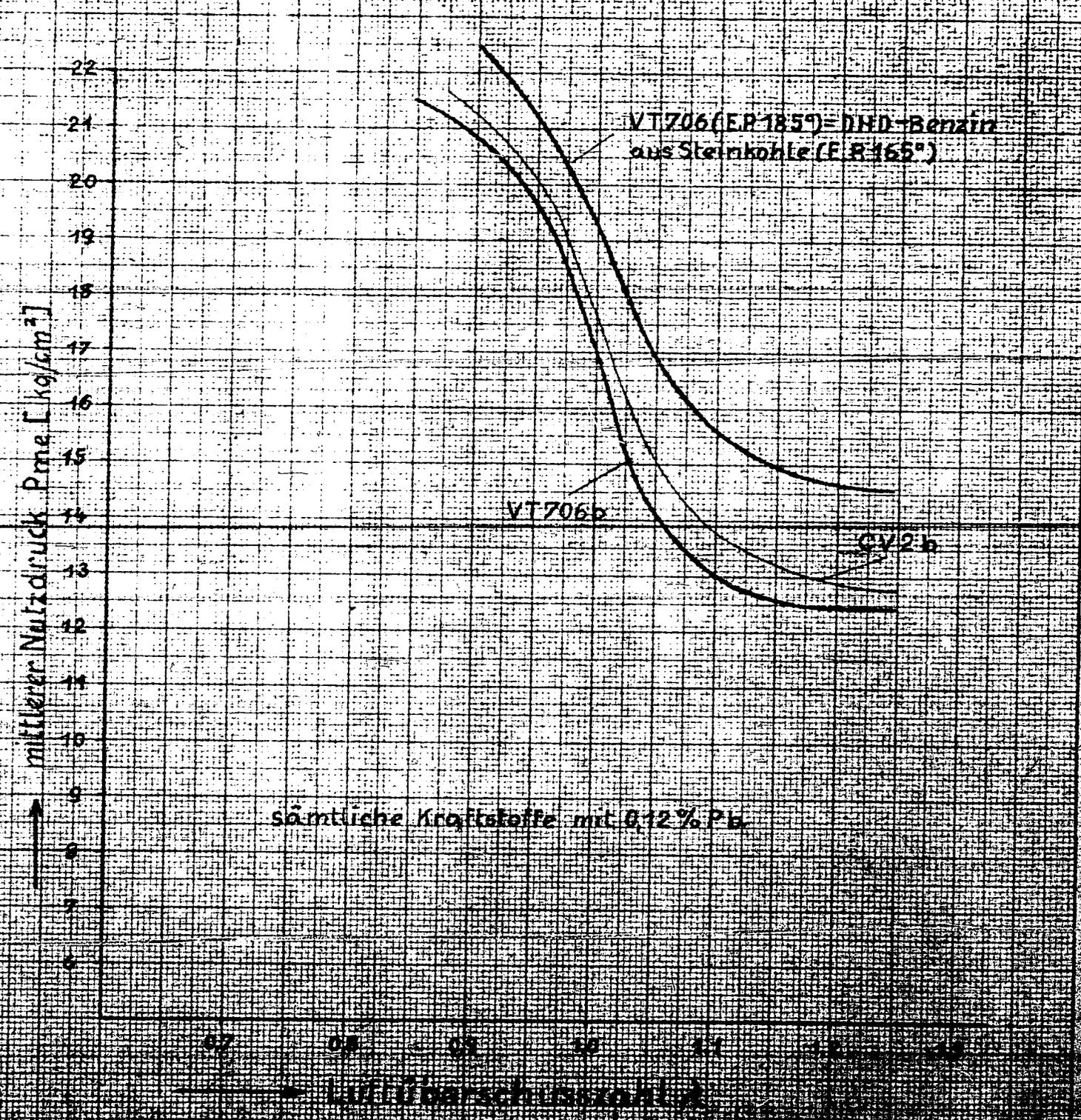
*Müller*

Vergleich von Restbenzinen.

- 1) aus Aromatisierungsbenzin (300 atm) von Steinkohle (= CV<sub>2</sub>b)
- 2) aus DHD-Benzin aus Steinkohle (= 4075 H)

<u>Restbenzin aus:</u>	<u>CV<sub>2</sub>b</u>	<u>4075 H</u>
spez. Gewicht	0,744	0,703
Siedekurve:		
% - 70°C	13	32
% - 100°C	44	80
% - 150°C	84	96
Endpunkt °C/%	168/97	150/98
Oktanzahl:		
Motormethode	63	74
Motormethode + 0,12 Vol.-% Blei	83	90
Oktanzahl Motormethode der Anteile		
bis 100°C	76	78
über 100°C	51	55

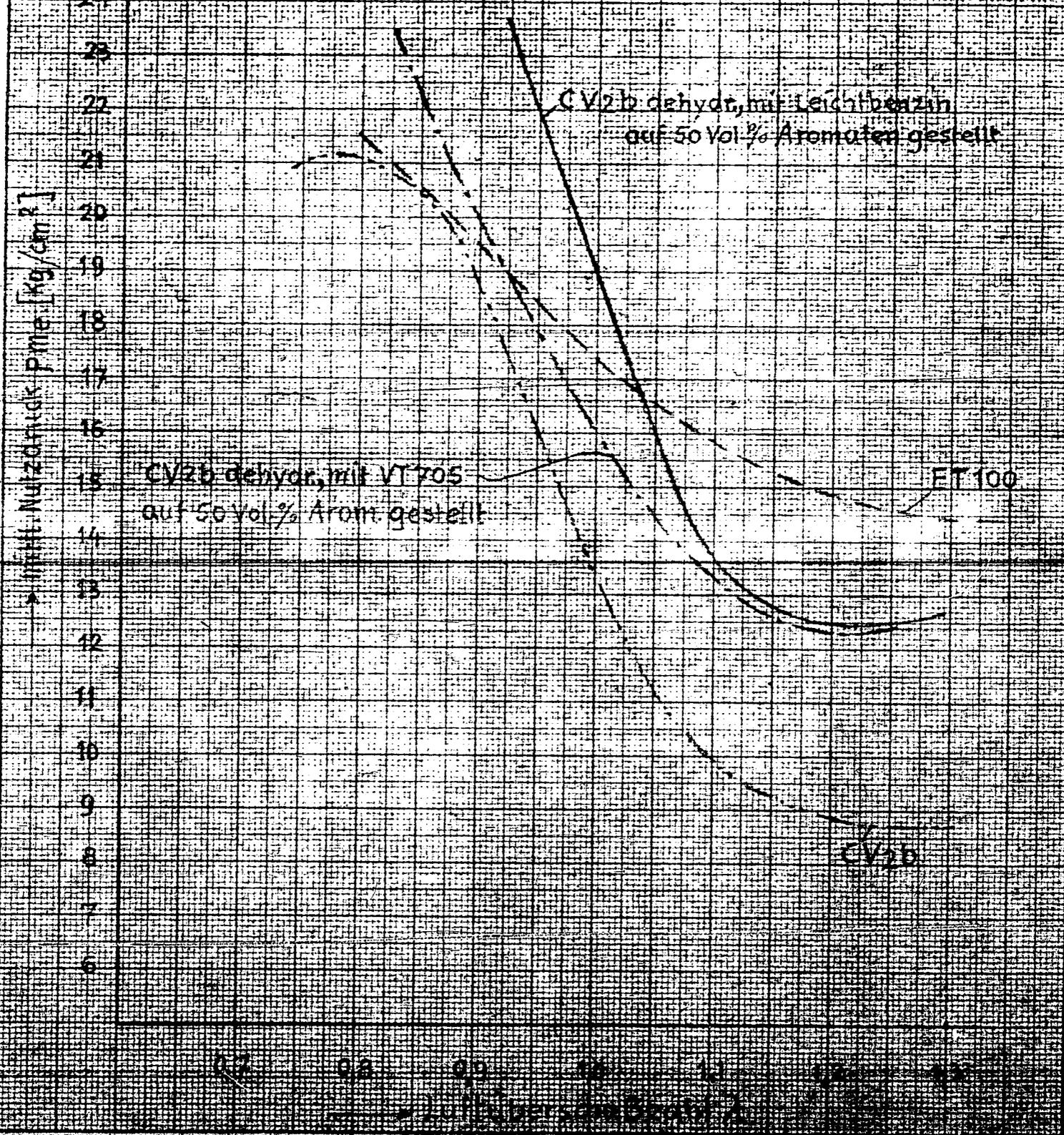
Vergleich von Aromatisierungs- u. DHD-Benzin  
 (Mittelwert von der IMV-42-Methode) (V1-Versicherung)  
 EP-165, EP-185, EP-190, EP-200, EP-212  
 DHD = Benzin aus Steinkohle EP-165°  
 CV2b: Aromatisierung 300cl Steinkohle EP-165°  
 VT706: " " " " " " EP-185°  
 VT706b: " " " " " " EP-165°



# Einfluß des Resibenzins

Kilowattstunden an BMW 1321 (DVL-Verclabe)  
 l = 65      l = 150<sup>3</sup>

Spezial-Kraftstoffe mit 0,12% Pb	0,2 l/l des Resibenzins in CV2b-64
	Leichtbenzin aus Steinkohle bis 110°
	VT 705



120000134

Oktanahl und Zusammensetzung von Leichtbenzinen  
(-110°C) aus verschiedenen Rohstoffen.

(geschätzt auf gleiche Siedekurve (35% -70°C)  
 und auf gleichen Dampfdruck (0,5 atm)

Leichtbenzin aus	Vorhydrierung +Benzinierung von Steinkohlen- teermittelöl	Vorhydrierung +Benzinierung von Steinkohlenverflüs- sigungsmittelöl	Benzinierung von Steinkohlenverflüs- sigungsmittelöl	Benzinierung von Braunkohle- verflüssi- gungsmittelöl
Oktanahl (Motormeth.) <sup>1)</sup>	78,5	78	79	78
Zusammen- setzung:				
% Paraffine	34	40	48	54
% Naphthene	60	54	51	44
% Aromaten+ Olefine	6	6	1	2

1) nach Zusatz von 0,12 Vol.% Bleitetraäthyl  
 beträgt die Oktanahl (Motormethode) bei  
 allen Benzinien etwa 92-94.

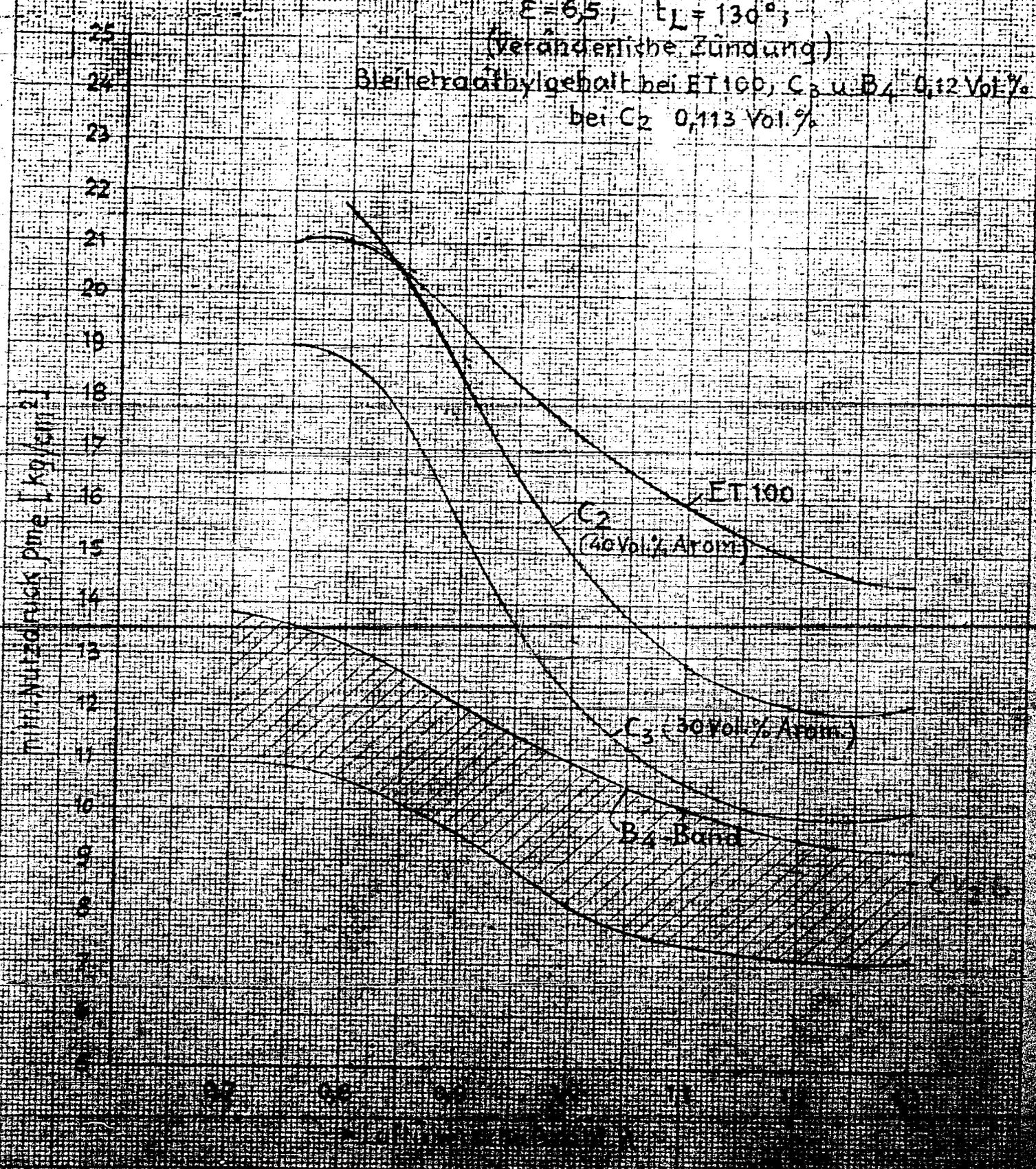
120C0C135

Wichtigste Daten von "Alkoholbenzinen"E.P. 175°C und E.P. 110°C.

	<u>Alkoholbenzine</u>	
	<u>E.P. 175°C</u>	<u>E.P. 110°C</u>
spez. Gewicht/15°C	0,695	0,672
Siedekurve		
% - 70°C	10	39
% - 90°C	41	85
% - 100°C	57	95
% - 150°C	92	-
Endpunkt °C/%	175/97,5	106/98
<b>Oktanzahl</b>		
Motormethode	76	79
Motormethode+0,12		
Vol. % Blei	96	etwa 99
<b>Zusammensetzung:</b>		
% Paraffine	96	97
% Naphthene	4	3
% Aromaten+		
Olefine	0	0

Verlauf der Klopfgrenzkurve am BMW 132 N (DVL-Versuche)  
 Aromatenbenzin mit C<sub>2</sub> (mit 40 Vol.-% Arom.), C<sub>3</sub> (mit 30 Vol.-%  
 Arom.) u. B<sub>4</sub>-Benzolstoff

Klopfgrenzkurve am BMW 132 N (DVL-Versuche)  
 $\epsilon = 6,5$ ;  $t_L = 130^\circ$   
 (Veränderliche Zündung)  
 Bleitetraäthylgehalt bei ET 100, C<sub>3</sub> u. B<sub>4</sub>: 0,12 Vol.-%  
 bei C<sub>2</sub>: 0,113 Vol.-%



12000137

Möglichkeiten der Ersetzung von Hochleistungskatalysen (C<sub>2</sub>- und C<sub>3</sub>-Mittel) durch Zusatz von EP 110, niedrig siedenden Benzenen und VHT 303.

arom. Grundbenzin in Vol.-%	O <sub>2</sub> -Qualität				OT <sub>2</sub> abh. 3) (EP. 165°C)
	VT 70% (EP. 182°C)	VT 70% (EP. 165°C)	DID aus Steinkohle (EP. 165°C)	OT <sub>2</sub> 65°C	
Zusätze in Vol.-%	60	60	60	60	80
B 4	25	25	25	15	10
EP 110 2)	15	17	15	17	10
Leichtbenzin aus Steinkohle	-	15 oder 15	15 oder 15	-	10 oder 10
Alkoholbenzin (EP. 110°C)	-	15	15	-	10
Vol.-% Aromaten in der Mischung 5)	30 oder 37,5	49,5 oder 40	32,5 oder 31,5	43,5	40,5 oder 40
Bemerkungen	Standard-Mischung	bei 1,0 untere Grenze des C <sub>2</sub> -Bandes	etwas besser als Standard-Mischung	bei 1,0 untere Grenze des C <sub>2</sub> -Bandes	geschätzt wie benotet
arom. Grundbenzin in Vol.-%	80	80	80	80	40
Zusätze in Vol.-%	20	20	20	10	20
Leichtbenzin aus Steinkohle	-	-	-	-	-
Alkoholbenzin	-	-	-	-	-
VHT 303	-	10	-	-	20
Vol.-% Aromaten in der Mischung 5)	40	37-10	40	40	40
Bemerkungen	Standard-Mischung	geschätzt	etwas besser als Standard-Mischung	bei 1,0 geschätzt	etwas gleich O <sub>2</sub> bei 1,0 etwas schlechter als O <sub>2</sub> Lösung

1) OT<sub>2</sub> dehydriert enthält 90% Aromaten, während die übrigen Grundbenzine 50% Aromatengehalt haben  
 2) Bei Verwendung von Alkylkaten wird mehr Alkylkaten verbraucht als Isokatan  
 3) Der Aromatengehalt setzt sich zusammen aus dem des arom. Grundbenzins, des B 4 und des Leichtbenzins

Ant. 10

# C<sub>2</sub> Kraftstoff ohne ET 110

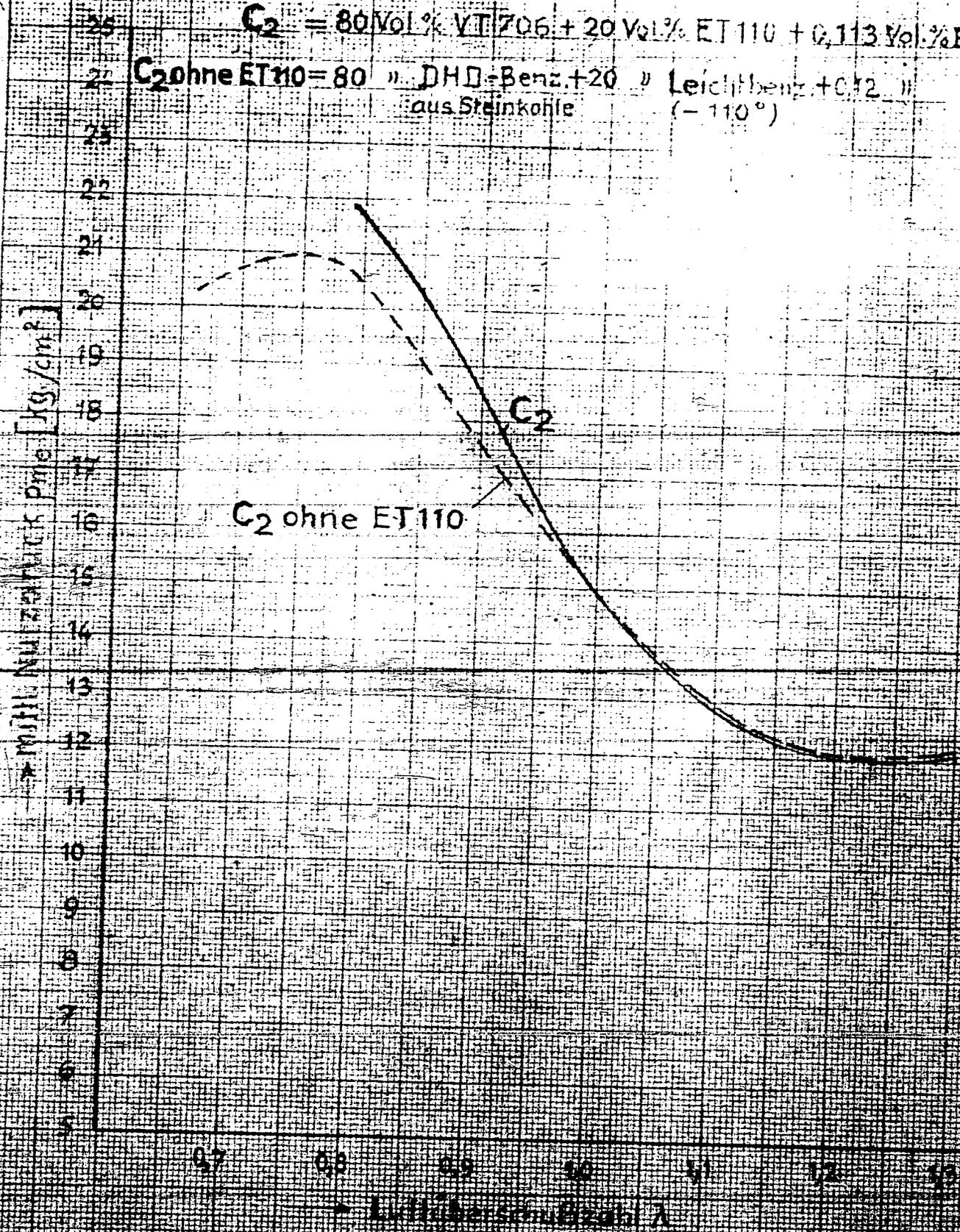
120000138

Klopfgrenzkurven am BMW 132 N (DVL-Versuche)

$\epsilon = 6,5$ ;  $t_L = 130^\circ$

C<sub>2</sub> = 80 Vol.% VT 706 + 20 Vol.% ET 110 + 0,113 Vol.% Bleitetraäthyl

C<sub>2</sub> ohne ET 110 = 80 " DHD-Benz + 20 " Leichtbenz + 0,12 " aus Steinkohle (-110°)



# DHD Experimente

Zurück an  
Zimmer Dr. Dr. Fischer

DHD Versuche im 100 Ltr. Ofen

G. Bericht "Verarbeitung der Fraktion 90-200°  
aus 6434 Abstreifer Me (P1425)

With 100 Liter Reactor  
Report # 6

3046-13  
30/4/00

Zusammenfassung

130000139

Die Fraktion 90 - 200° aus 6434 Benzinierung Merseburg wurde über Kontakt 7360 (mit Raff. Ofen) bei 0.5 kg/Ltr.Std. Durchsatz dehydriert. Es wurde bei 15 - 54 atm Gesamt- bzw. 6 - 32 atm H<sub>2</sub>-Druck gearbeitet. Die früheren Ergebnisse (vgl. 5. Bericht 100 Ltr. Ofen mit 5058 Benzin Merseburg) über den Druckeinfluss wurden bestätigt. Es ergab sich die Feststellung, dass man bei 50 atm bei gleicher Ausbeute an Benzin mit gleichem Endpunkt, als Ausgangsmaterial ein Schwerbenzin verwenden kann, das ca 9 % mehr hochsiedende Anteile enthält als bei Arbeiten bei 15 atm.

Bei 50 atm Druck wurde ein in jeder Beziehung (auch Bombentest + Blei) testgerechtes Benzin mit 53 % Aromaten (einschliesslich der vorher abdestillierten leichten Anteile) erhalten, das eine Überladeleistung wie CV<sub>2b</sub> hatte. Ein Verpichungsversuch mit Blei in Oppau zeigte geringe bis mittlere Verpichung. Dies könnte eine Fehlbestimmung sein, da eine Mischung dieses Benzins mit dehydriertem 5058 Benzin Merseburg im Anfallverhältnis Spuren von Verpichung zeigt.

### Versuchsverlauf

Ein Kesselwagen (514893) mit 6434 Abstreiferprodukt Merseburg wurde in 3 Fraktionen wie folgt zerlegt:

16,7	Gew. %	-	90°
60,7	"	-	90 - 200°
22,6	"	>	200°

17300i

Die Fraktion 90 - 200° wurde im 100 Ltr. Ofen mit Raffinationsofen bei 15 - 50 atm Gesamtdruck mit Katalysator 7360 dehydriert. Die erhaltenen Werte enthält Anlage 1, die wichtigsten Zahlen hieraus sind graphisch in Abbildung 1 und 2 wiedergegeben.

Der Vergleich 50 u. 15 atm zeigt wiederum (vgl. 5. Bericht, P. 1424) gleiche Ausbeute an flüssigem Produkt, dabei jedoch für 50 atm weniger Koks und mehr Gas (vgl. Abbildung 1a, e und d) sowie eine kleinere Jodzahl (1,5 gegen 6).

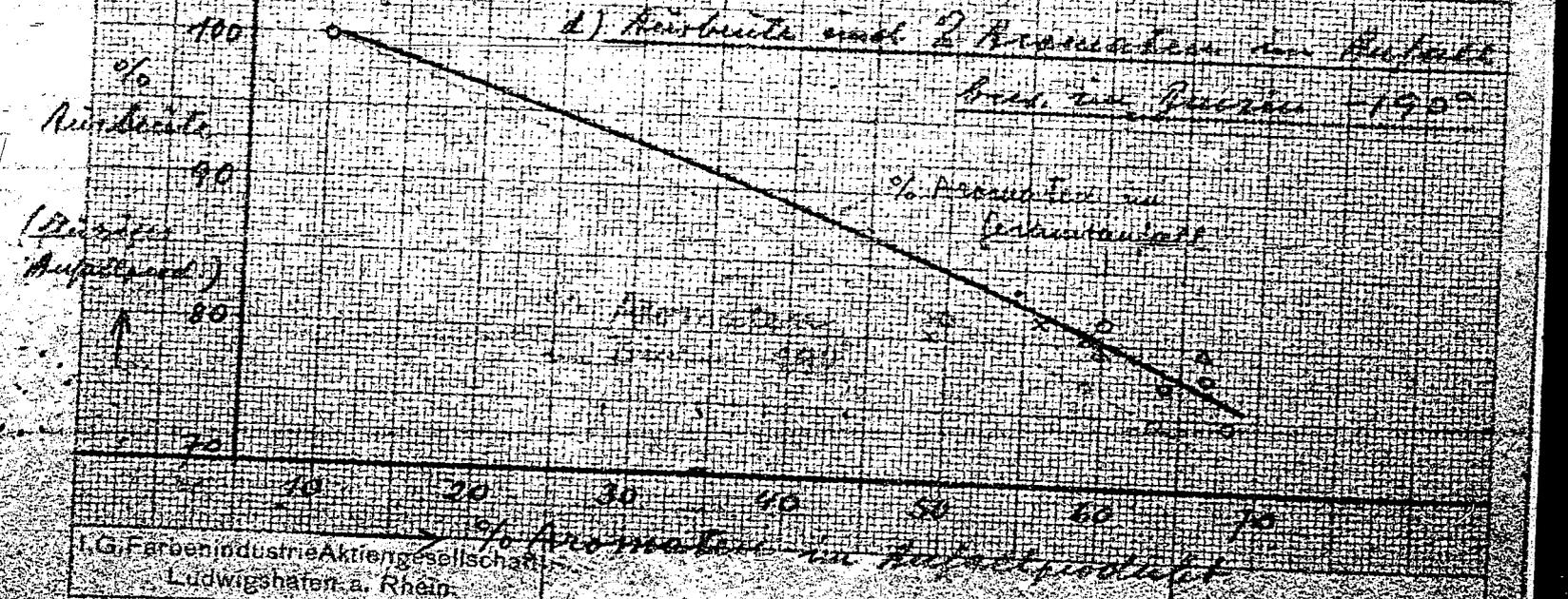
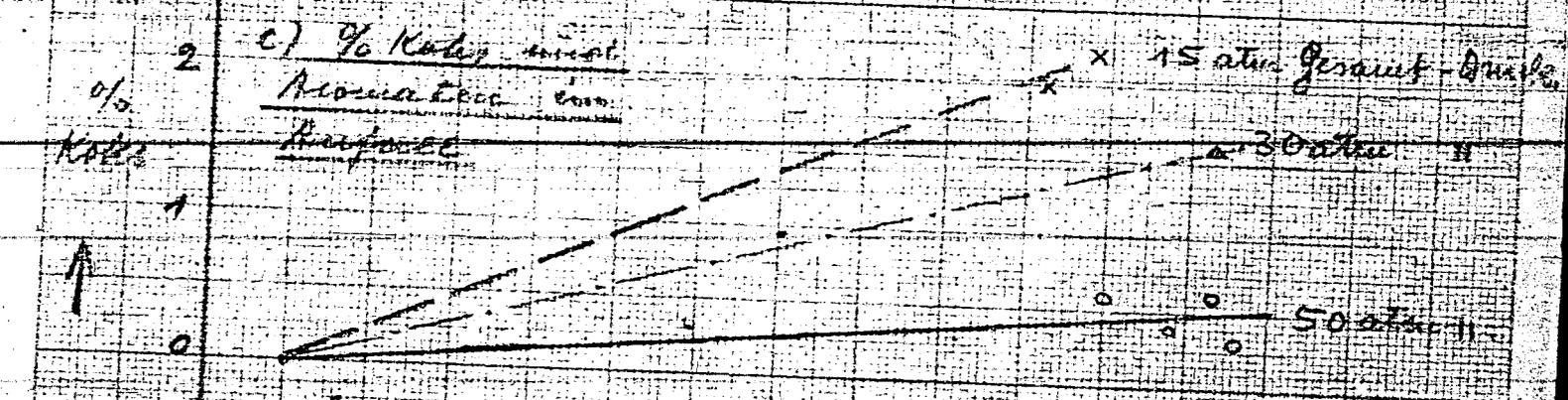
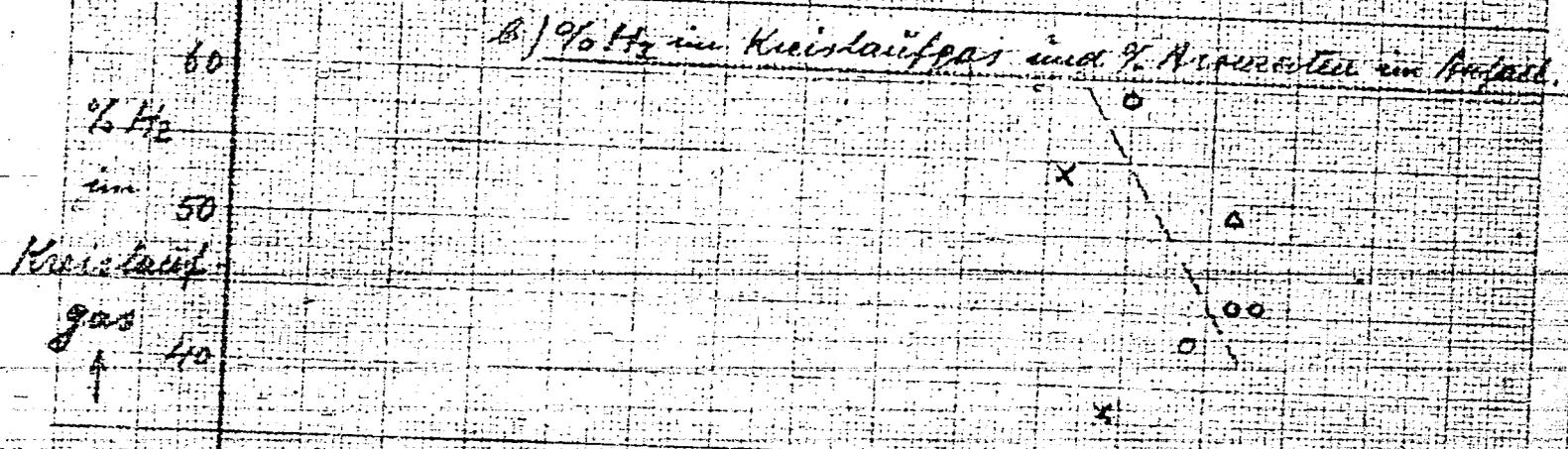
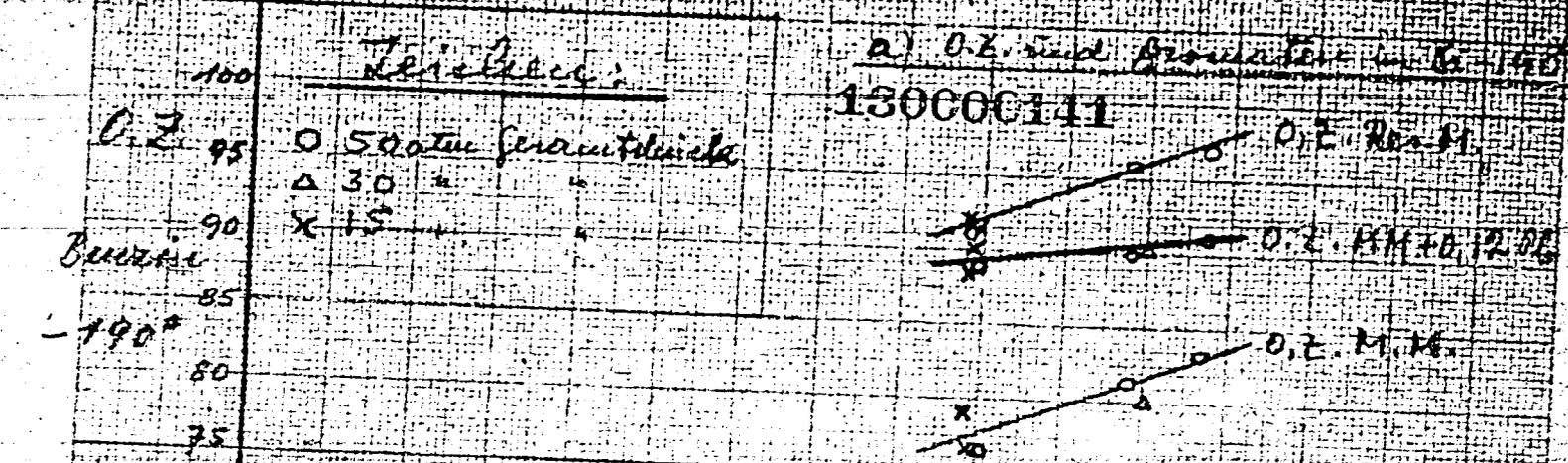
Der Bombentest war stets gut; auch mit 0,12 % Blei war der Bombentest des 50 atm Produktes gut, beim 15 atm Produkt liegt er nicht vor.

Der Wasserstoffgehalt des Kreislaufgases in Prozent (Abbildung 1b) sinkt mit zunehmendem Aromatengehalt des Anfallproduktes, ist aber anscheinend bei 50 und 15 atm nicht sehr verschieden. Das gesamte Abgas (inklusive Produktgas) ist aber bei 15 atm gemäss der höheren Koks menge reicher an elementarem Wasserstoff.

Die stärkere Spaltung bei höherem Druck ist aus der Abbildung 2a ersichtlich. Den Unterschied zeigt auch Abbildung 2b in Abhängigkeit vom Aromatengehalt. Danach ergibt sich für 65 % Aromaten folgende Neubildung in den einzelnen Fraktionen:

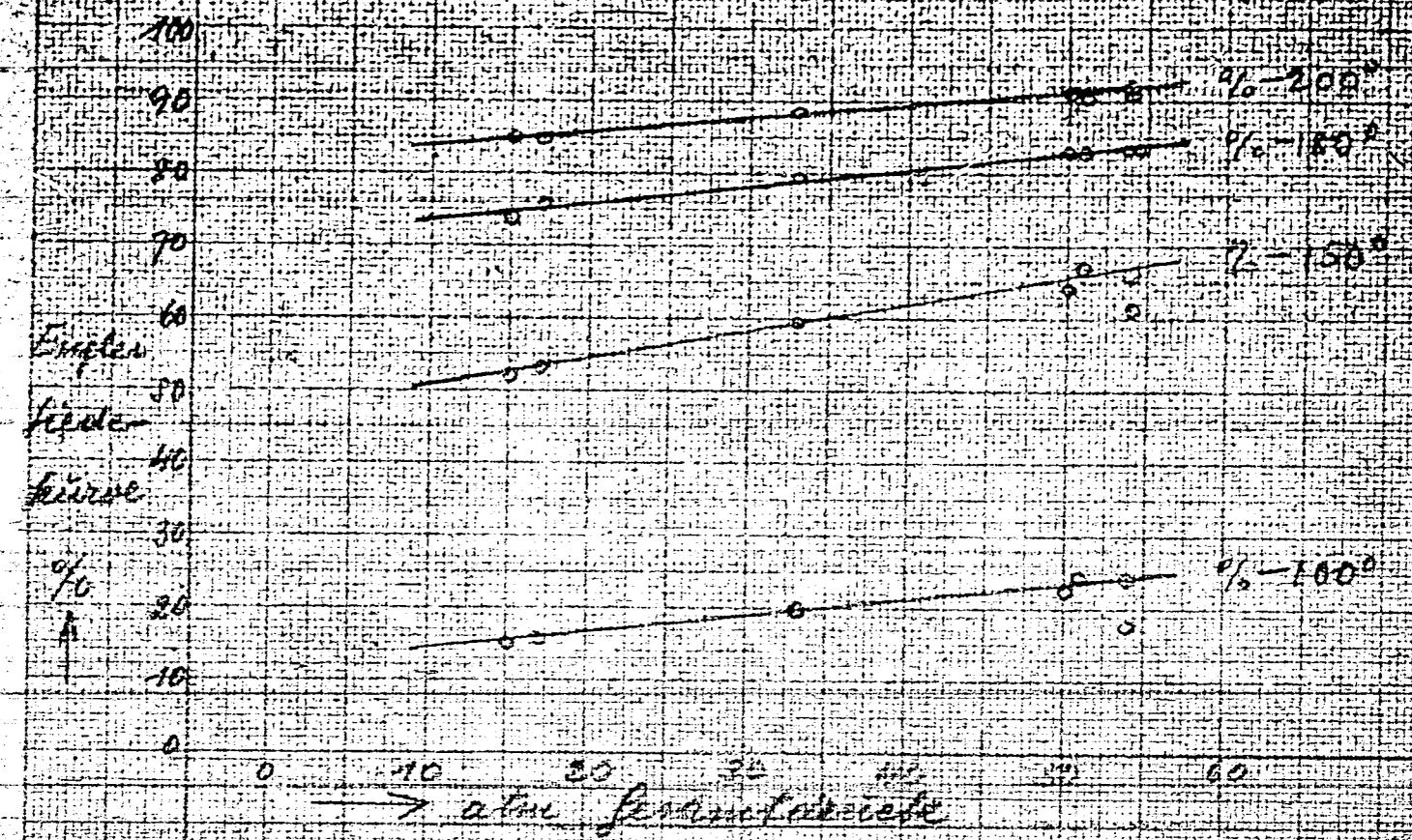
	Gesamtdruck atm	50	15	Differenz 50 - 15 atm
Ausgangsmaterial %:	Neubildung in % der ASTM-Siedekurve:			
0	% - 100°	+ 23	+ 17	+ 5
38	% - 150°	+ 27	+ 18	+ 9
75	% - 180°	+ 9	- 0	+ 9
93	% - 200°	- 1	- 9	+ 8

Aufgabengruppe 1  
 8439 - Chemie  
 (1925) 20. 200°

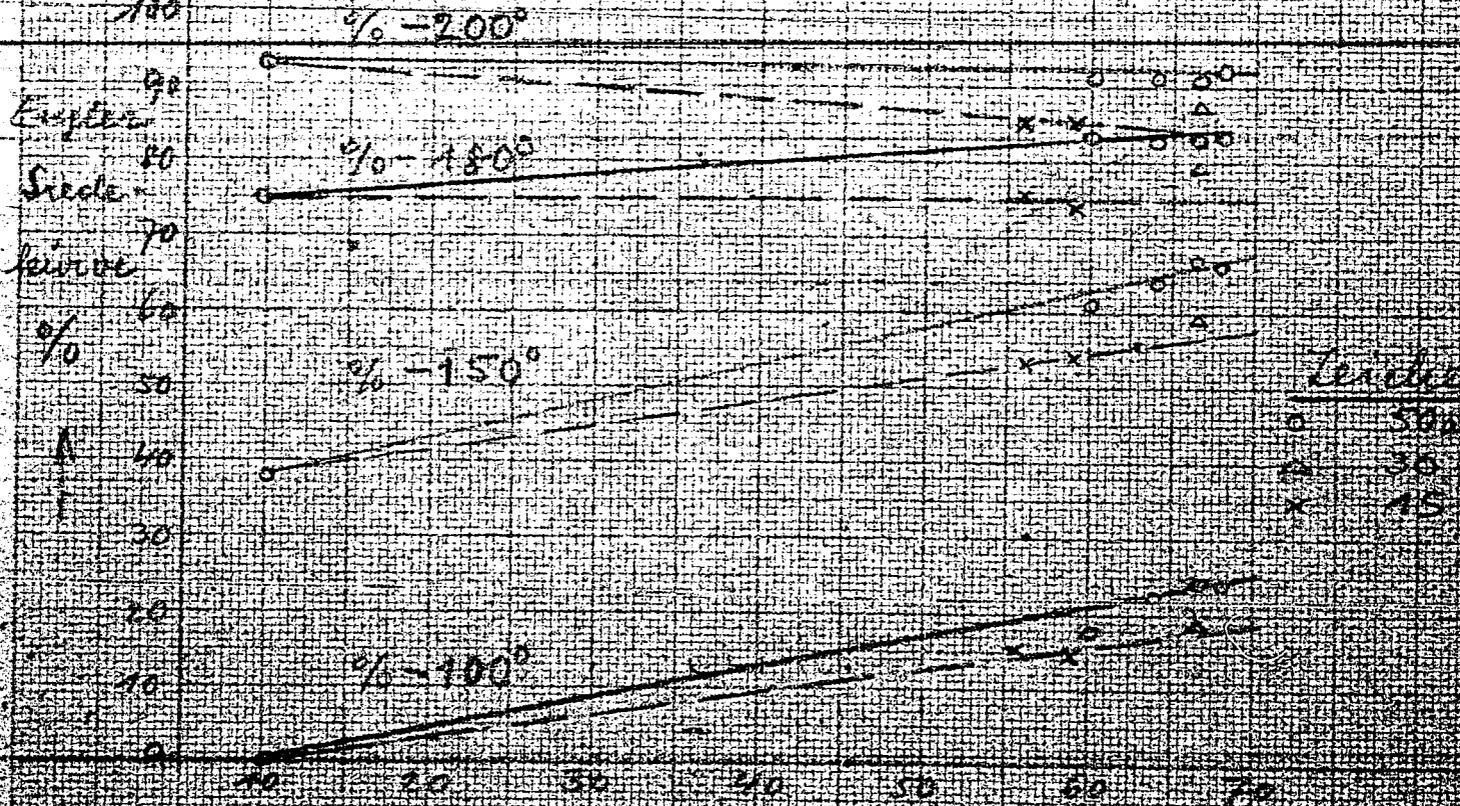


Polystyrol...  
 (PSE) 70... 100... 150...

a) Sedimentation und Formfaktor



b) Sedimentation und Formfaktor



Demnach kann bei 50 atm gegenüber 15 atm Druck ein Schwerbenzin verwendet werden, das 5 - 9 % mehr hochsiedende Anteile enthält, um ein DHD Benzin mit gleicher Siedekurve zu erhalten. Dieser Umstand verbilligt das Ausgangsmaterial einer 50 atm Anlage gegenüber einer 15 atm Anlage.

Die stärkere Spaltung bei 50 atm macht sich vgl. Anlage 2 und 3 anscheinend auch in einem vergleichsweise höheren Gehalt an niedrigen Aromaten (22,7 gegen 12,6 % Toluol im Extrakt) bemerkbar. Auch die bessere Oktanzahl des Restbenzins hat hier u.T. ihre Ursache, wenn auch infolge höheren Aromatengehaltes des 50 atm Produktes an sich schon die Spaltung stärker sein muss.

Einen Vergleich der Dehydrierung von 5058 mit 6434 Schwerbenzin Erweichung 90 - 200° auf ein Produkt mit 62 % Aromaten gibt folgende Tabelle:

Schwerbenzin	6434 Me	5058 Me
Ausgangsmaterial Anilinpunkt	48,5	41,8
Gesamtdruck	50	50
H <sub>2</sub> -Druck	25	25
Durchsatz	0,5	0,5
Cyklusdauer Std.	über 32 Std.	36
Ausbeute Gew. %		
-Produkt C <sub>4</sub> frei	79	84
- H <sub>2</sub>	0,5	0,5
C <sub>1</sub> -C <sub>4</sub>	20	15,1
Aoks <sup>4</sup>	0,5	0,4
Spez. Gew.	0,803	0,802
Ap.	-3	-7
%-100	22	27
-150	64	71
Ep.	230°	250°
-190° O.Z. Res.	(94)	(96)
M	(80)	(82)
M + 0,12 Pb	(90)	(91,5)

Gemäss dem höheren Anilinpunkt des 6434-Benzins ist die Ausbeute kleiner als beim 5058-Benzin.

Die Produkte der 15 atm-Versuche wurden bei 50 atm nachdehydriert und dann mit dem übrigen 50 atm-Produkt nach Vermischung mit Anteilen  $-90^{\circ}\text{C}$  im Verhältnis 4,5 : 1 stabilisiert und redestilliert. Die Untersuchung des Fertigproduktes enthält Anlage 4 und 4a. Die wichtigsten Daten (im Vergleich zu den aus 5058-Benzin Merseburg P 1424 erhaltenen) sind:

Produkt aus	6434 Benzin Merseburg	zum Vergleich 5058-Benzin Merseburg
Spez. Gewicht	0,784	0,793
Anilinpunkt $^{\circ}\text{C}$	+ 4	-3,8
Siedebeginn $^{\circ}\text{C}$	54	50
% $-100^{\circ}\text{C}$	40,5	42,5
-150	85,0	86
-170	97,0	95,5
Endpunkt $^{\circ}\text{C}/\%$	174/98,5	179/98
Paraffine %	32,0	23,5
Naphthene %	14,0	16,0
Aromaten %	53,0	58,0
Olefine %	1,0	2,5
Toluol %	gesch. 12,5	17
Oktanzen		
Res.-Meth.	92	93,8
Mot.-Meth.	79	81,0
M.M. + 0,12 Pb	91	91,8
Überladung	wie CV <sub>2</sub> b	etwas besser als CV <sub>2</sub> b
Verpichtung	gering bis mittel	Spuren
Jodzahl	2,7	1,3
O <sub>2</sub> -Bombentest ohne Pb	gut	gut
" " mit Pb	gut	0,8 atm Abf.
" " Gläsch. vor	3,5	3,0
" " " nach	15,5/8,5	43/19
Cu-Schale mit Pb	4,8	6,9
Restbenzin % $-100^{\circ}\text{C}$	74,0	76,0
Endpunkt	165	162
O.Z. Mot. Meth.	71,5	69

Das Produkt aus dem 6434 Benzin enthält etwas weniger Aromaten als das aus dem 5058 Benzin und ist demgemäss in der Überladeleistung etwas schlechter. Es ist nicht ganz klar, warum das 6434 Benzin trotz besserer Restbenzin-Oktananzahl nicht besser als CV<sub>2b</sub> ist. Für das mässige Verhalten im Verpichungsversuch fehlt eine Erklärung, zumal alle Tests (selbst der Bombentest mit Blei) erfüllt sind. Die Mischung mit dehydriertem 5058 Benzin im Anfallverhältnis zeigte nur Spuren im Verpichungsversuch.

Während bei dem aus 5058 Benzin erhaltenen Produkt der Bombentest mit Blei nicht völlig einwandfrei ist, war er bei der Mischung aus 5058 und 6434-Produkt im Anfallverhältnis 100 : 68 einwandfrei, die Glasschale war mit 5,9 mg sogar niedriger als bei jeder der beiden Komponenten.

*Donath*

Gemeinsam mit:

Dr. Oettinger  
Nonnenmacher  
Hirschberger  
Fürst  
Dehn

Anlage I

Datum 1940		Einspr. prod.		28/29.6.		30.6./1.7.		1/2.7.		2/3.7.		4.7.		6.7.		7.7.	
Vers.-Nr. Ofen 703		F 1425°		49 ab		501		510		526		541		550		551	
Gesamtheitr. St. mit Benzin		90-200°		492		28		29		30		31		32		33	
Zahl der Regenerationen				27													
Temp. °C	Eingang	6434 Bi		542		543		554		538		554		528		540	
" "	Mittel	aus K <sub>2</sub>		513		512		508		512		516		496		513	
" "	Raff. Ofen	514893		315		315		290		293		345		296		290	
Gesamt-Druck atm	H <sub>2</sub> -Druck atm			50		33		15		51		17		54		54	
Durchsatz kg/l u. Std.	cbm Gas/kg Einspritzung			21,5		17		6		23		9		32		25	
Cyklusdauer Std.				0,50		0,51		0,50		0,51		0,49		0,58		0,50	
				0,39		0,57		0,52		0,91		0,57		0,84		0,91	
				32,5		8,5		8,5		16,5		16		9,1		20	
Ausbeute Gew.-% für	Verlust = 0	100															
Produkt C <sub>4</sub> -frei	H <sub>2</sub>			77,2		79,7		80,3		77,9		81,4		81,5		74,5	
C <sub>1</sub> -C <sub>4</sub>	Koks			0,5		0,4		0,7		0,5		0,6		0,8		0,5	
Rohbilanz %				21,9		18,3		16,8		21,0		16,0		17,1		23,7	
				0,4		1,6		2,2		0,6		2,0		0,6		0,3	
				95,0		92,2		97,0		95,5		93,8		94,2		97,2	
Produkt Spez. Gew.				0,803		0,807		0,810		0,804		0,809		0,812		0,808	
A.P. °C				48,5		-8,7		-2,5		-7,4		-0,6		0,0		-9,9	
S.B. °C				100		40		35		32		35		38		36	
% - 100 °C						19,5		15		24,5		15,5		17,5		24	
% - 150 °C				38,0		59,5		52		67		53		61		66	
% - 180 °C				75,0		79,5		74		83		76		83		83	
% - 200 °C				93		93,5		85		90,5		85		91		92	
E.P. °C				214		257		253		234		253		230		240	
% Aromaten				10		66,3		59		66,4		56		60		68	
% - 150 °C						47		45		52		41		50		56	
% - 150-200 °C				92		38		77		96		70		80		95	
Fraktion																	
% - 200° im Anfall				84,9		83,9		78,6		78,6		83,1		86,5		85,9	
Spez. Gew.				0,784		0,785		0,786		0,786		0,786		0,780		0,786	
% - 100 °C				24,0		26,0		18,0		21		18,0		21		27	
% - 150 °C				74,5		75,5		70,0		72		69,0		72		78	
% - 180 °C				195		195		190		190		195		205		195	
E.P.				1,5		-3		+6		5,5		5,5		10		-4	
A.P. I.				60,5		61		58		57,5		57,5		62,5		62,5	
A.P. II				23,5		25,0		29,5		27,5		27,5		37		24	
% Paraffine				10,5		12		19,6		19,0		19,0		12		9,5	
% Naphthene				59,0		60		49,2		49,5		49,5		49,5		63,5	
% Aromaten				7,0?		3,0		1,7		4,0		4,0		1,5		3,0	
% Olefine																	
A.P. 80 - 100 °C				31,7		32,5		+30,5		+32,7		+32,7		38,5		31,0	
110 - 140 °C				-3,6		-8,5		+6,0		+2,7		+2,7		+12		-12,6	
150 - 180 °C				-27,6		-30,5		-14,2		-9,4		-9,4		-12		-35,0	
O.Z. Res.				96		--		92		91,5		91,5		91		97	
" Res + 0,12 Pb				--		--		--		--		--		--		--	
" M + 0,12 Pb				81,5		80		79		76,4		76,4		76,4		83	
Überladung				90,0		90,2		88,5		90,0		90,0		88,6		91	
Jodzahl				--		(4982)		(4983)		--		--		(9)		(18)	
Bombentest: Druckabfall				2,2		2,3		6,5		5,5		5,5		1,0		1,3	
Glasschale vor				0,4		0,1		0		0,4		0,4		0,9		0,5	
Glasschale nach				0,6		3,2		4,8		7,0		7,0		1,4		1,0	
cbm Überschussgas/t Einspritzung				130		94?		228		139		253		154		143	
Darin % H <sub>2</sub>				43		51,6		38,0		45,6		54,0		59,6		45,6	
cbm Prod. Gas/t Einspritzung				106		71		22		92		13		72		105	
kg gelöstes Gas/t Einspritzung				24		31		33		25		27		21		105	

130000446

130000117

## Anlage 2.

Ofen 703, 8.7.40 17<sup>h</sup> bis 9.7.40 8<sup>h</sup>, Benzin -190°, 50 atm.SO<sub>2</sub>-Extraktion

Produkt	Gesamt- produkt	Raffinat (Restben- zin)	Extrakt
Gewicht %		32,5	67,5
Spez. Gew./15°C	0,803	0,701	0,872
Anilinpunkt I °C	-9,8 x	+ 60,0	-55,4
" II "	+ 62,2	+ 62,5	
Jodzahl			
Dokortest	negativ	--	
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> -Test	2	--	
Cu-Streifen b. 100°C	gut.	--	
nSTM-Kurve	46°	42°	Podbielniak-Dest.
% -50°C	-	2,0	Vorlauf 1,2 %
-60	2,0	8,0	Benzol 4,0 %
-70	6,5	21,0	Zwfrakt. 2,9 %
-80	9,0	36,0	Toluol 22,7 %
-90	16,0	50,0	Zwfrakt. 3,0 %
-100	23,0	62,0	Xylol 23,7 %
-110	32,0	69,5	höh. Arom. 34,2
-120	42,0	76,0	Verlust 2,3
-130	52,8	81,0	
-140	63,0	85,5	
-150	75,5	89,0	
-160	87,0	93,0	
-170	92,5	-	
-180	95,5	-	
Endpunkt °C/%	150/97,8	170/97,0	
Rückstand %	1,2	1,0	
Verlust %	1,0	2,0	
Paraffine %	22,0	72,0	
Naphthene %	8,0	25,0	
Aromaten %	68,5	2,0	
Unges. KW %	1,5	1,0	
Klopffwerte			
Res. Meth.		62,2	
Mot. Meth.		64,0	

Anlage 3.

1300000113

Ofen 703, 4.7.40 10-17<sup>h</sup>, Benzin -190<sup>o</sup>, 15 atm.

SO<sub>2</sub>-Extraktion

Produkt	Gesamtprodukt	Raffinat (Restbenzin)	Extrakt
Gewicht %			
Spez. Gew./15 <sup>o</sup> C	0,797	0,729	0,878
Anilinpunkt I <sup>o</sup> C	+ 5,0	+ 58,0	-53,6 x
" II "	+ 59,0	+ 59,8	
Jodzahl	4,15		
Doktortest	negativ	-	
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> -Test	2	-	
Cu-Streifen b. 100 <sup>o</sup> C	gut	-	
ASTM-Kurve	35 <sup>o</sup>	43 <sup>o</sup>	Podbielniak-Dest.
% - 50 <sup>o</sup> C	1,5	1,0	
- 60	3,0	4,0	Vorlauf - %
- 70	5,5	9,0	Benzol 3,4 %
- 80	9,0	16,0	Zwfrakt. 2,6 %
- 90	12,5	25,0	Toluol 18,6 %
- 100	17,5	35,0	Zwfrakt. 2,4 %
- 110	25,0	45,0	Xylol 25,1 %
- 120	33,0	54,0	höh. Arom. 47,0 %
- 130	42,5	62,5	Verlust 0,9 %
- 140	52,0	69,0	
- 150	62,0	77,0	
- 160	72,5	84,0	
- 170	83,0	91,0	
- 180	89,0	95,5	
- 190	93,5	-	
Endpunkt <sup>o</sup> C/%	198/96,5	186/98,0	
Rückstand %	2,0	1,5	
Verlust	1,5	0,5	
Paraffine %	29,0	62,0	
Naphtene %	17,0	35,0	
Aromaten	51,5	1,0	
Unges. KW.	2,5	2,0	
Klopfwerte			
Res. Methode		61,8	
R.M.+ Pb		87,0	
Mot. Methode		60,0	
M.M.+ Pb		85,5	

Anlage 4.

130000119

Ofen 703, 12.7.40, P 1425 90-200° + P 1425 -90°  
 KW 592 308 6434 Abstr.Lie 4,5 : 1

SO<sub>2</sub>-Extraktion

Produkt	Gesamt- produkt	Raffinat (Restben- zin)	Raffinat >100°	Extrakt
Gewicht %		46,0	13,9	54,0
Spez.Gew./15°	0,784	0,702	0,744	0,871
Anilinpunkt I °C	+ 4,0	+ 58,0	+ 57,0	-55,2 x
" II "	+ 60,6	+ 60,6	+ 64,0	
Jodzähl	2,69	-	-	
Doktortest	negativ	-	-	
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> -Test	2 grün	-	-	
Cu-Streifen b.100°	gut	-	-	
Dampfdruck				
ASTM-Kurve	54°	50°	103°	
% - 60°C	1,0	4,0	-	
- 70	3,5	25,0	-	
- 80	14,0	46,0	-	
- 90	28,0	63,0	-	
-100	40,5	74,0	-	
-110	49,0	80,0	14,0	
-120	61,0	84,0	41,0	
-130	67,0	87,0	58,5	
-140	76,0	91,0	70,0	
-150	85,0	93,0	83,0	
-160	93,0	96,0	91,5	
-170	97,0	-	96,0	
Endpunkt °C/%	174/98,5	165/97,5	173/98,5	
Rückstand %	1,0	1,0	1,0	
Verlust %	0,5	1,5		
Paraffine %	32,0	67,0	74,5	
Naphthene	14,0	30,0	18,5	
Aromaten	53,0	2,0	6,0	
Unges.KW.	1,0	1,0	1,0	
Klopfwerte				
kes.Meth.	92,0	70	-	
R.M.+ Pb	103,0	-	-	
Mot.Meth.	79,0	71,5	48	
L.M.+ Pb	91,0	-	-	
Überladung	wie CV <sub>2</sub> b (4025 H)			
Cu-Schale mg	0,8			
O <sub>2</sub> -Bombentest	ohne Abf.			
Gümtest vor mg	1,3			
" nach "	1,5			
Verpichtung	gering bis mittel (4025 H)			

Ofen 703 v. 12.7.40 P 142590 200 dehydriert + p 1425 - 90° 4,5 : 1 6434 Abstreifer  
 Merseburg RW 592 308

Anilinprodukt - Fraktionen.

Frakt.	- 70	70/100	100/120	120/140	140/160	160/185	
Gew. %	21,0	25,7	11,3	15,9	15,1	11,0	
spez. Gew.	0,682/15	0,755/15	0,812/15	0,836/15	0,853/15	0,870/15	
Anilinp. I	+ 57,8	+ 24,4	- 9,4 ber.	- 24,2 ber.	- 33,5 ber.	- 35,2 ber.	
Anilinp. II	+ 58,0	+ 57,0	+ 60,0	+ 64,3	+ 67,2	+ 69,0	
Paraffine	60,0	39,5	27,0	13,0	4,5	1,0	32,0
Naphtene	40,0	29,5	11,0	3,0	0,4	--	14,0
Aromaten	--	31,0	66,0	84,0	95,0	99,0	53,0
Ges. Produkt							100000150
Paraffine	12,6	10,1	12,6	2,1	0,85	0,1	29,5
Naphtene	8,4	7,6	11,2	0,4	--	--	16,6
Aromaten	--	9,0	7,5	13,4	14,3	10,9	54,1

210008131

3046-14

30/4.02

HOCHDRUCKVERSUCHE

DO/Lu 558

28. August 1940.Ob.

X.  
160 Liter Reaktor

Experiments  
Report #5

~~Vorzimmer Dr. Dr. Piss~~

D - H - D - Versuche im 100 Ltr.-Ofen

5. Bericht

Verarbeitung von 5058-Benzin Me (P 1424)  
Versuche mit und ohne Raffinationsofen bei  
50 und 15 Atm. Gesamtdruck.

Zusammenfassung:

Die Fraktion 90-200° aus 5058 Abstreifer Me wurde bei 0,5 kg/Ltr.u.Std. Durchsatz mit K 7360 dehydriert. In Betriebsperioden bis zu 32 Stunden war der Katalysator bei 50 Atm. Druck noch nicht erschöpft. Es wurde mit und ohne nachgeschaltetem Raffinationsofen bei 50 und 15 Atm. Druck gearbeitet.

Der Raffinationsofen (25% des Gesamt-Katvolumens) bei etwa 300°C brachte bei 50 Atm. eine Erniedrigung der Jodzahl von etwa 5 auf 1,5 und eine Verbesserung der Glasschalen nach dem Bombentest von etwa 20 auf unter 5. Bei 15 Atm. blieb die Jodzahl mit etwa 5 fast unverändert, der Bombentest wurde verbessert, sodass er zwar keinen Druckabfall mehr zeigte, die Glasschale blieb aber mit 20 mg immer noch über den Anforderungen.

Der Vergleich von 50 und 15 Atm. gab für denselben Aromatengehalt gleiche Ausbeute an Produkt, das bei 50 Atm. kleinere Jodzahl, besseren Bombentest und mehr niedrigsiedende Anteile hatte. Bei 15 Atm. ist die Bildung von KW - Gasen kleiner, die von Koks und H<sub>2</sub> größer.

172621

Das aus dem 5058 - Produkt Me bei 50 Atm. erhaltene D-H-D - Benzin hatte zusammen mit den leichten Anteilen 58% Aromaten und etwa die gleiche O.Z. wie das aus Scholvenner 5058 / 6434 -Benzin erhaltene. Die Leistung im Überlademotor war etwas besser als CV2b, aber schlechter als bei dem dehydrierten Scholven-Benzin. Der Verpichungsversuch zeigte Spuren von Ansatz das Benzin wird also in der Praxis einwandfrei sein.

Einleitung:

Ein Kesselwagen (515 636) mit 5058 - Abstreifer Me wurde durch Destillation in folgende 3 Fraktionen zerlegt;

8,1 % bis 90°  
48,7 % 90- 200°  
43,2 % über 200°.

Die Untersuchungen der 3 Fraktionen enthält die folgende Tabelle:

Fraktion	- 90°	90 - 200°	über 200°
spez.Gew./20°	0,680	0,786	0,852
AP	50,0	41,8	56,0
Siedebeginn	38°	86°	214°
% - 70°	63		
-100°	94,5	4,5	
-150°		56,5	
-180°		83,5	
-200°			
-250°			52,0
-300°			95,0
Endpunkt	100°	204°	310°
Verlust	4,5	1,0	-

Die Fraktion 90 - 200° wurde im 100 Ltr.-Ofen dehydriert und das Anfallprodukt daraus im Anfallverhältnis mit den Anteilen - 90° gemischt, stabilisiert und redestilliert.

1100000000

Versuchsergebnisse:

a) eigentliche Dehydrierung.

Es wurden zwei Betriebsperioden<sup>1)</sup> ohne und vier mit nachgeschaltetem Raffinationsofen durchgeführt. Der Arbeitsdruck ~~war~~ war 50 bzw. bei je einer Betriebsperiode 15 Atm.

Der hinzugebaute Raffinationsofen hat  $\frac{1}{3}$  des Volumens des Dehydrierofens. Er ist über ein 5 m langes von außen gekühltes Rohr an diesen angeschlossen. Die Temperatur im Raffinations-Ofen wurde während der Betriebs-Perioden auf etwa 300° (290-340°) gehalten; zur Regeneration wurde die Kühlung abgestellt und der Raffinations-Ofen bei der üblichen Temperatur regeneriert.

Die Ergebnisse der Versuche enthält die Anlage 1, einige wichtige Werte sind in Abb. 1 aufgetragen.

Daraus ist zunächst zu ersehen, dass der Raffinations-Ofen bei 50 Atm. einen sehr guten Bombentest und eine Erniedrigung der Jodzahl von 4,4 auf 1,5 ohne sonstige Veränderung der Resultate (z.B. Aufhydrierung der Aromaten) zur Folge hatte. Bei 15 Atm. ist nur eine unwesentliche Verbesserung des Bombentestes und der Jodzahl erfolgt.

Ein direkter Vergleich der Werte bei 50 und 15 Atm. in Anlage 1 ist nicht möglich, da die 15 Atm. Produkte einen etwas niedrigeren Aromatengehalt hatten. Ein Vergleich ist über die Kurven der Abb. 1 möglich und in der folgenden Tabelle sind ausgeglichene Werte für ein Anfall-Produkt (incl. Raffinations-Ofen) mit 62% Aromaten aufgeführt:

1) Zwei weitere wurden wegen zu schlechter Bilanzen (hoher Verlust) nicht mit ausgewertet.

Gesamt-Druck Atm. H <sub>2</sub> -Druck "	50 25	15 10	Ausgangs- Material
Durchsatz kg/Ltr u.Std. cbm Gas/kg Einspritzg. Cyklusdauer Std.	0,5 0,85 36 <sup>1)</sup>	0,5 0,55 8	
Ausbeute Gew.% Produkt C <sub>4</sub> frei H <sub>2</sub> C <sub>1</sub> -C <sub>4</sub> Koks	84 0,5) 15,1) 15,6 0,4 <sup>2)</sup>	84 1,0) 13,4) 14,4 1,6	100
Produkt spez.Gew. A.P.	0,802 -7	0,814 -10	0,786 41,8
% - 100° % - 150° Endpunkt % Aromaten O.Z. Res. Motor Meth. " +0,12 Pb	27 71 250° 62 (96) (82) (91,5)	22 65 250° 62 (93) (80) (90)	4,5 56,5 204° 11,5
Jodzahl Bombentest Glasschale vor/nach	1,5 ohne Druckabfall 1/2	4,5 ohne Druckabfall 1/20	6,5

- 1) Der Kontakt war nach 32 Stunden noch nicht erschöpft, 36 Stunden sind nach Versuchen mit anderen Benzinen als vorsichtig zu bezeichnen.
- 2) Koksmenge nach den langen Cyklen eingesetzt, vergl. Anl. 1, Vers, vom 18/19. und 20/21.6.40.

Demnach sind bei gleichem Aromatengehalt die Ausbeuten an flüssigem Produkt bei 50 und 15 Atm. praktisch gleich. Bei 15 Atm. ist jedoch die Koks- und H<sub>2</sub>-Bildung <sup>1)</sup> deutlich größer und demgemäß die KW-Gas-Bildung kleiner. Wie erwartet, hat das 50 Atm.-Produkt mehr leichte Anteile (-100 und 150°) und ist besser raffiniert. Außerdem scheint die OZ etwas höher zu liegen. Angaben über das vergleichsweise Überlaufverhalten können noch nicht gemacht werden.

Eine genauere Untersuchung von einem 50 und 15 Atm.-Produkt enthält Anlage 2 und 3.

Je Tonne Einspritzprodukt fallen im Überschußgas bei 50 Atm. etwa 72 bzw. 55 und bei 15 Atm. etwa 135 bzw. 107 cbm H<sub>2</sub> ohne bzw. mit Raffinations-Ofen an. Die anfallenden C<sub>1</sub> - C<sub>4</sub> KW hatten nach Stock- und Podbielniak-Analysen folgende Zusammensetzung: (vergl. Anlage 4). Die Analysen stammen aus Betriebsperioden ohne Raffinationsofen.

Gesamtdruck Atm.	50		15	
		davon ungesättigt		davon ungesättigt
% C als C <sub>1</sub>	19,5	<1%	19,7	<1%
C <sub>2</sub>	26,2	ca.1%	24,9	ca.1%
C <sub>3</sub>	29,5	2,1%	28,9	1,2%
C <sub>4</sub>	24,8		30,5	
Vom Gesamtbutan % Isobutan		36		32

1) Nimmt man an, dass dies auf eine Hydrierung von Koks mit H<sub>2</sub> unter CH<sub>4</sub>-Bildung bei 50 Atm. zurückzuführen ist, so entsprechen 1,1 Teile Koks (weniger bei 50 gegen 15 Atm.) einem H<sub>2</sub>-Verbrauch von 0,37 Teilen, während 0,5 Teile H<sub>2</sub> bei 50 Atm. weniger anfallen; die Übereinstimmung ist also recht gut.

b). Stabilisation und Redestillation.

Das bei 50 Atm. Gesamtdruck erhaltene Ofenprodukt<sup>1)</sup> wurde im Verhältnis 6 : 1 mit Anteilen - 90° gemischt, stabilisiert und redestilliert. Die Bilanz der Stabilisierung und Redestillation ist wie folgt:

Gew. % Gase einschl. C <sub>4</sub>	11	2)
" Benzin	87	
" Rückstand	2	

Eine genaue Untersuchung des gesamten Benzins enthält Anlage 5 und 5a. Die hauptsächlichsten Analysendaten sind in folgender Tabelle wiederholt, zum Vergleich sind die mit Scholvaner 5058/6434 Benzin (vergl. Bericht vom 12.6.40 Nr. 16 763i) erhaltenen angegeben.

- 1) Das aus Betriebs-Perioden ohne Raffinations-Ofen stammende Produkt wurde bei 300° nachraffiniert.
- 2) Bereits in der Ofenbilanz abgesetzt, bzw. aus den Anteilen - 90° stammend.

Produkt aus:	5058 -Vorhydrierungs- Benzin Me (mit Raff. Ofen)	5058/6434- Benzin Scholven (ohne Raff. Ofen)
spez. Gewicht	0,793	0,794
AP.	-3,8	-4,5
Siedebeginn	50°	47°
% - 100°	42,5	41
- 150°	86,0	85
- 170°	95,5	92,5
Endpunkt	179/ 98,0	197/ 98,5
% Paraffine	23,5	23,5
% Naphtene	16,0	14,0
% Aromaten	58,0	60,0
% Olefine	2,5	2,5
% Toluol	17	13
O.Z. Mot.Meth.	81,0	83,5
" " + 0,12 Pb	91,8	92,0
Überladung	etwas besser als CV2b (nach Techn.Prüfst. Op)	etwas besser als VT 700 (nach DVL u. Techn. Prüfst. Op)
Restbenzin		
% - 100°	75,0	82,5
Endpunkt	162°	158°
AP	56,0	57,5
O.Z. Mot.Meth.	69	74,5
Dampfdruck (Reid 38°)	-	0,377
Jodzahl	1,3	-
O2-Bombentest	ohne Abfall	ohne Abfall
Glasschale vor/nach	0,8/1,4	1,4/23

Das Benzin ist in der Leistung im Überladelade-Motor zwar besser als CV<sub>2</sub>B, erreicht aber, wohl infolge der etwas niedrigeren Restbenzin-O.Z., nicht das VT 706 bzw. das DHD-Benzin aus Steinkohle. Der Verpichungsversuch zeigte nur Spuren von Ansatz das Benzin wird sich also in dieser Hinsicht in der Praxis einwandfrei verhalten.

Der Destillations-Rückstand hatte folgende Eigenschaften:

Zum Vergleich 5058/6434-Benzin Scholven als Ausgangsmaterial.

spez. Gewicht/20°	0,960	0,977
AP	-45	-47
Siedebeginn	135°	136°
- 200°	18	3,0
- 225°	35	56,5
- 250°	95	85,0
- 275°	97	93,0
Endpunkt	299°	350°

gemeinsam mit: Dr. Hirschberger  
Meier  
Fürst  
Dehn

*Do.*

Anlagen:

6 Tabellen  
1 Kurve

*ser. No  
704*







0 f e n 703

Datum 1940	Einspritz-Produkt P 1424	3.6. 30 Ges.	4.6. 31 Ges.	17.6. 40 Ges.	18./19.6. 41 ab	20./21.6. 42 ab	22.6. 43 Ges.
Versuch Nr.	KW 592 308	270	278	348	376	408	415
Gesamt-Betr. Stunden mit Benzin		8	9	18	19	20	21
Zahl der Regenerationen							
Temp. °C Eingang	5058-Schwer-Benzin	530	534	540	538	542	545
Mittel	aus Me	500	508	520	516	514	495
Raff. Ofen Me		-	-	308	324	289	289
Gesamt-Druck Atm.	90 - 200°	15	49	49	49	49	17
H <sub>2</sub> - " "		10	26	24	24	25	12
Durchsatz kg/Ltr. u. Std.		0,51	0,50	0,52	0,51	0,50	0,50
cbm Gas/ kg Einspritzung		0,57	0,63	0,84	0,86	0,91	0,52
Cyklus-Dauer Std.		8	8	8	28	32	7
Ausbeute Gew. %							
Produkt C <sub>4</sub> - frei	100	80,9 85,5	75,3 79,3	81,6 78,9	75,9 78,4	77,9 81,9	80,3 87,0
H <sub>2</sub>		1,1 1,2	0,7 0,7	0,5 0,5	0,4 0,4	0,4 0,4	0,9 1,0
C <sub>1</sub> - C <sub>4</sub>		11,3 12,0	18,3 19,2	20,5 19,8	20,1 20,8	16,6 17,4	9,5 10,3
Koks		1,2 1,3	0,8 0,8	0,9 0,9	0,4 0,4	0,3 0,3	1,5 1,7
Verlust		5,5 ≡ 0	4,9 ≡ 0	-3,5 ≡ 0	3,2 ≡ 0	4,8 ≡ 0	7,8 ≡ 0
Produkt: spez. Gew.	0,786	0,812	0,814	0,806	0,805	0,802	0,802
AP	41,8	-8,1	-16,9	-11,0	-11,3	-7,2	-3
Siedebeginn	86°	40°	41°	37°	42°	43°	49°
% - 100°	4,5	22	25,0	29,5	27,5	26,5	20,5
% - 150°	56,5	63,5	68,5	72,0	70,5	70,0	65,0
% - 180°	83,5	81,5	82,0	83,0	84,5	82,0	83,0
Endpunkt	204/ 98%	240/	262/97,5	245/98	245/	250/	250/
% Aromaten	11,5	60	72,6	67,5	72,5	63	54
" -150°		50	65	56	62	57	42
Frakt. -200° 150-200°		85	>90	>90	>90	>90	72
OZ Res.		86,5(?)	96	96,5	96,8	97,5	90,2
" +0,12 Pb							
Mot. M.		72,5(?)	82,5	83,8	84,0	84,2	77,5
" +0,12 Pb		82,5(?)	93,0	92,0	91,5	91,5	88,5
Überladung		wie CV <sub>2b</sub> (4848)	wie VT 706(4847)				
Jodzahl	6,5	5,3	4,4	1,28	1,5	1,7	4,5
Bombentest: Druckabfall		ja (1/2 Atm)	ohne	ohne	ohne	ohne	ohne
Glasschale vor/nach		1,0/ x	1,0/15	1,0/1,5	1,3/7,0	0,2/2,0	0,8/20,0
cbm Überschußgas/t Einspr.		201	162	122	107	105	155
darin % H <sub>2</sub>		67,4	53,6	48,4	48,3	51	70
cbm Produkt-Gas /t Einspr.		19	76	100	95	78	15
kg gelöstes Gas /t "		26	23	29	28	31	24

110000231

O f e n 703

20./21.6.40

50 Atm.

17 - 7 h

Gesamt-Anfall

spez.Gew. 0,800/20°

Kolonnen-Zerlegung

Gas + Verlust	0,3 %
Benzin - 200°	91,3 %
Rückstd. > 200°	8,4 %

Benzin:

spez.Gew. 0,794/20°

AP I -5,6 x

II +60,2

Dampfdruck 38°

Jodzahl 1,7

Doktor-Test negativ

Schwefels. 2

Cu-str. b.100° gut

O<sub>2</sub> Bombentest gut

Glasschale vor 0,2 mg

nach 2,0 "

O.Z. Res. 97,5

" M.M. 84,2

" " +0,12%

Pb 91,5

% Paraffine 23,0

% Naphtene 11,0

% Aromaten 62,0

% Ungesättigte 4,0

Siedekurve:

Beginn	40°	% - 150°	81,0
% - 50°	2,0	- 160°	37,0
- 60°	4,5	- 170°	90,0
- 70°	8,0	- 180°	93,0
- 80°	14,5	- 190°	95,0
- 90°	23,5	- 200°	97,5 Ep.
-100°	34,5	% Rückstd.	1,5
-110°	45,5	% Verlust	1,0
-120°	55,0		
-130°	65,0		
-140°	74,5		

Fraktion 80-100°

spez.Gew. 0,744

AP +16,0

Fraktion 110-140°

spez.Gew. 0,825

AP -25,8 x

140000162

Anlage 3

Ofen 703

22.6.40

15 Atm.

15 - 22h

Gesamt-Anfall spez.Gew. 0,802/20°

Kolonnen-Zerlegung

Gas + Verlust	0,2 %
Benzin - 200°	91,0
Rückst, > 200°	8,8

Benzin:	spez. Gewicht	0,790/20°
	API	+0,5
	APII	+57,3
	Dampfdruck	38°
	Jodzahl	4,5
	Doktor-Test	negativ
	Schwefels. #	b.w. 2
	Cu-Str.b/100°	gut
	O <sub>2</sub> -Bombentest	gut 0,6/20,0
	Glasschale vor	0,5 mg
	nach	20,0 "

C.Z. Res.	90,2
" M.M.	77,5
" " +0,12%	
Pb	88,5

% Paraffine	24,5
% Naphtene	18,0
% Aromaten	54,0
% Ungesättigte	3,5

Siedekurve:

Beginn:	46°		
% - 50°	1,0	% - 150°	69,0
- 60°	2,5	% - 160°	77,0
- 70°	5,0	% - 170°	83,5
- 80°	9,5	% - 180°	89,0
- 90°	18,5	% - 190°	93,0
- 100°	28,0	% - 200°	97,0
- 110°	37,5	Endpunkt	207°/98,0
- 120°	47,0	Rückstd.	1,0
- 130°	56,0	Verlust	1,0
- 140°	63,0		

Fraktion 80 - 100°	spez.Gew. 0,732/20°
	AP +28,0
" 110 - 140°	spez.Gew. 0,800/20°
	AP - 4,0
" 50 - 180°	spez.Gew. 0,850/20°
	AP -22,4

110000433

## Anlage 4

D a t u m	1.6.b 40		3.6.b 40	
	50 Atm.		15 Atm.	
Gesamtdruck	Entspan- nungs-Gas	Produkt- Gas	Entspan- nungs-Gas	Produkt- Gas
CO <sub>2</sub>	0,00	0,00	0,00	0,00
H <sub>2</sub> S	0,00	0,00	0,00	0,00
H <sub>2</sub>	47,15	3,40	67,00	4,10
N <sub>2</sub>	1,25	1,85	0,00	0,60
C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>	0,05	0,05	Spuren	0,10
C <sub>3</sub> H <sub>6</sub>	0,05	0,20	"	0,30
C <sub>4</sub> H <sub>8</sub>	0,05	0,30	0,10	0,35
C <sub>5</sub> H <sub>10</sub>	Spuren	0,30	Spuren	0,30
höh.unges.KW)	"	0,00	"	0,10
CH <sub>4</sub>	35,60	16,00	15,45	6,60
C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>	10,55	31,70	9,70	30,35
C <sub>3</sub> H <sub>8</sub>	4,15	24,50	4,90	29,40
C <sub>4</sub> H <sub>10</sub>	0,90	15,80	1,85	20,10
C <sub>5</sub> H <sub>12</sub>	0,15	5,90	0,65	6,65
höh.ges.KW	0,10	0,00	0,35	0,90
Podbielniak- Analyse				
% Iso C <sub>4</sub> im C <sub>4</sub>	-	39,0	32,5	35,8
Im Produkt gelöstes Gas	12,10 g C <sub>3</sub> /kg 17,45 g C <sub>4</sub> /kg, davon 27% Iso		8,65 g C <sub>3</sub> /kg 22,40 g C <sub>4</sub> /kg, davon 30,5% Iso	

## Anlage 5a

O f e n - 703

110000434

P 1424 90 - 200° dehydriert + P 1424 - 90° 6 ; 1  
5058 Abstr. Me KW 530 220

## Anilinpunkt-Fractionen.

Fraktion	- 75	75-100	100-120	120-140	140-160	160-180	180-200	Ges. Prod.
Gew. %	19,4	21,5	19,0	16,2	14,1	6,1	3,2	
spez. Gew. bei 15°C	0,692	0,758	0,815	0,844	0,858	0,878	0,900	
P I	+47,0	+18,6	-13,6 ber.	-31,9 ber.	-38,2	-40,6	-43,8	
II	+56,0	+54,4	+57,6	+59,2	-	-	-	
Paraffine	49,5	32,0	19,5	9,0	-	-	-	23,5
Naphtene	42,0	34,0	13,0	4,0	-	-	-	16,0
Aromaten	8,5	34,0	67,5	87,0	ca.100	ca.100	ca.100	58,0
Gesamt Produkt:								
Paraffine	9,7	6,9	3,7	1,5	-	-	-	21,8
Naphtene	8,1	7,3	2,5	0,7	-	-	-	18,6
Aromaten	1,6	7,3	12,8	14,0	14,1	6,1	3,2	59,1

Produkt: P 1424 90 - 200° dehydr. + 1424 - 90° 6 : 1  
KW 530 220

Produkt	Gesamt-Produkt	Raffinat (Restbenzin)	Restbenzin > 100°	Extrakt
Gew. %	100	41,8	11,2	58,2
spez. Gew. /15°	0,793	0,701	0,744	0,874
AP I	-3,8 x	+56,0	+55,0	
II	+57,5	+57,8	+62,5	
Jodzahl	1,28	-	-	
Dokortest	negativ	-	-	
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> -Test	2	-	-	
<b>ASTM-Kurve</b>				<b>Podbielniak-Dest.</b>
Beginn	50°	43°	103°	Vorlauf - %
- 60°	1,0	10,0	-	Benzol 11,8 %
- 70°	4,0	32,5	-	Zwfrakt. 3,4 %
- 80°	15,5	53,0	-	Toluol 29,2 %
- 90°	29,5	70,0	-	Zwfrakt. 4,0 %
- 100°	42,5	76,0	-	Xylol 26,8 %
- 110°	52,0	82,0	13,0	höh. Arom. 22,3 %
- 120°	61,5	86,5	46,0	Verlust 2,5 %
- 130°	70,0	89,0	62,0	
- 140°	78,0	92,0	74,5	
- 150°	86,0	94,0	89,0	
- 160°	92,0	96,0	91,0	
- 170°	95,5	-	96,0	
Endpunkt	179/ 98,0	162/ 97,0	177/ 98,0	
Rückstand	1,0	1,0	2,0	
Verlust	1,0	2,0	-	
Paraffine	23,5	57,0	66,0	
Naphtene	16,0	40,0	25,0	
Aromaten	58,0	1,0	7,0	
Unges. KW	2,5	2,0	2,0	
Überladung	etwas besser als CV <sub>25</sub> (4020 H)			
Verpichtung	Spuren			
OZ Res.	93,8	-	-	
" + Pb	103,5	-	-	
Met. Meth.	81,0	69	46	
" + 0,12% Pb	91,8	88	-	
Cu-Schale	0,0 mg			
O <sub>2</sub> -Bombentest	ohne Abfall			
Gumtest vor	0,8 mg			
nach	1,4 mg			

150000166

3046-15

30/4.02

Patent Applications -  
Organic Chemicals

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELL.

THK  
W. Kugel  
J. 7. 6. 32 Wa/ba  
Unser Zeichen: O. Z. 14 60  
Ludwigshafen a. Rh., den 2

Schaumbekämpfungsmittel.

Es wurde gefunden, dass die durch katalytische von Kohlenoxyd und Wasserstoff an Olefine und anschließende Hydrierung erhaltenen sauerstoffhaltigen Erzeugnisse hervorragende Schaumbekämpfungsmittel sind.

Die neuen Mittel eignen sich zur Bekämpfung der Schäume sowohl in heisser als auch in kalter Flüssigkeit. Man kann sie beispielsweise beim Eindampfen von Zuckerslösungen oder beim Auswaschen von Gasen mit Wasser oder z.B. alkalischen Lösungen, die durch Erhitzen wiederbevorzugen werden. Sie verhindern dabei das bei starker Belastung von Vorrichtungen oder bei einem Gehalt an schaumbildenden Gasen auftretende Schäumen der Waschlösungen. Sie können ferner angewandt werden zur Verhinderung des Schäumens von Diazomischungen, bei der Verarbeitung von Gummilatex, bei der Herstellung von Entwicklern für photographische Platten, beim Bereiten von Asphalt emulsionen, von Metallreinigungsmitteln oder Insektenbekämpfungsmitteln nach dem Sprühverfahren, bei analytischen Arbeiten, z.B. bei der Untersuchung von Fruchtsäften, Milchpulvern u.dgl.

Die neuen Schaumbekämpfungsmittel haben eine ausgezeichnete Wirkung, die auch in Fällen eintritt, in denen andere Mittel nicht oder nur in grossen Mengen angewandt zum Erfolg kommen. Der weitere Vorteil der neuen Mittel besteht darin, dass sie ein verhältnismässig hohes Molekulargewicht noch flüssig sind und nicht zur Abscheidung von festen Stoffen und damit zu Verstopfungen Anlass geben.

Man kann die sauerstoffhaltigen Syntheserzeugnisse zur Abtrennung der noch darin enthaltenen Kohlenwasserstoffe oder einzelne, beliebig auswählbare, dem jeweiligen Zweck dienliche Fraktionen davon verwenden. Besonders vorteilhaft ist es, wenn die Kohlenwasserstoffe enthaltenden rohen Syntheserzeugnisse

oder Fraktionen davon für die Schaumbekämpfung heranzuziehen. Dies ist deshalb technisch sehr günstig, weil man so für die Synthese keine reinen Olefine braucht, sondern Gemische von Olefinen mit gesättigten Kohlenwasserstoffen anwenden kann. Besonders bemerkenswert ist, dass die schaubekämpfende Wirkung dieser Mischungen nicht von dem Gehalt der Erzeugnisse an sauerstoffhaltigen Verbindungen allein bestimmt ist, sondern dass die in den Gemischen enthaltenen gesättigten Kohlenwasserstoffe die schaubekämpfende Wirkung der sauerstoffhaltigen Anteile unterstützen.

Als Ausgangsgut für die Synthese kann man Olefine verschiedenartigen Herkommens verwenden, z.B. die durch Spalten von natürlichen oder künstlich erzeugten Kohlenwasserstoffen erzeugten, ferner solche, die durch katalytische Reduktion von Kohlenoxyd mit Wasserstoff über Katalysatoren der Eisengruppe, besonders Kobalt oder Eisen, erhalten werden. Auch Olefine, die beim destillierenden Erhitzen bitumenhaltiger Stoffe, wie Ölschiefer, Stein- und Braunkohle, erzeugt werden, können hierfür dienen, ferner durch Hydrierung von kohlenstoffhaltigem Gut gewonnene olefinhaltige Gemische, und zwar unmittelbar oder nach einer Wärmespaltung. Ebenso kann man kurzkettige Olefine von beliebiger Herkunft zunächst zu höheren Olefinen polymerisieren und die daraus hergestellten Syntheserzeugnisse verwenden.

Die Anlagerung von Kohlenoxyd und Wasserstoff an die Olefine in Anwesenheit der Katalysatoren geschieht vorteilhaft unter erhöhtem Druck, besonders bei Drücken über 100 Atm., z.B. 150 oder 200 Atm. Zweckmässig verwendet man kobalthaltige Katalysatoren. Die Katalysatoren können Aktivatoren enthalten und für sich allein oder im Gemisch mit anderen Stoffen, besonders Trägerstoffen, angewendet werden.

Die Hydrierung der so zunächst erhaltenen Syntheserzeugnisse kann bei gewöhnlichem oder erhöhtem Druck vorgenommen werden. Zweckmässig verwendet man hohen Druck, z.B. 100 bis 150 oder 200 Atm. und mehr. Dabei können die Katalysatoren benutzt werden, die bereits zur Anlagerung von Kohlenoxyd und Wasserstoff gedient haben, oder auch andere. Man kann auch zuerst mit den bei der Kohlenoxyd-Wasserstoff-Anlagerung benutzten Katalysatoren hydrieren, den Katalysator abtrennen und anschliessend in Gegenwart anderer Katalysatoren,

z.B. schwefelfester, weiter hydrieren. Dies ist vor allem dann angezeigt, wenn das Rohgut Schwefel oder andere die Hydrierwirkung der Katalysatoren beeinträchtigende Stoffe enthält.

Die beiden Schritte, Anlagerung und Hydrierung, können in einer oder mehreren Stufen und in einem oder mehreren Gefässen vorgenommen werden.

Ein grosser Vorteil liegt darin, dass man die neuen Schaummittel in jeder Kettenlänge herstellen kann und es so in der Hand hat, je nach der Kettenlänge des Ausgangsolefins niedriger oder höher molekulare sauerstoffhaltige Erzeugnisse herzustellen. Auf diese Weise kann man die Alkohole den Anforderungen, die an die Schaumbekämpfung im einzelnen Fall gestellt werden, genau anpassen. So wird man beispielsweise für Flüssigkeiten, die kalt bleiben, leichter flüchtige Anteile, z.B. solche mit einem Siedepunkt zwischen 140 und 200°, anwenden. Geht ein Gas durch die Flüssigkeit oder besteht die Gefahr, dass sich das Mittel durch Erhitzen verflüchtigt, so nimmt man vorteilhaft höhersiedende, z.B. über 200 oder 300° siedende Anteile. Bei der Anwendung hochsiedender Anteile oder von Gemischen solcher miteinander oder mit Kohlenwasserstoffen tritt die günstige Wirkung ein, dass die Mittel nicht fest werden und deshalb zu keinerlei Störungen Anlass geben.

Im allgemeinen wendet man die schaubekämpfenden Stoffe bei wässrigen Flüssigkeiten an; man kann aber auch wasserfreie Flüssigkeiten in vielen Fällen an übermässigem Schäumen verhindern.

Die Entschäumungsmittel wirken bereits in geringer Menge, so dass man meistens weniger als 1 % anzuwenden braucht. In besonders hartnäckigen Fällen jedoch kann man auch mehr, z.B. 2, 3, 5 und mehr Prozent, anwenden. Es ist darauf zu achten, dass man die Mittel dort zusetzt, wo sie mit Sicherheit in der nötigen Verteilung wirken. Bei im Kreislauf geführten Flüssigkeiten, z.B. in Gaswaschanlagen, ist es deshalb angezeigt, den Zusatz vor einer Pumpe einzufüllen, so dass er durch die Pumpe in der Flüssigkeit fein verteilt wird. In anderen Fällen ist es günstig, den Zusatz vorher in der eigentlichen Betriebsflüssigkeit fein zu verteilen, z.B. durch Schütteln, Rühren usw. Oft erzielt man eine ganz besonders gute Wirkung, wenn man die Alkohole mit Dispergier- oder Emulgiermitteln gemeinsam verarbeitet und dann erst der Betriebsflüssigkeit zusetzt. Als Emulgiermittel verwendet man dabei mit Vorteil die aus den

sauerstoffhaltigen Erzeugnissen durch Behandeln mit Alkylenoxyden erhältlichen oberflächenwirksamen Stoffe.

Die schaubekämpfenden Mittel können auch fortlaufend zugegeben werden. Wenn es sich beispielsweise um einen dauernden Verbrauch handelt, so kann man aus einem besonderen Behälter fortwährend eine gewisse Menge des Mittels zufließen lassen oder durch eine Pumpe einbringen.

#### Beispiel 1.

Ein 30 % Olefine neben gesättigten Kohlenwasserstoffen enthaltendes Öl, das durch Spalten von Kohlenwasserstoffen aus der Kohlenoxydhydrierung erhalten ist und zwischen 75 und 90° siedet, wird mit 3 % eines feinverteilten Katalysators versetzt, der 30 % Kobalt enthält. Dann lässt man bei 200 Atm. und 130° ein Kohlenoxyd-Wasserstoff-Gemisch einwirken, bis die Anlagerung beendet ist, und erhitzt anschliessend unter Einwirkung von Wasserstoff bei 200 Atm. auf 180°. Dann filtriert man den Katalysator ab, erhitzt das Gemisch auf 170° und trennt die aus dem Ausgangsgut stammenden gesättigten Kohlenwasserstoffe ab. Die Fraktion von 175 bis 195° wird als schaubekämpfendes Mittel bei Gärvorgängen verwendet (vgl. z.B. die Patentschrift 602 087).

#### Beispiel 2.

Ein zwischen 175 und 250° siedendes Gemisch von Crackolefinen wird auf die in Beispiel 1 beschriebene Weise mit Kohlenoxyd und Wasserstoff behandelt und anschliessend hydriert. Das entstehende Gemisch wird mit Borsäure zur Veresterung der hydroxylgruppenhaltigen Anteile behandelt. Nach dem Abdestillieren der aus dem Ausgangsgut stammenden flüchtigen gesättigten Kohlenwasserstoffe wird der zwischen 255 und 305° siedende Anteil des Gemischs überdestilliert. Die daraus nach der Verseifung erhaltene Mischung ist ein gutes Schaumbekämpfungsmittel bei der Herstellung von Klebstofflösungen. Man verwendet sie zweckmässig wie folgt: 10 % des Gemischs werden mit 10 Mol Äthylenoxyd (berechnet auf 1 Mol vorhandener hydroxylgruppenhaltiger Anteile) behandelt. Nach Zugabe von 300 % Wasser wird der Rest des Syntheserzeugnisses mit Hilfe des so hergestellten Anlagerungserzeugnisses emulgiert. Von diesem Gemisch genügen 0,8 %, um eine stark schäumende 8 %ige Knochenleimlösung zu entschäumen.

54/5  
8/12/42  
12.6.42

Handwritten signature or initials.

Beispiel 3.

Wie in Beispiel 1 beschrieben, wird an ein zwischen 200 und 300° siedendes Krackolefingemisch mit durchschnittlich 40 % Olefin-gehalt Kohlenoxyd und Wasserstoff angelagert und anschliessend hydriert. Nach dem Filtrieren wird die klare Flüssigkeit zur Schaumbekämpfung bei der Herstellung einer stark schäumenden Küpenfarbstoffpaste verwendet. Setzt man 0,2 % des Mittels zu, so hört das Schäumen auf, und die Paste ist gut zu verarbeiten.

Patentanspruch.

Die Verwendung der durch Anlagerung von Kohlenoxyd und Wasserstoff an Olefine und anschliessende Hydrierung erhaltenen sauerstoffhaltigen Syntheserzeugnisse zur Schaumbekämpfung.

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

1. März 1944

Dr. Dörr  
Dr. Höroldt 27. 3. 44  
Dr. Steudemann

150000172

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

*Neue Anmeldung*

*3046-19*  
*30/402*

*I 76883 IVd/120*

Unser Zeichen: O.Z. 14606.

Ludwigshafen/Rh., 22. Februar 1944  
St/Sp.

Dr. Meyer  
Dr. v. d. Horst  
Dr. Dierichs  
Dr. Essig  
Dr. Andrats  
Dr. Falkenberg  
Dr. Offe

*Erfinder:*

*Dr. Luccykall  
Dr. Steudemann*

*28. 3. 44*

Verfahren zur Herstellung von höhermolekularen  
schwefelhaltigen Verbindungen.

*Dr. Luccykall*

*Ku*

*24.3.44*

Es ist bekannt, dass sich Mercaptane in Gegenwart von Katalysatoren an Verbindungen mit olefinischer Doppelbindung, insbesondere, wenn diese durch benachbarte Gruppen aktiviert sind, anlagern. Ferner ist bekannt, dass sich in Diolefinen nur eine Doppelbindung mit Mercaptanen umsetzt.

Es wurde nun gefunden, dass man neuartige, höhermolekulare schwefelhaltige Verbindungen erhält, wenn man Verbindungen mit mindestens zwei olefinischen Doppelbindungen in Gegenwart von sauer wirkenden Katalysatoren mit Dimercaptanen umsetzt. Die neuen schwefelhaltigen Verbindungen sind meist hellgefärbte Öle.

Für die Umsetzung kommen aliphatische, aromatische oder hydroaromatische Dimercaptane in Betracht, wie Hexamethyldimercaptan, p-Dithiophenol oder Cyclohexyldimercaptan. Von den ungesättigten Verbindungen sind vorzugsweise solche geeignet, bei denen sich die Doppelbindung an einem tertiären Kohlenstoffatom befindet, wie 2,5-Dimethylhexadien-1,5 und 1,1,4,4-Tetramethylbutadien.

Die Kondensation tritt schon bei verhältnismässig niedrigen Temperaturen, z.B. etwa 50 bis 160°, ein. Als saure Katalysatoren eignen sich besonders Aluminiumchlorid, Borfluorid, Eisenchlorid oder Schwefelsäure, aber auch Festsäuren, vorzugsweise auf Kunstharzbasis, können verwendet werden.

Je nach den physikalischen Eigenschaften der Ausgangsstoffe arbeitet man bei gewöhnlichem oder erhöhtem Druck.

Die Mitverwendung von Lösungsmitteln, wie Tetrachlorkohlenstoff, Tetrachloräthan, Äther oder Benzin, ist vielfach vorteilhaft.

Die neuen Umsetzungserzeugnisse sind helle, nicht destillierbare Öle, die sich insbesondere zur Plastifizierung von Kunststoffen, vorzugsweise von Polymerisaten aus Butadien, eignen.

Die in folgenden Beispielen genannten Teile sind Gewichtsteile:

Beispiel 1:

Ein Gemisch aus 30 Teilen Hexamethylen-1,6-dimercaptan, 190 Teilen Tetrachlorkohlenstoff, 4 Teilen pulverisiertem, wasserfreiem Aluminiumchlorid und 22 Teilen 2,5-Dimethylhexadien-1,5 wird 6 Stunden lang zum Sieden erhitzt. Dann leitet man durch das Umsetzungsgemisch Wasserdampf, bis nichts mehr übergeht. Als Rückstand erhält man 48 Teile eines gelben nichtflüchtigen, 26,0% Schwefel enthaltenden Öls, entsprechend einer Ausbeute von 92,5%.

Beispiel 2:

Eine Mischung aus 22 Teilen 1,1,4,4-Tetramethylbutadien, 190 Teilen Tetrachlorkohlenstoff, 4 Teilen pulverisiertem, wasserfreiem Aluminiumchlorid und 30 Teilen Hexamethylen-1,6-dimercaptan wird 8 Stunden lang zum Sieden erhitzt. Das Umsetzungserzeugnis wird wie üblich durch Behandeln mit Wasserdampf gereinigt. Man erhält 46 Teile eines hellen, nicht destillierbaren Öls, entsprechend einer Ausbeute von 88,5%.

Patentanspruch:

Verfahren zur Herstellung von höhermolekularen schwefelhaltigen Verbindungen, dadurch gekennzeichnet, dass man Verbindungen mit mindestens zwei olefinischen Doppelbindungen in Gegenwart von sauer wirkenden Katalysatoren mit Dimercaptanen umsetzt.

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

150000174

Ludwigshafen,  
Patentabteilung.

*Dr. H. Hoff*  
*Stm. Bz.*  
*300*  
Hd./Dö./Rö. 25. 1. 1944.

Neuanmeldung: "Verfahren zur Herstellung von  
höhermolekularen schwefelhaltigen Verbindungen."

- / Anbei übersenden wir Ihnen den Entwurf obiger  
Neuanmeldung auf dem Kunststoffgebiet mit der  
Bitte um weitere Bearbeitung.
- / Die Erfindungsmeldung liegt in doppelter Ausfertigung  
~~bei~~

Anlagen.

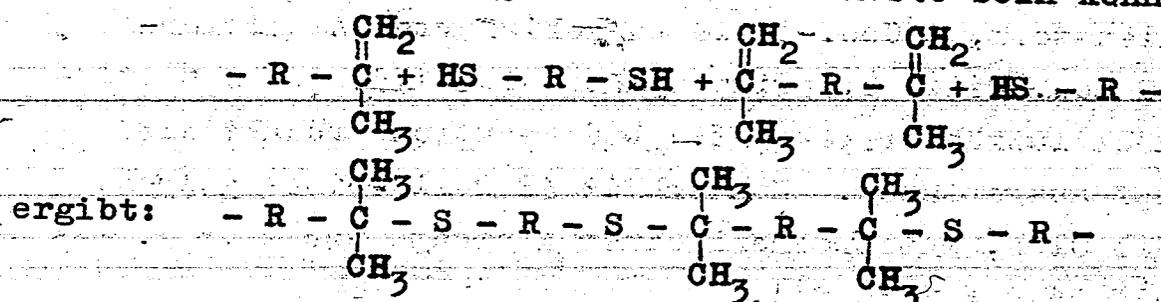
AMMONIAKWERK MERSEBURG  
Gesellschaft mit beschränkter Haftung

*gg. Scheinung gg. ...*

Verfahrenzur Herstellung von höhermolekularen schwefelhaltigen Verbindungen.

Es ist bekannt, daß Mercaptane in Gegenwart von Katalysatoren an Doppelbindungen, insbesondere solche, die durch nachbarständige Gruppen aktiviert sind, angelagert werden können. Ferner ist bekannt, daß bei der Einwirkung von Mercaptanen auf Diolefine die Kondensation nur an einer Doppelbindung stattfindet.

Es wurde nun überraschenderweise gefunden, daß bei der Umsetzung von Diolefinen mit Dimercaptanen in Gegenwart von Katalysatoren höhermolekulare, geradkettige Produkte entstehen, die öligen Charakter haben und nicht destillierbar sind. Die Umsetzung erfolgt nach folgendem Schema, wobei R aliphatische, aromatische oder hydroaromatische Reste sein können:



Die Kondensation der Diolefine mit den Dimercaptanen findet schon bei verhältnismäßig niedrigen Temperaturen statt, beispielsweise zwischen 50 und 160°.

Je nach den physikalischen Eigenschaften der Ausgangsstoffe arbeitet man mit oder ohne Druck.

Als Dimercaptane kommen solche aliphatischer, aromatischer und hydroaromatischer Natur in Frage, wie z.B. Hexamethyldimercaptan, p-Dithiophenol, Cyclohexyldimercaptan. Als Diolefine werden vorzugsweise solche verwendet, bei denen sich die Doppelbindung an einem tertiären Kohlenstoffatom befindet, wie z.B. 2,5-Dimethylhexadien, 1,5 und 1,1,4,4-Tetramethylbutadien.

Die Kondensation findet in Gegenwart von sauer reagierenden Katalysatoren statt. Als solche eignen sich z.B. Aluminiumchlorid, Borfluorid, Eisenchlorid, Schwefelsäure usw. Auch Festsäuren, vorzugsweise auf Kunstharzbasis, können als Katalysatoren Verwendung finden.

Man kann mit oder ohne Lösungsmittel arbeiten. Als Lösungsmittel kommen beispielsweise Tetrachlorkohlenstoff, Tetrachloräthan, Äther, Benzin usw. in Frage.

Nach Beendigung der Reaktion wird das nichtflüchtige Kondensationsprodukt durch Ausblasen mit Wasserdampf von den nichtumgesetzten Ausgangsstoffen und gegebenenfalls vom Lösungsmittel befreit. Die Reaktionsprodukte sind helle, nicht destillierbare Öle, die zur Herstellung von Kunststoffmassen, z.B. bei der Plastifizierung von butadienhaltigen Polymerisaten, Verwendung finden können.

In den nachstehenden Beispielen verhalten sich Gewichtsteile zu Raumteilen wie kg zu Ltr.

Beispiel 1:

30 Gew.-Teile Hexamethyldimercaptan, 120 Raumteile Tetrachlorkohlenstoff, 4 Gew.-Teile pulverisiertes Aluminiumchlorid und 22 Gew.-Teile 2,5 Dimethylhexadien 1,5 werden 6 Stunden lang am Rückflußkühler gekocht. Das Reaktionsprodukt wird mit Wasserdampf ausgeblasen. Man erhält 48 Teile eines gelben, nichtflüchtigen Öles, entsprechend einer Ausbeute von 92,5 %. Das Produkt enthält 26,0 % Schwefel.

Beispiel 2:

Eine Mischung aus 22 Gew.-Teilen 1,1,4,4-Tetramethylbutadien, 120 Raumteilen Tetrachlorkohlenstoff, 4 Teilen pulverisiertem Aluminiumchlorid und 30 Teilen Hexamethyldimercaptan wird 8 Stunden lang am Rückflußkühler gekocht. Das Reaktionsprodukt wird durch Wasserdampfdestillation gereinigt. Man erhält 46 Teile eines hellen, nicht flüchtigen, nicht destillierbaren Öls, entsprechend einer Ausbeute von 88,5 %.

Patentanspruch:

Verfahren zur Herstellung von höhermolekularen schwefelhaltigen Verbindungen, dad.gek., daß man Diolefine mit Dimercaptanen in Gegenwart von sauer reagierenden Katalysatoren umsetzt.

17. Jan. 1944

Prüfungsverfahren ausgesetzt.  
Marschall

17.

# I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Erfinder:

Dr. Andreas.

Eigene Erfindung.

Unser Zeichen : O.Z. 14 547

Ludwigshafen a. Rh., 6. Januar 1944 J/Zi.

J. 76590 Del./120.

150000177

18612  
ll

3040-15  
30/4.02

## Verfahren zur Herstellung ungesättigter Verbindungen.

Ungesättigte Kohlenwasserstoffe kann man bekanntlich dadurch aus Alkoholen herstellen, daß man diese einer Wärmebehandlung in Gegenwart von wasserabspaltenden Stoffen unterwirft, z.B. von Oxyden des Aluminiums, Chroms, Wolframs, Thoriums, oder von Chloriden, wie Zinkchlorid, ferner von Phosphor- oder Arsensäure, sowie von schwefelsauren, vorzugsweise sauren schwefelsauren Salzen, wie Natrium- oder Kaliumbisulfat. Hierbei werden die Ausgangsstoffe, z.B. einwertige aliphatische Alkohole, durch Dehydratisierung in die entsprechenden Olefine mit der gleichen Kohlenstoffatomzahl und Wasser zerlegt.

Es wurde nun gefunden, daß man ungesättigte Verbindungen, insbesondere Olefine und Diolefine, durch Dehydratisierung von hydroxylgruppenhaltigen Verbindungen mit besonderem Vorteil herstellen kann, wenn man als wasserabspaltendes Mittel Festsäuren auf Kunstharzbasis anwendet, insbesondere solche, die in der Technik unter der Bezeichnung "Wofatite" bekannt geworden sind; diese wurden bisher hauptsächlich als wasserstoffionenaustauschende Stoffe verwendet.

Als Ausgangsstoffe eignen sich Verbindungen mit einer oder mehreren Hydroxylgruppen, insbesondere aliphatische ein- und mehrwertige Alkohole mit mehr als zwei Kohlenstoffatomen und cycloaliphatische Alkohole, wie Cyclohexanol oder Borneol usw. Aber auch andere hydroxylgruppenhaltige Verbindungen können in der angegebenen Weise dehydratisiert werden, z.B. Ketoalkohole, wie Diacetonalkohol, der in Mesityloxyd übergeht, oder Cyanhydrine, beispielsweise Äthylmetylanhydrin, das in Acrylnitril umgewandelt wird, oder auch Oxy-säuren, z.B. Äpfelsäure, aus der Fumarsäure entsteht. In entsprechender Weise bilden sich aus Verbindungen mit mehreren Hydroxylgruppen Verbindungen mit mehreren Doppelbindungen. So gehen z.B. Glykole mit mindestens 4 Kohlenstoffatomen in Diolefine über.

Das Verfahren kann bei gewöhnlichem, erniedrigtem oder er-

höhtem Druck und in einzelnen Ansätzen oder in fortlaufendem Betrieb ausgeführt werden. Beim Arbeiten in einzelnen Ansätzen kann man die Ausgangsstoffe mit den pulverförmigen, stückigen oder gekörnten Festsäuren in der Wärme verrühren. Die entstehenden ungesättigten Verbindungen destilliert man dann zusammen mit dem sich bildenden Wasser je nach ihrem Siedepunkt bei gewöhnlichem oder erniedrigtem Druck aus dem Umsetzungsgefäß ab.

Bei fortlaufendem Betrieb ordnet man die Festsäure in stückiger oder gekörnter Form in einer oder mehreren Schichten in einem zweckmässig länglichen, heizbaren Umsetzungsgefäß an, durch das man die Ausgangsstoffe hindurchführt. Man kann auch mehrere Umsetzungsgefäße nebeneinander oder hintereinander schalten.

Der Vorteil des neuen Verfahrens gegenüber den bekannten Arbeitsweisen besteht vor allem darin, daß man bei verhältnismässig niedrigen Temperaturen arbeiten kann; es genügen schon Temperaturen von 60 bis 200°, um eine glatte, vollständige Umsetzung zu erzielen, vorzugsweise arbeitet man bei 80 bis 180°.

Die erhaltenen Erzeugnisse können als Ausgangsstoffe insbesondere für die Herstellung wertvoller Polymerisations- und Kondensationsprodukte Verwendung finden.

#### Beispiel 1.

60 Gewichtsteile Isopropylalkohol werden stündlich bei 150° über einen in einem länglichen Umsetzungsgefäß angeordneten stückigen Katalysator geleitet, der gewonnen wurde durch Behandlung eines durch Kondensation von Phenol, Kresol-~~o~~-sulfonsäure und Formaldehyd hergestellten Erzeugnisses mit verdünnter Salzsäure und anschließendes Auswaschen mit destilliertem Wasser, und der dann mit 10 %iger Salzsäure behandelt und mit destilliertem Wasser chlorfrei gewaschen wurde. Das Umsetzungswasser wird aus den abziehenden Dämpfen zusammen mit dem nicht umgesetzten Alkohol kondensiert und in einem Abstreifer gesammelt, während das gebildete Propylen in einer nachgeschalteten Tiefkühlung aufgefangen wird. Es werden stündlich 35 Gewichtsteile Propylen erhalten, was einem Umsatz von 83,5 % des angewandten Alkohols entspricht. Wenn man aus dem wässrigen Kondensat den nicht umgesetzten Alkohol durch Destillation wiedergewinnt und erneut für die Umsetzung verwendet, so wird auf diese Weise der Isopropylalkohol quantitativ in Propylen übergeführt.

#### Beispiel 2.

74 Gewichtsteile Isobutylalkohol werden stündlich in

der in Beispiel 1 beschriebenen Vorrichtung bei  $160^{\circ}$  über den gleichen Katalysator geleitet. Das entstandene Wasser und der nichtumgesetzte Alkohol werden in einem Abstreifer gesammelt, während das Isobutylen in einer Tiefkühlungsanlage kondensiert wird. Der im Abstreifer als obere Schicht erhaltene sowie der aus der unteren wässrigen Schicht durch Destillation abgetrennte nichtumgesetzte Isobutylalkohol wird erneut für die Umsetzung verwendet, wodurch der angewandte Isobutylalkohol restlos in Isobutylen umgewandelt wird.

#### Beispiel 3.

In einem mit Widmer-Kolonnen und Rührer versehenen Umsetzungsgefäß werden 500 Raumteile Cyclohexanol mit 100 Raumteilen des gleichen Katalysators auf  $100$  bis  $140^{\circ}$  erhitzt. Hierbei destilliert ein Gemisch von Cyclohexen und Wasser fortlaufend ab. Durch Zugabe von Cyclohexanol wird in dem Kolben ein konstanter Flüssigkeitsstand gehalten. Das abdestillierte Cyclohexen wird vom Wasser abgetrennt und rektifiziert. Die Ausbeute an Cyclohexen beträgt  $91,0\%$  der Theorie.

#### Beispiel 4.

300 Raumteile 1,3-Butylenglykol werden in einem Rundkolben, der mit einem Wasserabscheider versehen ist, bei  $160$  bis  $170^{\circ}$  mit 100 Raumteilen des in den vorhergehenden Beispielen angegebenen Katalysators verrührt. Das entstandene Wasser wird im Abscheider gesammelt, während das gleichzeitig gebildete Butadien durch Tiefkühlung kondensiert wird.

#### Patentanspruch.

Verfahren zur Herstellung ungesättigter Verbindungen durch Erhitzen hydroxylgruppenhaltiger Verbindungen in Gegenwart wasserabspaltender Stoffe, dadurch gekennzeichnet, daß man als solche Festsäuren auf Kunstharzbasis, vorzugsweise sogenannte Wofatite, verwendet.

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

tracht die bei der katalytischen Dehydrierung von Paraffinkohlenwasserstoffen, wie z.B. Propan, Butan oder Isobutan, erhaltenen Gemische, die neben den hieraus gebildeten Olefinen auch noch grössere Mengen der ursprünglichen Paraffinkohlenwasserstoffe enthalten. Auch die durch Spaltung der verschiedensten Arten kohlenstoffhaltiger Stoffe erhaltenen olefinhaltigen Erzeugnisse eignen sich zur Verarbeitung gemäß der Erfindung, ferner auch die bei gewöhnlichen Bedingungen gasförmigen Anteile der Erzeugnisse der Umsetzung von Kohlenoxyd mit Wasserstoff zu mehrgliedrigen Kohlenwasserstoffen (das sogenannte Gasol) ebenso <sup>wie</sup> auch die leichtflüchtigen Anteile dieser Erzeugnisse. Die Olefine können auch mit anderen Stoffen als Kohlenwasserstoffen, z.B. mit Äthern oder chlorierten Kohlenwasserstoffen, gemischt sein. Geeignete Gemische der letzten Art sind z.B. Dechlorierungsprodukte von Chlorparaffinen.

Die gebildeten Polymerisate können in üblicher Weise, z.B. durch Abdestillieren der nicht umgesetzten Anteile, von diesen getrennt werden; sie können vorteilhaft als Zwischenprodukte, z.B. für die Herstellung von Waschmitteln, oder, besonders nach einer Hydrierung zur Absättigung der ungesättigten Bindungen, als hochklopfeste Motortreibstoffe verwendet werden.

#### Beispiel 1.

In einem Drehautoklaven werden 256 Raumteile flüssiges Isobutylene in Gegenwart von 250 Raumteilen, einer durch Kondensation von Phenol, Formaldehyd und Natriumsulfit erhaltenen Festsäure, die vorher mit 10 %iger Salzsäure behandelt und dann mit Methanol säurefrei gewaschen wurde, 6 Stunden bei 100° und 20 at behandelt. Nach dem Erkalten wird die Flüssigkeit von nichtumgesetztem Isobutylene (etwa 5 %) durch Erwärmen befreit und der flüssige, wasserklare Anteil abfiltriert und destilliert. Dabei werden 88,5 % Isooktan neben 9,8 % höhersiedenden Bestandteilen erhalten.

#### Beispiel 2.

In einem Druckofen werden bei 100° und 20 at stündlich 86 Raumteile flüssiges Isobutylene über 172 Raumteile einnehmende Stücke der in Beispiel 1 verwendeten Festsäure geleitet. Aus dem flüssigen Anteil des dabei erhaltenen Erzeugnisses werden 90 % Isookten neben 9,5 % höhersiedenden Bestandteilen erhalten. Von dem Isobutylene sind etwa 20 % der zugeführten Menge unverändert; es wird rektifizierend abdestilliert und erneut verwendet.

#### Patentanspruch.

Verfahren zur Polymerisation niedermolekularer Olefine, dadurch gekennzeichnet, daß man als Katalysatoren Festsäuren auf Kunstharzbasis verwendet.

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

-8. Feb. 1944

Eigene Anmeldung.  
VERSICHERUNG

17.

# I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Erfindungsverfahren amgeschl.

I 76 671 11d/120  
Arbeiter:  
18526 Dr. Tuncyhal.  
Dr. Andreas.

150000181

Unser Zeichen : O.Z.14 568

Ludwigshafen a.Rh., 20. Januar 1944 J/Zi.

## Verfahren zur Polymerisation von Olefinen. B

Es ist bekannt, daß niedrigmolekulare, insbesondere bei gewöhnlicher Temperatur gasförmige Olefine in Gegenwart sehr verschiedener Katalysatoren, darunter auch Schwefelsäure und Phosphorsäure, die auch auf Trägern aufgetragen sein kann, zu niedrigsiedenden Polymerisaten umgesetzt werden können.

Es wurde nun gefunden, daß sich die erwähnten Olefine sehr vorteilhaft unter Erzielung sehr guter Ausbeuten in ihre niedrigmolekularen Polymeren, d.h. vor allem in die Di- und Trimeren, gegebenenfalls auch in die Tetra- oder Pentameren, überführen lassen, wenn man sie bei erhöhter Temperatur der Einwirkung von Festsäuren auf Kunstharzbasis unterwirft. Festsäuren dieser Art sind insbesondere in Form der sogenannten "Wofatite" in die Technik eingeführt, wo sie vor allem als wasserstoffionenaustauschende Mittel verwendet werden.

Man kann die Olefine, wie z.B. Propylen, Butylen, Isobutylen, Amylen oder Hexylen entweder für sich oder im Gemisch mit anderen Stoffen, insbesondere niedrigmolekularen gesättigten Kohlenwasserstoffen, der Behandlung unterwerfen. Zu diesem Zweck kann man diese Ausgangsstoffe entweder gasförmig über die genannten Katalysatoren leiten oder, was in vielen Fällen vorteilhafter ist, sie im flüssigen oder verflüssigten Zustand, gegebenenfalls unter Druck mit den Festsäuren behandeln, was entweder durch Verrühren mit feinkörnig oder staubförmig vorliegenden Festsäuren oder zweckmäßiger durch fortlaufendes Leiten der flüssigen Olefine oder olefinhaltigen Stoffe über ruhende Stücke von Festsäuren geschehen kann. Die Temperatur liegt im allgemeinen bei 40 bis 220°. Durch geeignete Wahl der Verweilzeiten hat man es in der Hand, die Umsetzung vollständig oder nur teilweise durchzuführen. Bei der Verarbeitung hochprozentiger Olefine empfiehlt es sich, zunächst nur einen Teil umzusetzen, wodurch die Abführung der Polymerisationswärme erleichtert wird. Als technische Ausgangsgemische für die Umsetzung kommen z.B. in Be-

150000182

Patentabt. O.Z. 14568.

I. 76 671 IVa/120 - V.z. Polymerisation v. Olefinen.

Wir bitten um Aufnahme des folgenden weiteren Beispiels in die Beschreibung der oben bezeichneten Anmeldung:

Beispiel 3:

In einem Drehautoklaven werden 750 Raumteile Isohexylen in Gegenwart von 300 Raumteilen einer wie nach Beispiel 1 erhaltenen Pestsäure 12 Stunden lang auf 120° erhitzt. Nachdem Erkalten wird die Pestsäure abgetrennt. Von dem umgewandelten Isohexylen sind 91% in das Dimere übergegangen."

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Doppelt.

An das Reichspatentamt,

Berlin.

gez. Haldermann

v. Graje

Merseburg

Durchschlag

20. Juli 1944

3. Jan. 1944

Eigene Anmeldung

**I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT**

46-13  
30/402

I 46 503 IVd/120

150000183

Erfinder:

W. Geiseler.

Unser Zeichen : O.Z.14 523

Ludwigshafen a.Rh., 21. Dezember 1943 J/Zi.

Anmeldung 2 u. 3 geteilt

Verfahren zur Gewinnung organischer Verbindungen.

Es wurde schon vorgeschlagen, aliphatische Fettsäuren aus Gemischen mit Kohlenwasserstoffen durch Adsorption an oberflächenaktiven Stoffen von der Aft der Kieselgele, der aktiven Kohlen und der Bleicherden zu isolieren. Neuere Beobachtungen haben gezeigt, daß man in entsprechender Weise Alkohole, Ketone, Ester, Amine, Hydroxylamine, Mercaptane und andere von Kohlenwasserstoffen verschiedene organische Verbindungen, insbesondere solche mit starkem Assoziationsgrad, aus Gemischen mit Kohlenwasserstoffen abtrennen kann. Man behandelt dabei die Gemische im flüssigen Zustand, gegebenenfalls nach Verdünnung mit geeigneten Lösungsmitteln, mit den oberflächenaktiven Stoffen, trennt von diesen durch Waschen mit Petroläther oder leichtsiedenden Benzinen die Kohlenwasserstoffe ab und entfernt darauf durch Behandeln mit geeigneten Lösungsmitteln die adsorbierten organischen Stoffe vom Adsorptionsmittel. Verfahren dieser Art sind in dem Patent.....(Anm. I. 72 813 IVd/120 vom 23. Juli 1942) und im Zusatzpatent hierzu Nr. ....(Anm. I. 73 795 IVd/120 vom 9. Dezember 1942) sowie in den Patenten ..... und ..... (Anmeldungen I. .... und I. .... vom 20. Dezember 1943 (unsere Zeichen OZ. 14 521 und 14 522)) beschrieben.

Es wurde nun gefunden, daß man die adsorbierten Stoffe auch mit Wasser entfernen kann. Zweckmässig verwendet man dabei soviel Wasser, daß die Oberfläche des Adsorptionsmittels in ausreichendem Maße mit Wasser in Berührung kommt und die dabei von der Oberfläche verdrängten organischen Stoffe herausgeschwemmt werden. Hierzu kann man das Wasser so lange im Kreislauf von unten nach oben durch das Adsorptionsmittel schicken, bis die abzutrennende organische Flüssigkeit entfernt ist, und darauf mit frischem Wasser nachwaschen, um das Adsorptionsmittel von den letzten Resten des adsorbierten Stoffes zu befreien. Man kann die abgetrennte organische Flüssigkeit aber auch schon während des Kreislaufs mehr oder weniger voll-

ständig von dem Wasser abtrennen, bevor man dieses zum Adsorptionsmittel zurückleitet. Liegt die Erstarrungstemperatur der adsorbierten organischen Flüssigkeit oberhalb der Zimmertemperatur, so verwendet man zweckmässig so stark erwärmtes Wasser, daß sie nicht fest wird. Der Vorteil der Abtrennung mit Wasser liegt darin, daß die meisten organischen Verbindungen sich nicht oder nur wenig in Wasser lösen, also nach der Abtrennung sehr einfach vom Wasser entfernt werden können.

Es wird somit die Energie gespart, die bei den eingangs beschriebenen Verfahren aufgebracht werden muß, um die von dem Adsorptionsmittel entfernten organischen Verbindungen von ihrem Lösungsmittel zu befreien. In vielen Fällen verwendet man vorteilhaft anstelle reinen Wassers ein Gemisch von Wasser mit einer organischen Flüssigkeit, z.B. mit Methanol, Äthanol, Aceton, Dioxan oder dergl. mit Wasser.

Nachdem das Adsorptionsmittel durch das als Verdrängungsmittel verwendete Wasser oder die wässrige Lösung vom adsorbierten Stoff befreit ist, wird es zur erneuten Benutzung geeignet gemacht. Anhaftendes Wasser kann man entfernen, indem man das Adsorptionsmittel erwärmt oder ein warmes oder heißes Gas, z.B. Luft, Stickstoff oder Wasserstoff darüber leitet.

Für das Verfahren besonders geeignete Adsorptionsmittel sind aktive Gele, vor allem Kieselgel. Aber auch andere Adsorptionsmittel, wie Aktivkohle, Bleicherden, Aluminiumoxyd usw. kommen in Betracht.

#### Beispiel 1.

12 Gewichtsteile einer zwischen 180 und 230° siedenden, 40 % Alkohole neben Kohlenwasserstoffen enthaltenden Fraktion eines bei der Kohlenoxydhydrierung erhaltenen Erzeugnisses werden nach Verdünnung mit der doppelten Menge Petroläther mit 25 Gewichtsteilen eines weitporigen Kieselgels in Berührung gebracht. Das Gel wird zur Entfernung der Kohlenwasserstoffe mit Petroläther gewaschen und anschliessend mit kaltem Wasser mehrmals gut ausgeschüttelt. Aus dem abfliessenden Wasser scheidet sich eine Schicht ab, die getrocknet 3,1 Gewichtsteile mit 97 % Gehalt an Alkoholen beträgt.

#### Beispiel 2.

10 Gewichtsteile einer zwischen 300 und 350° siedenden, 45 % Alkohole neben Kohlenwasserstoffen enthaltenden Fraktion eines durch Kohlenoxydhydrierung hergestellten Erzeugnisses werden mit dem gleichen Volumen Petroläther verdünnt und wie im Beispiel 1

mit 25 Gewichtsteilen Kieselgel behandelt. Darauf wird das Gel mit Petroläther gewaschen und anschliessend mit 60-80° warmem Wasser gut geschüttelt. Das vom Wasser sich abscheidende Öl wird getrocknet; man erhält 3,9 Gewichtsteile mit 98 % Alkoholgehalt.

Patentanspruch.

Verfahren zur Abtrennung organischer Verbindungen aus Gemischen mit Kohlenwasserstoffen, durch Behandlung der Gemische im flüssigen oder gelösten Zustand mit adsorbierend wirkenden Stoffen, vorzugsweise aktiven Gelen, dadurch gekennzeichnet, daß man die adsorbierten organischen Verbindungen mit Wasser oder wässrigen Gemischen entfernt.

L.G.FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

3. Jan. 1944

Eigene Anmeldung

# I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

I 76 505 IVd/120

Erfinder:

M. Geiseler

Unser Zeichen : O.Z.14 521

Ludwigshafen a.Rh., 20. Dezember 1943 J/Z1.

AK  
3046-15  
30/4/02  
K

150000186

## Verfahren zur Gewinnung sauerstoffhaltiger organischer Verbindungen.

Man hat schon vorgeschlagen, aliphatische Fettsäuren aus Gemischen mit Kohlenwasserstoffen durch Adsorption an oberflächenaktiven Stoffen von der Art der Kieselgele, der aktiven Kohlen und der Bleicherden zu isolieren. Neuere Beobachtungen haben gezeigt, daß man in entsprechender Weise auch Alkohole aus Gemischen mit Kohlenwasserstoffen abtrennen kann. Man behandelt dabei die Gemische im flüssigen Zustand, gegebenenfalls nach Verdünnung mit geeigneten Lösungsmitteln, mit den oberflächenaktiven Stoffen, trennt von diesen durch Waschen mit Petroläther oder leichtsiedenden Benzinen die Kohlenwasserstoffe ab und entfernt darauf durch Behandeln mit geeigneten Lösungsmitteln die adsorbierten organischen Stoffe vom Adsorptionsmittel. Verfahren dieser Art sind in den Patenten.....(Anmeldung I.72 811 IVd/120 vom 23. Juli 1942) und.....(Anm. I.73 795 IVd/120 vom 9. Dezember 1942) beschrieben.

Es wurde nun weiter gefunden, daß man auch andere sauerstoffhaltige organische Verbindungen, insbesondere solche mit starkem Assoziationsgrad, aus Gemischen mit Kohlenwasserstoffen oder mit Verbindungen von ähnlichen Lösungsmittelleigenschaften sehr vorteilhaft mit den genannten oberflächenaktiven Stoffen, insbesondere aktiven Gelen, wie Kieselgel oder Aluminiumhydroxydgel abtrennen kann. Auf diese Weise lassen sich Stoffe, die sonst nur sehr schwer aus Kohlenwasserstoffen oder ähnlichen Stoffen entfernt werden können, sehr einfach von diesen abtrennen.

Das Verfahren ist z.B. anwendbar für Ester, sowohl rein aliphatische (mit geradkettigen oder verzweigten Alkylgruppen), alicyclische oder aromatische als auch gemischte Ester ein- oder mehrwertiger Alkohole oder ein- oder mehrbasischer Säuren, wie Octylacetat, Octodecylpropionat, Isohexylacetat, Essigester des Benzylalkohols, Dipropylsuccinat, Glykolbenzoat, ferner auch Ester von Sulfon- oder Sulfinsäuren oder von anorganischen Säuren, wie Schwefel-, Phosphor-, Borsäure und dergl., z.B. Alkylsulfate, Trikresylphosphat oder Borsäureester aliphatischer Alkohole. Ebenso kommen in Betracht Äther, und zwar einfache oder gemischte, auch

z.B. Dioxan und dergl., ferner Ketone, die gleichfalls von einfacher oder gemischter Zusammensetzung sein können, z.B. Diäthylketon, Propyl-butyl-keton, Acetophenon oder Benzophenon, oder auch Amide. Auch solche Verbindungen, die den Sauerstoff nicht an einem Kohlenstoffatom, sondern an einem anderen Element gebunden enthalten, können in der angegebenen Weise von Kohlenwasserstoffen und dergl. abgetrennt werden, wie z.B. Nitroverbindungen oder Sulfochloride, vor allem auch solche Verbindungen, die man durch Einwirkung von Schwefeldioxyd und Chlor oder Sauerstoff oder Halogenkohlenwasserstoffe auf Kohlenwasserstoffe, gegebenenfalls unter gleichzeitiger Bestrahlung mit aktivem Licht, gewinnt.

Sehr geeignet ist die Arbeitsweise ferner für die Abtrennung von Aldehyden und ihren Acetalen aus Gemischen mit Kohlenwasserstoffen. Auch Sulfon- und Sulfinssäuren und Phosphinsäuren, z.B. Äthansulfonsäure oder Benzolsulfonsäure kommen in Betracht, ebenso auch Phenol, dessen Homologe und Derivate, z.B. Kresole, Xylenole oder Halogenphenole, ferner Naphthole usw. So kann man z.B. aus Schwelprodukten die Phenole gewinnen. Von den genannten Stoffen können auch mehrere im Gemisch mit den Kohlenwasserstoffen oder ähnlich wirkenden Verbindungen vorhanden sein.

Nach der Erfindung können die sauerstoffhaltigen Verbindungen vor allem von Kohlenwasserstoffen sehr vorteilhaft abgetrennt werden. Die letzteren können wieder beliebiger Natur sein, sowohl aliphatisch (geradkettig oder verzweigt, gesättigt oder ungesättigt) als auch cyclisch (aromatisch oder hydroaromatisch). Als Beispiele seien genannt Pentan, Octan, Cyclohexen, Octylen, Isoheptylen, Benzol, Toluol, Tetra- und Dekahydronaphthalin usw. Natürlich kommen ebenso Gemische von Kohlenwasserstoffen in Betracht. Die Zerlegung ist auch durchführbar bei Gemischen der angeführten sauerstoffhaltigen Verbindungen mit Verbindungen von kohlenwasserstoffähnlichen Lösungsmittelleigenschaften, z.B. halogenierten Kohlenwasserstoffe, wie Chloroform oder Tetrachlorkohlenstoff.

Die abzutrennenden Verbindungen können den gleichen Siedepunkt bzw. gleichen Siedebereich wie die Kohlenwasserstoffe haben oder auch bei anderen Temperaturen sieden bzw. das gleiche oder ein verschiedenes Molekulargewicht haben.

Im allgemeinen kann man die Gemische ohne Vorbehandlung mit den oberflächenaktiven Stoffen in Berührung bringen. In manchen Fällen ist es dagegen vorteilhaft, ihre Zusammensetzung vorher zu

ändern. Wenn z.B. hochviskose Gemische behandelt werden sollen, so empfiehlt sich eine Verdünnung mit niedrigviskosen Kohlenwasserstoffen, wobei das Adsorptionsgleichgewicht sich schneller einstellt und die Kohlenwasserstoffe leichter aus dem Adsorptionsmittel abgetrennt werden können. In anderen Fällen kann ein Abkühlen des Gemisches bis zur teilweisen Verfestigung und Abtrennen der flüssigen Bestandteile oder eine Extraktion mit einem selektiven Lösungsmittel vorausgehen. Bei geringem Gehalt an abzutrennendem Bestandteil kann auch eine Abtrennung von Lösungsmitteln durch Destillation erwünscht sein.

Nachdem man das in flüssiger oder gelöster Form befindliche Ausgangsgemisch mit dem Adsorptionsmittel in Berührung gebracht hat (1. Stufe), wird der nichtaufgenommene Teil abgetrennt. Im Adsorptionsmittel verbliebene Reste der Kohlenwasserstoffe werden dann herausgespült (2. Stufe), z.B. mit einem leichtsiedenden Kohlenwasserstoff oder einem anderen Mittel (im folgenden als Spülmittel bezeichnet), das man durch Destillation sowohl von den Kohlenwasserstoffen des Ausgangsgemisches als auch von den adsorbierten sauerstoffhaltigen Verbindungen leicht abtrennen kann. Nach der Entfernung der restlichen Kohlenwasserstoffe wird das Adsorptionsmittel mit einer Flüssigkeit behandelt, die zweckmässig bevorzugt aufgenommen wird, einen von den adsorbierten Verbindungen deutlich verschiedenen Siedepunkt hat und vorteilhaft die letzten gut zu lösen vermag (als "Verdrängungsmittel" bezeichnet). Am besten eignen sich hierfür niedrigsiedende Alkohole, Ketone, Äther, Ester und ähnliche Stoffe. Da auf dem Adsorptionsmittel die ursprünglich adsorbierten Verbindungen mit dem Verdrängungsmittel in ein Gleichgewicht treten, gibt man das letzte zweckmässig laufend in geringen Mengen zu.

Die vom Adsorptionsmittel entfernten sauerstoffhaltigen Verbindungen kann man durch Destillation von dem beigemischtem Verdrängungsmittel abtrennen; dieses wird erneut im Verfahren verwendet. Man kann auch die vom Spülmittel aufgenommenen Anteile des Ausgangsgemisches durch Destillation oder andere Maßnahmen abtrennen und das Spülmittel wieder im Verfahren verwenden.

Im allgemeinen arbeitet man bei niedrigeren Temperaturen, z.B. von 0 bis 50°. In manchen Fällen, vor allem bei höherviskosen Ausgangsgemischen können jedoch höhere Temperaturen, z.B.

70, 80, 100° und mehr, zweckmässiger sein. Vielfach tritt bei Behandlung des Adsorptionsmittels mit dem Gemisch eine deutliche Temperaturerhöhung ein. Gewünschtenfalls kann man aber die Temperatur durch Kühlung des Adsorptionsgefässes oder durch Zusatz leicht verdampfender Flüssigkeiten gleichbleibend halten.

Das Verdrängungsmittel kann aus dem Adsorptionsmittel durch Verdampfen entfernt werden, was durch Erhitzen oder durch Überleiten von zweckmässig auf z.B. 50, 60, 100° oder höher erwärmten Gasen, wie Luft, Stickstoff oder Wasserstoff, durch Verringerung des Druckes und andere an sich bekannte Maßnahmen geschehen kann. Sauerstofffreie Gase verwendet man insbesondere dann, wenn das Verdrängungsmittel oder die zu adsorbierende Verbindung luftempfindlich sind.

Wurde das im Adsorptionsmittel verbliebene restliche Verdrängungsmittel durch Überleiten von Gasen entfernt, so kann man es aus diesen durch Abkühlung oder auf andere Weise wiedergewinnen, mit Hilfe eines dafür besonders geeigneten Adsorptionsmittels, wie Aktivkohle, oder durch Waschen mit einer geeigneten Flüssigkeit. Das für die Spülung verwendete Gas kann im Kreislauf geführt werden.

Das Verfahren kann bei beliebigen Drucken ausgeführt werden. Zur Abtrennung der sauerstoffhaltigen Verbindungen braucht man den Druck im allgemeinen nicht zu erhöhen oder vermindern. In besonderen Fällen muss man jedoch erhöhte Drucke anwenden, z.B. wenn man aus einem leichtsiedenden Kohlenwasserstoff, den nur unter Druck flüssig ist, einen ebenfalls leichtsiedenden Stoff entfernen will. In diesem Fall arbeitet man zweckmässig bei Temperaturen von 0 bis 10° und bei Drucken von 40 at und mehr.

Das Verfahren ist nicht an besondere Vorrichtungen gebunden. Man kann das Adsorptionsmittel z.B. ruhend anordnen und die Flüssigkeit hindurchfliessen lassen, aber auch Adsorptionsmittel und Flüssigkeit zusammen in Bewegung halten, z.B. durch Rühren. Im allgemeinen ist der erste Weg vorteilhafter. Zweckmässig wird hierbei eine gewisse minimale Schichthöhe eingehalten, um zu gewährleisten, dass die ganze Flüssigkeit mit dem Adsorptionsmittel in Berührung kommt. Falls die Flüssigkeit beim Durchgang einen grossen Widerstand zu überwinden hat, kann man das Durchlaufen durch Druckerhöhung auf der Zulaufseite oder Druckverminderung auf der Ablaufseite beschleunigen.

#### Beispiel 1.

90 Gewichtsteile eines durch Sulfochlorierung einer Erdölfraction (C-Zahl von 12 bis 15) gewonnenen Erzeugnisses (mit 25 % Sulfochlorid) werden mit 200 Gewichtsteilen eines weitporigen Kiesel-

gels behandelt, das im Stickstoffstrom bei 180 bis 190° getrocknet wurde und, wie oben beschrieben, aufgearbeitet. Der vom Kieselgel abfließende Teil des Ausgangsgemisches besteht zusammen mit dem durch Extraktion mit Petroläther gewonnenen Teil (Lösungsmittelfrei) aus 65,5 Gewichtsteilen eines 8,7 % Sulfochlorid enthaltenden Gemischs. Der hierauf durch Extraktion des Gels mit Aceton erhaltene Teil besteht lösungsmittelfrei aus 18,1 Gewichtsteilen eines 92 % Sulfochlorid enthaltenden Erzeugnisses entsprechend einer Ausbeute von etwa 67 %.

Beispiel 2.

100 Gewichtsteile eines zwischen 240 und 260° siedenden Gemisches von Kohlenwasserstoffen mit 22 % Alkylestern werden mit 200 Gewichtsteilen des in Beispiel 1 angegebenen Gels behandelt. Die Aufarbeitung wird ebenso wie nach Beispiel 1 durchgeführt. Der vom Kieselgel abfließende Teil des Ausgangsgemischs besteht zusammen mit dem durch Extraktion mit Petroläther gewonnenen Teil (Lösungsmittelfrei) aus 78 Gewichtsteilen eines 6,4 % Ester enthaltenden Gemischs. Der hierauf durch Extraktion des Gels mit Aceton erhaltene Teil besteht (Lösungsmittelfrei) aus 15,7 Gewichtsteilen eines 93 % Ester enthaltenden Erzeugnisses entsprechend einer Ausbeute von 86 % Estern.

Patentansprüche.

1) Verfahren zur Abtrennung sauerstoffhaltiger organischer Verbindungen, die weder alkoholischer Natur sind, noch den Charakter aliphatischer Fettsäuren besitzen, insbesondere solcher mit starkem Assoziationsgrad, aus Gemischen mit Kohlenwasserstoffen oder Verbindungen mit kohlenwasserstoffähnlichen Lösungsmittelleigenschaften, dadurch gekennzeichnet, daß man die Gemische mit oberflächenaktiven Stoffen, insbesondere aktiven Gelen, behandelt.

2) Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man von dem beladenen Adsorptionsmittel anhaftende Anteile von Kohlenwasserstoffen oder Verbindungen mit kohlenwasserstoffähnlichen Lösungsmittelleigenschaften mit leichtsiedenden Kohlenwasserstoffen oder ähnlichen Stoffen behandelt und darauf die adsorbierten sauerstoffhaltigen Verbindungen mit leichtsiedenden Stoffen verdrängt, die von dem Adsorptionsmittel bevorzugt adsorbiert werden.

3. Jan. 1944

*Eigene Anmeldung*

150000191

**I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT**

*T. 146 504 IVc/120*

*1836*

*Dr. Geiseler*

Unser Zeichen : O.Z. 14 522

Ludwigshafen a. Rh., 20. Dezember 1943 J/Z

*JK*  
*3046-15*  
*30/9/02*

Verfahren zur Gewinnung nichtsaurestoffhaltiger organischer Verbindungen.

Man hat schon vorgeschlagen, aliphatische Fettsäuren aus einem Gemisch mit Kohlenwasserstoffen durch Adsorption an oberflächenaktiven Stoffen von der Art der Kieselgele, der aktiven Kohlen und der Bleicherden zu isolieren. Neuere Beobachtungen haben gezeigt, daß man in entsprechender Weise auch Alkohole aus Gemischen mit Kohlenwasserstoffen abtrennen kann. Man behandelt dabei die Gemische im flüssigen Zustand, gegebenenfalls nach Verdünnung mit geeigneten Lösungsmitteln, mit den oberflächenaktiven Stoffen, trennt von diesen durch Waschen mit Petroläther oder leichtsiedenden Benzinen die Kohlenwasserstoffe ab und entfernt darauf durch Behandeln mit geeigneten Lösungsmitteln die adsorbierten organischen Stoffe vom Adsorptionsmittel. Verfahren dieser Art sind in den Patenten.....(Anm. I. 72 813 IVd/120 vom 23. Juli 1942) und.....(Anm. I. 73 795 IVd/120 vom 9. Dezember 1942) beschrieben.

Es wurde nun gefunden, daß man auch solche nichtsaurestoffhaltigen organischen Verbindungen, die Stickstoff, Schwefel, Phosphor, Arsen oder Metalle in nichtcyclischer Bindung enthalten, insbesondere solche mit starkem Assoziationsgrad, sehr vorteilhaft aus Gemischen mit Kohlenwasserstoffen oder mit Verbindungen von ähnlichen Lösungsmittelleigenschaften mit den genannten oberflächenaktiven Stoffen, insbesondere aktiven Gelen, wie Kieselgel oder Aluminiumhydroxydgel, abtrennen kann. Auf diese Weise lassen sich Stoffe, die sonst nur sehr schwer von Kohlenwasserstoffen oder ähnlichen Stoffen entfernt werden können, sehr einfach abtrennen.

Das Verfahren ist für die verschiedensten Verbindungen der genannten Gruppe anwendbar, z. B. für Thioäther, Nitrile, Magnesiumhalogenalkylverbindungen (sog. Grignard-Körper) usw. Besonders wirkungsvoll und vorteilhaft ist es bei ein- oder mehrwertigen Aminen und deren Derivaten und Polymeren, Hydrazin, Hydrazonen

und dergl., z.B. Propyl-, Butyl-, Amylamin, Isohexyl-isobutylamin, Dipropylamin, Tripropylamin, Phenylhydrazin und -hydrazonen. So kann man z.B. durch Behandlung von leichtsiedenden Krackbenzinen die darin vorhandenen Merkaptane zu einem beträchtlichen Teil entfernen.

Von den genannten Stoffen können auch mehrere im Gemisch mit den Kohlenwasserstoffen oder ähnlich wirkenden Verbindungen vorhanden sein.

Die Schwefel, Stickstoff usw. enthaltenden Verbindungen können nach der Erfindung vor allem von Kohlenwasserstoffen sehr vorteilhaft abgetrennt werden. Die letzteren können wieder beliebiger Natur sein, sowohl aliphatisch (geradkettig oder verzweigt, gesättigt oder ungesättigt), als auch cyclisch (aromatisch oder hydroaromatisch). Als Beispiele seien genannt Pentan, Octan, Cyclohexen, Octylen, Isoheptylen, Benzol, Toluol, Tetra- und Dekahydronaphthalin usw. Natürlich kommen ebenso Gemische von Kohlenwasserstoffen in Betracht. Die Zerlegung ist auch durchführbar bei Gemischen der angeführten nicht-sauerstoffhaltigen Verbindungen mit Verbindungen von kohlenwasserstoff-ähnlichen Lösungsmittleigenschaften, z.B. Thiophenen oder halogenierten Kohlenwasserstoffen, wie Chloroform oder Tetrachlorkohlenstoff.

Die abzutrennenden Verbindungen können bei dem gleichen Siedepunkt bzw. innerhalb des gleichen Siedebereichs wie die Kohlenwasserstoffe oder auch bei anderen Temperaturen sieden bzw. das gleiche oder ein verschiedenes Molekulargewicht haben. Während man bei einem höheren Molekulargewicht der abzutrennenden Verbindungen ihre bevorzugte Adsorption als Folge des höheren Molekulargewichtes erklären könnte, ist sie im Falle gleichen Molekulargewichtes überraschend. Das Verfahren macht es aber sogar möglich, Schwefel, Stickstoff usw. enthaltende Verbindungen von höhersiedenden Kohlenwasserstoffen abzutrennen.

Im allgemeinen kann man die Gemische ohne Vorbehandlung mit den oberflächenaktiven Stoffen in Berührung bringen. In manchen Fällen ist es dagegen vorteilhaft, ihre Zusammensetzung vorher zu ändern. Wenn z.B. hochviskose Gemische behandelt werden sollen, so empfiehlt sich eine Verdünnung mit niedrigviskosen Kohlenwasserstoffen, wobei das Adsorptionsgleichgewicht sich schneller einstellt und die Kohlenwasserstoffe leichter aus dem Adsorptionsmittel abgetrennt werden können. In anderen Fällen kann sich ein Abkühlen des Gemisches bis zur teilweisen Verfestigung und Abtrennen der flüssigen Bestandteile oder eine Extraktion mit einem selektiven Lösungs-

mittel empfehlen. Bei verdünnten Gemischen kann auch eine Abtrennung von Lösungsmitteln durch Destillation erwünscht sein.

Nachdem man das in flüssiger oder gelöster Form befindliche Ausgangsgemisch mit dem Adsorptionsmittel in Berührung gebracht hat (1. Stufe), wird der nichtaufgenommene Teil abgetrennt. Im Adsorptionsmittel verbliebene Reste der Kohlenwasserstoffe werden dann herausgespült (2. Stufe), z.B. mit einem leichtsiedenden Kohlenwasserstoff oder einem anderen Mittel (im folgenden als Spülmittel bezeichnet), das man durch Destillation sowohl von den Kohlenwasserstoffen des Ausgangsgemischs als auch von den adsorbierten <sup>nicht</sup> sauerstoffhaltigen Verbindungen leicht abtrennen kann. Nach der Entfernung der restlichen Kohlenwasserstoffe wird das Adsorptionsmittel mit einer Flüssigkeit behandelt, die zweckmässig bevorzugt aufgenommen wird, einen von den adsorbierten Verbindungen deutlich verschiedenen Siedepunkt hat und vorteilhaft die letzten gut zu lösen vermag (als "Verdrängungsmittel" bezeichnet). Am besten eignen sich hierfür niedrigsiedende Alkohole, Ketone, Äther, Ester und ähnliche Stoffe. Da auf dem Adsorptionsmittel die ursprünglich adsorbierten Verbindungen mit dem Verdrängungsmittel in ein Gleichgewicht treten, gibt man das letzte zweckmässig laufend in geringen Mengen zu.

Anschliessend kann man die vom Adsorptionsmittel entfernten, Schwefel, Stickstoff usw. enthaltenden Verbindungen durch Destillation von den gleichzeitig abfliessenden Anteilen des Verdrängungsmittels abtrennen; das Letzte wird erneut im Verfahren verwendet. Man kann auch die vom Spülmittel aufgenommenen Anteile des Ausgangsgemischs durch Destillation oder andere Massnahmen abtrennen und das Spülmittel wieder im Verfahren verwenden.

Im allgemeinen arbeitet man bei niedrigeren Temperaturen, z.B. von 0 bis 50°. In manchen Fällen, vor allem bei höherviskosen Ausgangsgemischen können jedoch höhere Temperaturen, z.B. 70, 80, 100° und mehr, zweckmässiger sein. Vielfach tritt bei Behandlung des Adsorptionsmittels mit dem Gemisch eine deutliche Temperaturerhöhung ein. Gewünschtenfalls kann man aber die Temperatur durch Kühlung des Adsorptionsgefässes oder durch Zusatz leicht verdampfender Flüssigkeiten gleichbleibend halten.

Das Verdrängungsmittel kann aus dem Adsorptionsmittel durch Verdampfen entfernt werden, was durch Erhitzen oder Überleiten von zweckmässig auf z.B. 50, 60, 100° oder höher erwärmten Gasen, wie Luft, Stickstoff oder Wasserstoff, durch Verringerung des Druckes

und andere an sich bekannte Maßnahmen geschehen kann. Sauerstofffreie Gase verwendet man insbesondere dann, wenn das Verdrängungsmittel oder die zu adsorbierende Verbindung luftempfindlich sind.

Wurde das im Adsorptionsmittel verbliebene restliche Verdrängungsmittel durch Überleiten von Gasen entfernt, so kann man es aus diesen durch Abkühlung oder auf andere Weise wiedergewinnen, mit Hilfe eines dafür besonders geeigneten Adsorptionsmittels, wie Aktivkohle, oder durch Waschen mit einer geeigneten Flüssigkeit. Das für die Spülung verwendete Gas kann im Kreislauf geführt werden.

Das Verfahren kann bei beliebigen Drucken ausgeführt werden. Zur Abtrennung der Schwefel, Stickstoff usw. enthaltenden Verbindungen braucht man den Druck im allgemeinen nicht zu erhöhen oder vermindern. In besonderen Fällen muss man jedoch erhöhte Drucke anwenden, z.B. wenn man aus einem leichtsiedenden Kohlenwasserstoff, der nur unter Druck flüssig ist, einen ebenfalls leichtsiedenden Stoff entfernen will, z.B. wenn aus einem verflüssigten Gas, wie Propan oder Butan, Merkäptane entfernt werden sollen. In diesem Fall arbeitet man zweckmässig bei Temperaturen von 0 bis 10° und bei Drucken von 40 at und mehr.

Das Verfahren ist nicht an besondere Vorrichtungen gebunden. Man kann das Adsorptionsmittel z.B. ruhend anordnen und die Flüssigkeit hindurchfliessen lassen, aber auch Adsorptionsmittel und Flüssigkeit zusammen in Bewegung halten, z.B. durch Rühren. Im allgemeinen ist der erste Weg vorteilhafter. Zweckmässig wird hierbei eine gewisse minimale Schichthöhe eingehalten, um zu gewährleisten, daß die ganze Flüssigkeit mit dem Adsorptionsmittel in Berührung kommt. Falls die Flüssigkeit beim Durchgang einen grossen Widerstand zu überwinden hat, kann man das Durchlaufen durch Druckerhöhung auf der Zulaufseite oder Druckverminderung auf der Ablaufseite beschleunigen.

#### Beispiel 1.

Man läßt 80 Gewichtsteile eines nach dem Patent.....(Anm. I.73.393 IVc/12q v.21.Oktober 1942) gewonnenen, von 200-250° siedenden Gemischs von Kohlenwasserstoffen mit 32 % Aminen über 200 Gewichtsteile eines weitporigen Kieselgels rieseln, das im Stickstoffstrom bei 180-190° getrocknet wurde. Hierauf spült man die Kohlenwasserstoffe durch dreistündiges Berieseln mit frischem Petroläther (Spülmittel) heraus und behandelt dann das Kieselgel mit Diäthyläther (Verdrängungsmittel), bis praktisch kein Amin mehr aus dem Kieselgel austritt.

Durch Abdestillieren des Petroläthers werden die Ausgangskohlenwasserstoffe für sich gewonnen. Das Verdrängungsmittel wird von den Aminen abdestilliert, wodurch diese praktisch rein, nämlich 96,8 %ig in einer Ausbeute von 22,5 Gewichtsteilen oder, berechnet auf die ursprünglich vorhandene Aminmenge, von etwa 89 % gewonnen werden. Die vom Petroläther abgetrennten Kohlenwasserstoffe enthalten nur 5,1 % Amine.

#### Beispiel 2.

300 Gewichtsteile eines zwischen 190 und 210° siedenden Gemischs von Kohlenwasserstoffen mit 10,5 % Alkylmerkaptanen werden mit 200 Gewichtsteilen des nach Beispiel 1 benutzten Gels behandelt. Die weitere Behandlung wird in der oben beschriebenen Weise unter Verwendung von Aceton als Verdrängungsmittel ausgeführt. Der vom Kieselgel abfließende Teil des Ausgangsgemisches besteht zusammen mit dem durch Extraktion mit Petroläther gewonnenen Teil (lösungsmittelfrei) aus 270,5 Gewichtsteilen eines 2,5-% Merkaptane enthaltenden Gemischs. Der hierauf durch Extraktion des Gels mit Aceton erhaltene Teil besteht (lösungsmittelfrei) aus 21,8 Gewichtsteilen mit 94,2 % Merkaptanen enthaltenden Erzeugnissen entsprechend einer Ausbeute von 87 % Merkaptanen.

#### Patentansprüche.

- 1) Verfahren zur Abtrennung nichtsauerstoffhaltiger organischer Verbindungen, die Stickstoff, Schwefel, Phosphor, Arsen oder Metalle in nichtcyclischer Bindung enthalten, insbesondere solcher mit starkem Assoziationsgrad, aus Gemischen mit Kohlenwasserstoffen oder Verbindungen mit kohlenwasserstoffähnlichen Lösungsmittleigenschaften, dadurch gekennzeichnet, daß man die Gemische mit oberflächenaktiven Stoffen, insbesondere aktiven Gelen, behandelt.
- 2) Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man dem beladenen Adsorptionsmittel anhaftende Anteile von Kohlenwasserstoffen oder Verbindungen mit kohlenwasserstoffähnlichen Lösungsmittleigenschaften mit leichtsiedenden Kohlenwasserstoffen oder ähnlichen Stoffen entfernt und darauf die adsorbierten nichtsauerstoffhaltigen Verbindungen mit leichtsiedenden Stoffen verdrängt, die von dem Adsorptionsmittel bevorzugt adsorbiert werden.

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Durch Abdestillieren des Petroläthers werden die Ausgangskohlenwasserstoffe für sich gewonnen. Das Verdrängungsmittel wird von den Aminen abdestilliert, wodurch diese praktisch rein, nämlich 96,8 %ig in einer Ausbeute von 22,5 Gewichtsteilen oder, berechnet auf die ursprünglich vorhandene Aminmenge, von etwa 89 % gewonnen werden. Die vom Petroläther abgetrennten Kohlenwasserstoffe enthalten nur 5,1 % Amine.

#### Beispiel 2.

300 Gewichtsteile eines zwischen 190 und 210° siedenden Gemischs von Kohlenwasserstoffen mit 10,5 % Alkylmerkaptanen werden mit 200 Gewichtsteilen des nach Beispiel 1 benutzten Gels behandelt. Die weitere Behandlung wird in der oben beschriebenen Weise unter Verwendung von Aceton als Verdrängungsmittel ausgeführt. Der vom Kieselgel abfließende Teil des Ausgangsgemischs besteht zusammen mit dem durch Extraktion mit Petroläther gewonnenen Teil (Lösungsmittelfrei) aus 270,5 Gewichtsteilen eines 2,5 % Merkaptane enthaltenden Gemischs. Der hierauf durch Extraktion des Gels mit Aceton erhaltene Teil besteht (Lösungsmittelfrei) aus 21,8 Gewichtsteilen mit 94,2 % Merkaptanen enthaltenden Erzeugnissen entsprechend einer Ausbeute von 87 % Merkaptanen.

#### Patentansprüche.

1) Verfahren zur Abtrennung nicht-sauerstoffhaltiger organischer Verbindungen, die Stickstoff, Schwefel, Phosphor, Arsen oder Metalle in nichtcyclischer Bindung enthalten, insbesondere solcher mit starkem Assoziationsgrad, aus Gemischen mit Kohlenwasserstoffen oder Verbindungen mit kohlenwasserstoffähnlichen Lösungsmittleigenschaften, dadurch gekennzeichnet, daß man die Gemische mit oberflächenaktiven Stoffen, insbesondere aktiven Gelen, behandelt.

2) Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man dem beladenen Adsorptionsmittel anhaftende Anteile von Kohlenwasserstoffen oder Verbindungen mit kohlenwasserstoffähnlichen Lösungsmittleigenschaften mit leichtsiedenden Kohlenwasserstoffen oder ähnlichen Stoffen entfernt und darauf die adsorbierten nicht-sauerstoffhaltigen Verbindungen mit leichtsiedenden Stoffen verdrängt, die von dem Adsorptionsmittel bevorzugt adsorbiert werden.

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

10. Dez. 1943

*Wiggen-Bunddruck*

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

I 76 357 Wd./120

AK  
3046-15

Erfinder:

150000196

30/4.02

18366  
W. Seegerthal,  
W. Gildert.

Unser Zeichen: O.Z. 14 493 Lu/T  
Ludwigshafen a.Rh., den 3. Dezember 1943

Verfahren zur Herstellung von Sulfamidverbindungen.

Es ist bekannt, Halogenide von Monosulfonsäuren mit Ammoniak, Aminen oder Aminosäuren zu Sulfamidverbindungen umzusetzen. Eine Umsetzung der Halogenide von Polysulfonsäuren mit aminogruppenhaltigen Verbindungen hat man bisher noch nicht in Betracht gezogen, u.a. wohl deshalb, weil ein unübersichtlicher und uneinheitlicher Verlauf der Umsetzung wahrscheinlich war, beispielsweise bei der Kondensation von einem Molekül Disulfohalogenid mit einem Molekül Aminoverbindung unter Abspaltung von zwei Molekülen Chlorwasserstoff eine Ringbildung, besonders wenn es sich um Polysulfochloride handelte, bei denen die Entstehung eines fünf- oder sechsgliedrigen Rings in Betracht kommt.

Es wurde jedoch gefunden, dass bei der Umsetzung von Halogeniden aliphatischer Polysulfonsäuren mit Aminogruppen enthaltenden Alkoholen oder Carbonsäuren die entsprechenden Sulfamidverbindungen entstehen, ohne dass es in merklichem Masse zu einer Ringbildung oder anderen störenden Nebenansetzungen kommt.

Die Ausgangsstoffe können z.B. durch Einwirkung von Schwefeldioxyd und Halogen unter Bestrahlung mit kurzwelligem Licht auf gesättigte aliphatische Kohlenwasserstoffe hergestellt werden, und zwar können sie zwei oder auch mehr Sulfohalogenidgruppen enthalten. Besonders geeignet sind Disulfohalogenide mit wenigen, etwa 3 bis 6, Kohlenstoffatomen.

Als Aminogruppen enthaltende Carbonsäuren eignen sich beispielsweise Aminoessigsäure, N-Monoalkylaminoessigsäuren, Amino- und Alkylaminopropionsäuren, -Aminocaprinsäure oder andere Amino- oder N-Alkylaminocarbonsäuren. Anstelle der Aminosäuren können auch ihre Lactame, z.B.  $\epsilon$ -Caprolactam, angewandt werden. Man kann dabei den Lactamring gewünschtenfalls vor oder nach der Umsetzung aufspalten. Als Aminoalkohole kommen beispielsweise Äthanolamin und  $\gamma$ -Aminobutylalkohol in Betracht. Besonders vielseitig verwendbare

Verbindungen erhält man, wenn man von Aminosäuren oder -alkoholen ausgeht, deren funktionelle Gruppen sich in  $\alpha, \omega$ -Stellung befinden.

Das Verfahren kann im Schmelzfluss oder in Lösung ausgeführt werden. Zweckmässig und einfach verfährt man z.B. so, dass man die Aminosäure in der berechneten Menge Natronlauge löst und dann äquivalente Mengen Polysulfohalogenid und Natronlauge in Anteilen unter gutem Rühren zugibt; die Temperatur soll dabei etwa 0 bis 10° betragen. Aus dem Umsetzungsgemisch gewinnt man die freie Polycarbonsäure durch Versetzen mit überschüssiger Mineralsäure, gegebenenfalls nach vorhergehendem Einengen der wässrigen Lösung. In entsprechender Weise lassen sich auch die Aminoalkohole mit den Polysulfohalogeniden umsetzen.

Die neuen Erzeugnisse können insbesondere zur Herstellung von Kunststoffen angewandt werden.

#### Beispiel 1.

150 Teile Aminoessigsäure werden in einer Mischung von 80 Teilen Natriumhydroxyd und 500 Teilen Wasser gelöst. Unter gutem Rühren und Kühlen mit Eis gibt man dann 242 Teile Propandisulfochlorid und 1000 Teile 2 n-Natronlauge in kleinen, gleichen Anteilen zu. Die Temperatur wird dabei auf etwa 8° gehalten. Die erhaltene Lösung wird filtriert, mit Salzsäure angesäuert und eingeengt. ~~Der eingeengte Rückstand wird mit Methanol ausgezogen.~~ Nach Abdampfen des Methanols werden 270 Teile Propandisulfamidoessigsäure erhalten.

#### Beispiel 2.

226 Teile  $\epsilon$ -Caprolactam werden in einer Lösung von 80 Teilen Natriumhydroxyd in 500 Teilen Wasser kurze Zeit erwärmt. Dann wird die Lösung auf 5° gekühlt, und unter Rühren werden 242 Teile Propandisulfochlorid und 1000 Teile 2n-Natronlauge in kleinen, gleichen Anteilen zugegeben. Nach dem Filtrieren säuert man mit Salzsäure an. Dabei fällt die Propandisulfamidocaprinsäure in Form von weissen Kristallen aus, die von der Mutterlauge abfiltriert werden (Smp. 158°). Durch Einengen der Mutterlauge kann man noch weitere Säure gewinnen.

150000198

- 3 -

14 493

Patentanspruch.

Verfahren zur Herstellung von Sulfamidverbindungen, dadurch gekennzeichnet, dass man Halogenide aliphatischer Polysulfonsäuren mit Aminogruppen enthaltenden Alkoholen oder Carbonsäuren oder deren Lactamen umsetzt.

I.G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT