

3446 - 30/5.01 - 53

1. Juli 1941.

000963

5861 ✓

Herrn Dr. Goethe l .

Betrifft: Untersuchung eines Spaltproduktes aus dem Schmieröl-
betrieb.

Einsatzprodukt: Krackbenzin aus Kaltpressöl vom 14.5.41.

Analyse der Spaltprodukte:

Probenahme: Die Probenahme erfolgte am 14.6.41 11 - 12⁰⁰.
Es wurden folgende Proben entnommen:

1. Spaltbenzin vom 3. Receiver
2. Kühlbenzin
3. Endgas
4. Einsatzprodukt

Die Abnahme des Spaltbenzins erfolgte in einer auf 0°C ge-
kühlten Flasche.

Das Kühlbenzin wurde in einer auf -80° gekühlten 2 l-Stahl-
flasche aufgefangen.

Das Endgas wurde in zwei hintereinandergeschalteten, mit
flüssiger Luft gekühlten Kondensationsgefäßen aufgefangen.

Analyse der Spaltprodukte:

1.) Spaltbenzin:

Von dem Spaltbenzin wurden 1 500 cm³ bei 0°C abgemessen,
in einer Feinschnittkolonne eingesetzt und fraktioniert.
Das anfallende Tiefkondensat wurde gemessen und zur wei-
teren Analysierung in die Gasfeindestillation eingesetzt.

2.) Kühlbenzin:

Das bei -80° aufgefangene Kühlbenzin wurde bis auf Zimmer-
temperatur aufgetaut. Die hierbei gasförmig abgehenden
Anteile wurden in zwei hintereinander geschalteten Konden-
sationsgefäßen aufgefangen, wobei Gefäß 1 auf -75° und
Gefäß 2 mit flüssiger Luft gekühlt waren. Die Kondensat-
menge wurde gewichtsmäßig bestimmt und in der Gasfein-

a.
Schniff

destillation analysiert. Der noch in der Stahlflasche verbleibende Rest wurde in einem auf 0°C gekühlten Meßzylinder abgemessen und in einer Feinschnittkolonne destilliert. Das anfallende Tiefkondensat wurde durch Feindestillation fraktioniert und analysiert.

Anlagen.

Analysendaten des Einsatzproduktes

Frakt.	Gew. %	J.Z.	d ₂₀
-248	0,5	-	0,7517
248-273	0,6	31,4	0,7569
273-285	0,5	21,3	0,7569
285-296	0,6	15,8	0,7624
296-308	0,8	11,7	0,7659
308-330	3,0	10,7	0,7679
330-352	8,2	9,4	0,7724
352-367	4,4	7,3	0,7787
367-373	3,0	5,8	0,7842
>373	78,4	4,5	0,8032

Analyse der Spaltprodukte.

1.) Spaltbenzin = 93,4 kg D₂₀ = 0,7383.

Unters. auf	Tiefkondens.		Benzin		Gesamt- menge kg	vom Einsatz	Bemer- kungen
	3,64 kg Gew.%	kg	89,76 kg Gew.%	kg			
C ₂ H ₆	0,5	0,018			0,018	0,00	
C ₃ H ₈	7,0	0,255			0,255	0,20	
n-C ₄ H ₁₀	4,5	0,164			0,164	0,10	
i-C ₄ H ₁₀	4,2	0,153			0,153	0,10	
C ₂ H ₄	0,6	0,022			0,022	0,00	
C ₃ H ₆	10,9	0,397			0,397	0,30	
1-C ₄ H ₈	26,0	0,946			0,946	0,80	} 0,9
2-C ₄ H ₈	3,3	0,120			0,120	0,10	
i-C ₄ H ₈	1,5	0,055			0,055	0,00	
C ₅ -	36,2	1,320	2,3	2,14	3,460	2,90	
+	3,6	0,131	0,3	0,28	0,411	0,30	
C ₆ -	1,5	0,055	7,5	7,00	7,055	5,70	
+	0,2	0,007	0,7	0,65	0,657	0,50	
C ₇ -			8,2	7,65	7,650	6,10	
+			0,9	0,84	0,840	0,70	
C ₈ -			6,0	5,60	5,600	4,50	
+			0,7	0,66	0,660	0,50	
C ₉ -			5,4	5,00	5,000	4,00	
+			0,6	0,56	0,560	0,50	
C ₁₀ -			7,9	7,39	7,390	5,90	
+			1,2	1,12	1,120	0,90	
C ₁₁ -			5,3	4,95	4,950	4,00	
+			0,9	0,84	0,840	0,70	
C ₁₂ -			7,0	6,55	6,550	5,20	
+			1,1	1,03	1,030	0,80	
C ₁₃ -			5,9	5,52	5,520	4,40	
+			0,8	0,75	0,750	0,60	
C ₁₃₊			15,4	14,40	14,400	11,50	
			18,0	16,80	16,800	13,40	= 74,71 %

2.) Kühlbenzin = 4,47 kg D₂₀ = 0,6628.

Unters. auf	F. K. Entgasung Gew. % kg	F. K. Destillat Gew. % kg	Benzin Gew. % kg	Gesamt- menge kg	VOM Einsatz Gew. %
C ₂ H ₆	4,1 0,056			0,056	0,0
C ₃ H ₈	12,0 0,164	1,4 0,016		0,180	0,1
n-C ₄ H ₁₀	5,2 0,071	4,9 0,058		0,129	0,1
i-C ₄ H ₁₀	5,9 0,081	5,2 0,061		0,142	0,1
C ₂ H ₄	2,4 0,033	0,1 0,001		0,034	0,0
C ₃ H ₆	23,8 0,326	1,6 0,019		0,345	0,3
1-C ₄ H ₈	21,6 0,296	26,0 0,306		0,602	0,5
2-C ₄ H ₈	4,6 0,063	1,5 0,018		0,081	0,1
i-C ₄ H ₈	1,2 0,016	1,9 0,022		0,038	0,0
C ₅ -	15,6 0,214	49,5 0,582	8,0	0,358 1,154	0,9
+	3,1 0,043	6,5 0,076	2,0	0,089 0,208	0,2
C ₆ -	0,4 0,005	1,1 0,013	13,5	0,603 0,621	0,5
+	0,1 0,001	0,3 0,003	3,8	0,170 0,174	0,2
C ₇ -			7,6	0,340 0,340	0,3
+			2,2	0,098 0,098	0,1
C ₈ -			0,4	0,018 0,018	0,0
+			0,1	0,004 0,004	0,0
C ₉ -			5,2	0,232 0,232	0,2
+			0,3	0,013 0,013	0,0
	1,369	1,175	1,925	4,469	3,6 %

0,6

000967

3.) Endgas == 23,350 kg I.-G. 1,54.

Untersucht auf	Endgas Gew. %	kg	vom Einsatz Gewichts- %	
CH ₄	6,8	1,585	1,3	
C ₂ H ₆	17,0	3,970	3,2	
C ₃ H ₈	11,2	2,620	2,1	
n-C ₄ H ₁₀	0,0	0,000	0,0	
i-C ₄ H ₁₀	2,2	0,513	0,4	
C ₂ H ₄	22,1	5,160	4,1	
C ₃ H ₆	23,4	5,460	4,4	
1-C ₄ H ₈	8,6	2,010	1,6	} 1,7
2-C ₄ H ₈	0,0	0,000	0,0	
1-C ₄ H ₈	0,5	0,117	0,1	
i-C ₅ H ₁₀	} 4,8	1,120	0,9	} 1,3
n-C ₅ H ₁₀		0,467	0,4	
nC ₅ H ₁₂	2,0	0,093	0,0	
CO	0,4	0,233	0,2	
CO ₂	1,0			

18,7

~~000967~~
000968

Gewichtsprozent vom Einsatz:

	Olefine	Paraffine	Σ
C ₁	-	1,3	1,3
C ₂	4,1	3,2	7,3
C ₃	5,0	2,4	7,4
C ₄	3,2	0,8	4,0
C ₅	5,1	0,5	5,6
C ₆	6,2	0,7	6,9
C ₇	6,4	0,8	7,2
C ₈	4,5	0,5	5,0
C ₉	4,2	0,5	4,7
C ₁₀	5,9	0,9	6,8
C ₁₁	4,0	0,7	4,7
C ₁₂	5,2	0,8	6,0
C ₁₃	4,4	0,6	5,0
> C ₁₃	11,5	13,4	24,9
CO	0,2		
	69,9	27,1	

30. September 1941.

41/9/4

Herren Professor Martin
Dr. Hagemann
Direktor Alberts
Dr. Kolling
Dipl.-Ing. Stuhlfarrer

Betrifft: Untersuchung des katalytischen Spaltbensins (LII-Anlage)

Für die Bestimmung des Mischungsverhältnisses der einzelnen Bensine und damit für die Berechnung der Ausbeuten an Flieger- und Autobensin in der geplanten Neuanlage (Cracking - Polymerisation) war es notwendig, auch die Eigenschaften - besonders die Höhe der Oktanzahlen - des katalytischen Spaltbensins und dessen Einzelfraktionen festzustellen.

Da zur katalytischen Cracking ein Produkt mit den Siedegrenzen von 150° - 300° eingesetzt wurde, kamen als katalytische Spaltbensine die unter 150° siedenden Flüssiganteile zur Untersuchung. Sie erstreckte sich auf die Fraktionen $50 - 80^{\circ}$, $80 - 110^{\circ}$, $110 - 135^{\circ}$ und $135 - 150^{\circ}$, außerdem noch auf die Fraktionen $50 - 100^{\circ}$ und $100 - 150^{\circ}$, die als Bensin I und Bensin II bezeichnet wurden. Die Trennung in Einzelfraktionen geschah in unserer neuen Labordestillationskolonne. Von jeder Fraktion wurde die eine Hälfte unhydriert gelassen, die andere in einer Rührreaktoren vollkommen hydriert und beide Teile anschließend untersucht. Eine Zusammenstellung der Eigenschaften aller Fraktionen liegt in Tabelle I vor. Darin ist vor allem Folgendes auffallend:

- 1.) **Die hohen spez. Gewichte.** Um zu erfahren, ob sie durch einen Gehalt an Aromaten oder Naphthenen verursacht werden, wurden von der hydrierten C_6 -, C_7 und C_8 -Fraktion die Anilinzahlen bestimmt und das $(n_D - \frac{d}{2})20$ für die einzelnen Fraktionen errechnet. Diese Werte sind alle neben denen der Paraffine, Naphthene und Aromaten auf dem Beiblatt 1 graphisch wiedergegeben. Der Verlauf der Kurven von den KO -

Produkten berechtigt zur Annahme, daß nicht nur normale oder verzweigte Kohlenwasserstoffe vorliegen, sondern daß ein gewisser Gehalt an Naphthenen vorhanden ist.

- 2.) Der starke Abfall der Jodzahl bzw. des Olefingehaltes mit steigender Siedekennziffer.
- 3.) Die überaus hohe Bleiemfindlichkeit besonders der höher siedenden Fraktionen.

Auf Beiblatt 2 sind die Siedekurven (ASTM) der einzelnen Fraktionen wiedergegeben. Die schwarzen Kurven bedeuten die nicht hydrierten Produkte, die roten geben die entsprechenden hydrierten wieder. Die beiden grünen Kurven veranschaulichen den Verlauf der Siedelage von Benzol I und Benzol II im hydrierten Zustand, während die blaue Kurve das katalytische Spaltbenzol gemischt mit Rücklauf wiedergibt.

Beiblatt 3 zeigt die Olefinkurve aus der Jodzahl berechnet. Sie fällt mit steigender Siedekennziffer steil - fast linear - ab. Die stärkere Abnahme bei der letzten Fraktion scheint durch einen gewissen Gehalt an Recycle-Produkt verursacht zu sein.

Die folgenden Beiblätter geben eine graphische Zusammenstellung aller Oktanzahlen, und zwar Beiblatt 4 der Research-, Beiblatt 5 der Motor-Oktanzahlen, auf Beiblatt 6 sind die Werte beider zum Vergleich nebeneinander aufgetragen. Die einzelnen Produkte sind im nicht hydrierten Zustande (rot) und im hydrierten Zustande (grün) ohne und mit Blei (gelb) geklopft worden.

Während bei den Motoroktanzahlen eine ziemlich gleichmäßige Abnahme der O.Z. mit steigender Siedekennziffer und ein gleichmäßiges Ansteigen der Bleiemfindlichkeit (Unterschied ist als Δ bezeichnet) festzustellen war, blieben die Werte bei den R.O.Z. mit Bleisatz bei der C_6 -, C_7 - und C_8 -Fraktion konstant. Da dies sehr unwahrscheinlich schien, wurden aus einem anderen KC-Produkt die Fraktionen noch einmal geschnitten und die O.Z. bestimmt. Sie sind auf Beiblatt 7 wiedergegeben und zeigen tatsächlich zwischen der C_6 - und C_7 -Fraktion keine Abnahme. Vielleicht ist dies auf einen stärkeren Naphthengehalt als in den höheren Produkten zurückzuführen.

Auf Beiblatt 4 und 5 sind die O.Z.-Werte für Benzin I und Benzin II zwischen die dazugehörigen Fraktionen gezeichnet. Auf Beiblatt 6 dagegen stehen Benzin I und Benzin II zum besseren Vergleich nebeneinander, da noch ein weiteres Benzin I, das aus der Spaltung von C₈- und C₉-Produkt entstanden war, aufgezeichnet wurde, das bedeutend höhere Werte zeigte.

Beiblatt 7 gibt noch die fehlenden R.O.Z. von Benzin I und Benzin II mit und ohne Bleisatz im nicht hydrierten Zustande wieder. Die Werte liegen bei diesem Produkt alle etwas tiefer.

Auf Beiblatt 8 ist die Abhängigkeit zwischen Siedekennsiffer und O.Z. graphisch wiedergegeben. Bis auf das stärkere Abfallen der O.Z. in der Fraktion 135 - 150°, die durch den Gehalt an Recycle-Produkt hervorgerufen wird, verlaufen die Kurven ziemlich gleichmäßig - fast geradlinig - wobei zu beachten ist, daß die R.O.Z. und M.O.Z. sowohl beim nicht hydrierten als auch beim hydrierten Produkt nahe beisammen liegen.

Zusammenfassend kann gesagt werden, daß sich das Benzin I wegen seiner hohen Motoroktanzahl mit 0,12% Bleisatz (von 84 bis über 90 M.O.Z. je nach dem Produkt, das zur Spaltung eingesetzt wird) im hydrierten Zustand (Beiblatt 6) als Mischkomponente für ein Fliegerbenzin zweiter Sorte sehr gut eignet, während der Rest (Benzin II) ein Autobenzin gibt, das mit 0,45 Pb eine Research-Oktaanzahl von 65 - 70 zeigt und auch sonst überaus günstige Eigenschaften (d₂₀ = 0,75) besitzt.

Anlagen.

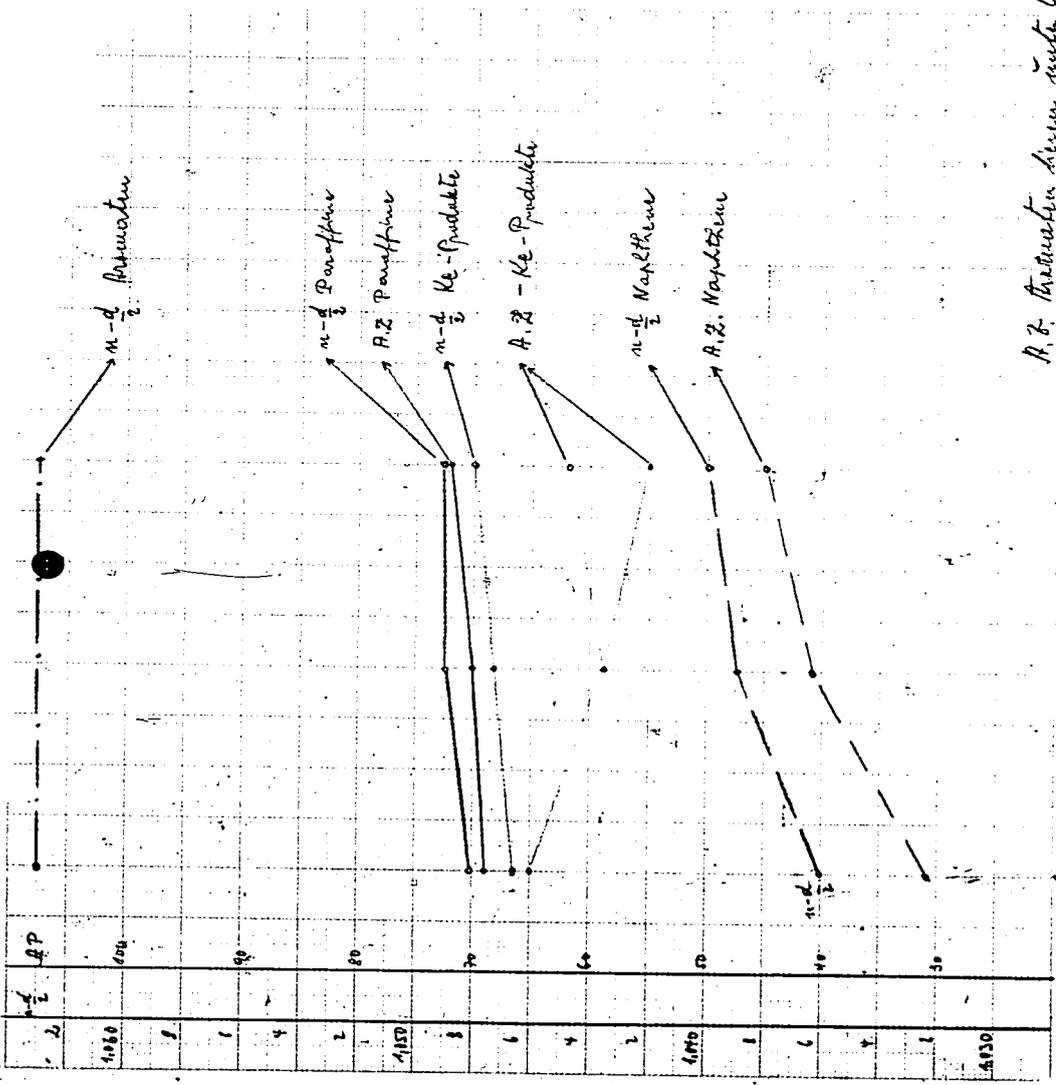
Tabelle I

Katalytisches Spaltbrenn (LT-Anlage vom 1.3.41).

Fraktion	50 - 80°		80 - 110°		110 - 135°		135 - 150°		50-100°		100-150°	
	n.hydr.	hydr.	n.hydr.	hydr.	n.hydr.	hydr.	n.hydr.	hydr.	hydr.	hydr.	hydr.	hydr.
4 ₂₀	0,6901	0,6868	0,7405	0,7100	0,7618	0,7306	0,7586	0,7339	0,6715	0,7269		
nB ₂₀	1,4000	1,3804	1,4240	1,4003	1,4353	1,4103	1,4323	1,4128	1,3830	1,4099		
Walddruck	0,5	0,53	0,19	0,26	0,12	0,19	0,08	0,16	0,56	0,12		
Jedezahl	218,2	0,0	137,8	2,8	56,6	1,0	22	0,4	0,4	0,4		
% Olefine aus J.-Z.	81,5	-	53	-	24	-	11	-	-	-		
R.O.Z.	86,5	64,2	69,5	44	55	26	23	14	59	4		
MOZ + 0,12 Pb	95,5	96	96,6	-	95,3	83	74	61,4	81,5	62,2		
M.O.Z.	79,4	66,3	71,4	51,2	55,6	36	27	14	61,3	18		
MOZ + 0,12 Pb	87,0	89	84	80	76,6	69,4	62,3	56,4	83,8	61,4		
S.B °C	53	52	81	76	111	104	130	92	32	111		
S.Z °C	82	108	112	118	146	148	150	149	131	149		
(10 ⁴)	59	57	86	82	117	110	136	125	56	117,5		
(50 ⁴)	64	63	93	91	122	117	141	135	69	127		
(95 ⁴)	72	77	106	105	133	129	148	146	110	145		
S.K.Z.	64,1	63,6	94,4	91,3	122,5	177,2	140,5	134,4	70,2	128,5		

Benke, P.

030973



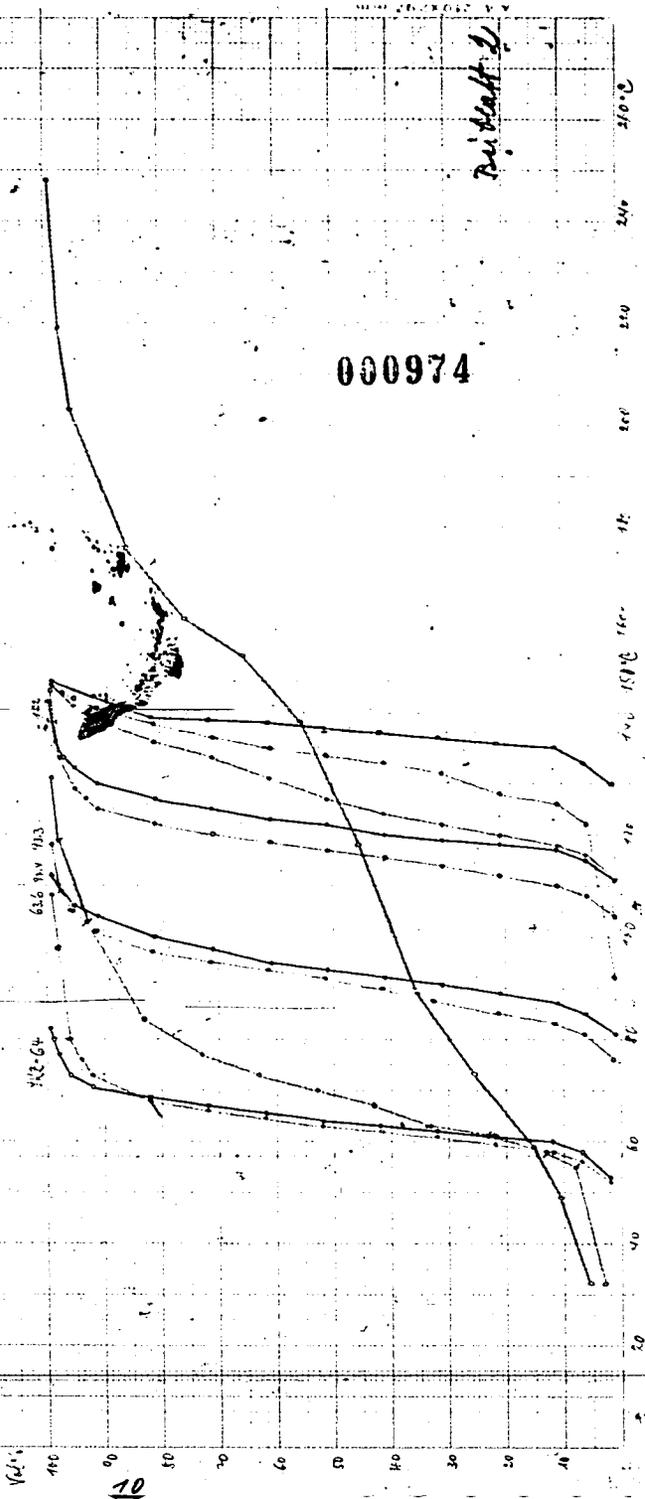
R. F. Anstraten gegen Luft 0

C₆ 50-90
C₇ 80-110
C₈ 110-125

Lat. Spalding (R.M)

Barium Iod. Purified II

Chlorophyll, acet. hydrate
Hydrate



Kat. Spaltbenzin (RT)

olefine - Kohlen

olefine auf 3-d. Zahl berechnet

% Olefine

100

000975

90

80

60

40

20

10

Fractionen →

50-70°

70-110°

11

110-135°

135-170°

Beiblatt 2

Beitrag 4.

Research - Oktanzahlen - Kat. Spethmann (RT)

Δ_1	Δ_2	Δ_2	Δ_1	Δ_2	Δ_1	Δ_2	Δ_2	Δ_1	Δ_2
40	32	32,5	27	-	40,5	57	42	51	47,5

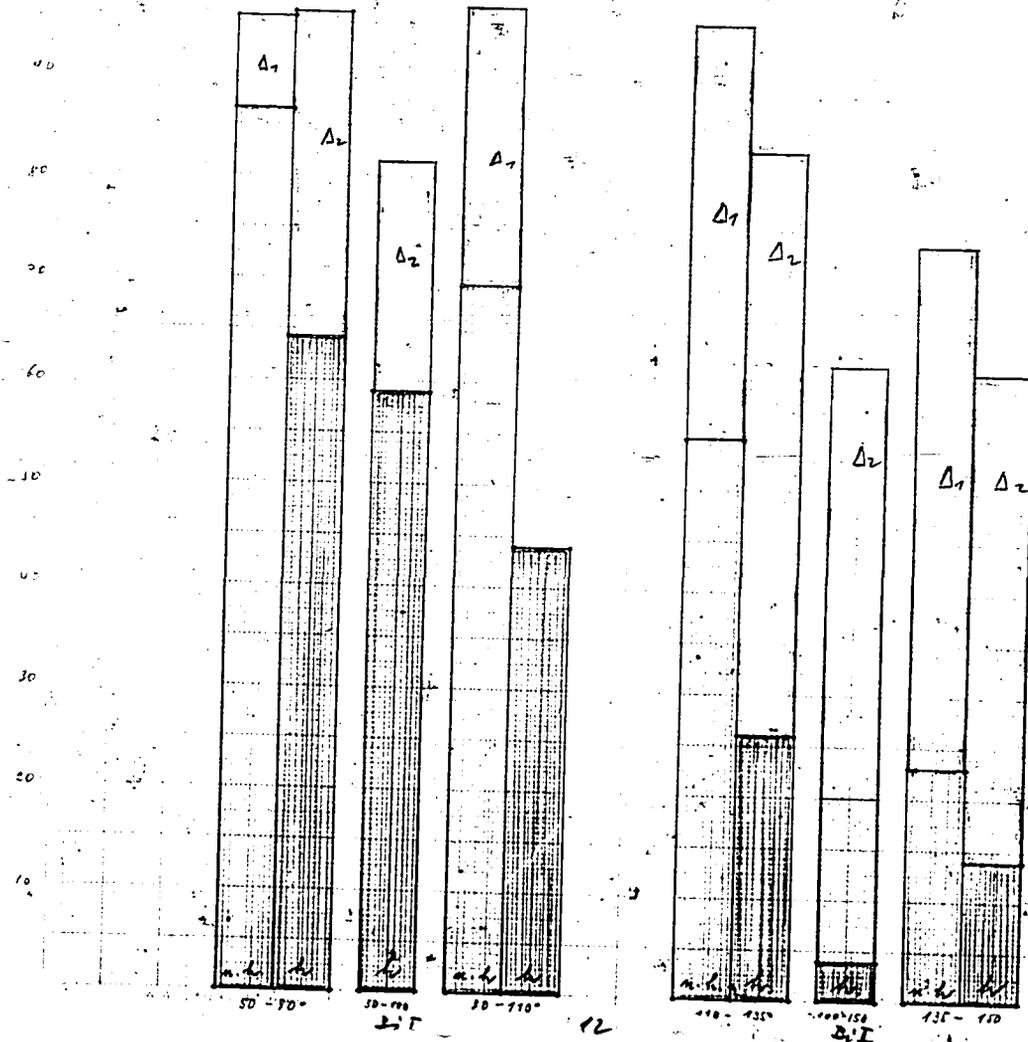
000976

R.O.Z.

100

3, I

3, II



Beilage 5

Kator-Oktanmolen - Kat. Spaltensumme (L.V.)

Δ_1	Δ_2	Δ_{21}	Δ_1	Δ_2	Δ_1	Δ_2	Δ_2	Δ_1	Δ_2
7,6	22,7	22,5	12,6	28,8	21,0	33,4	43,4	35,3	42,4

(Zahlen können für den substituiert werden)

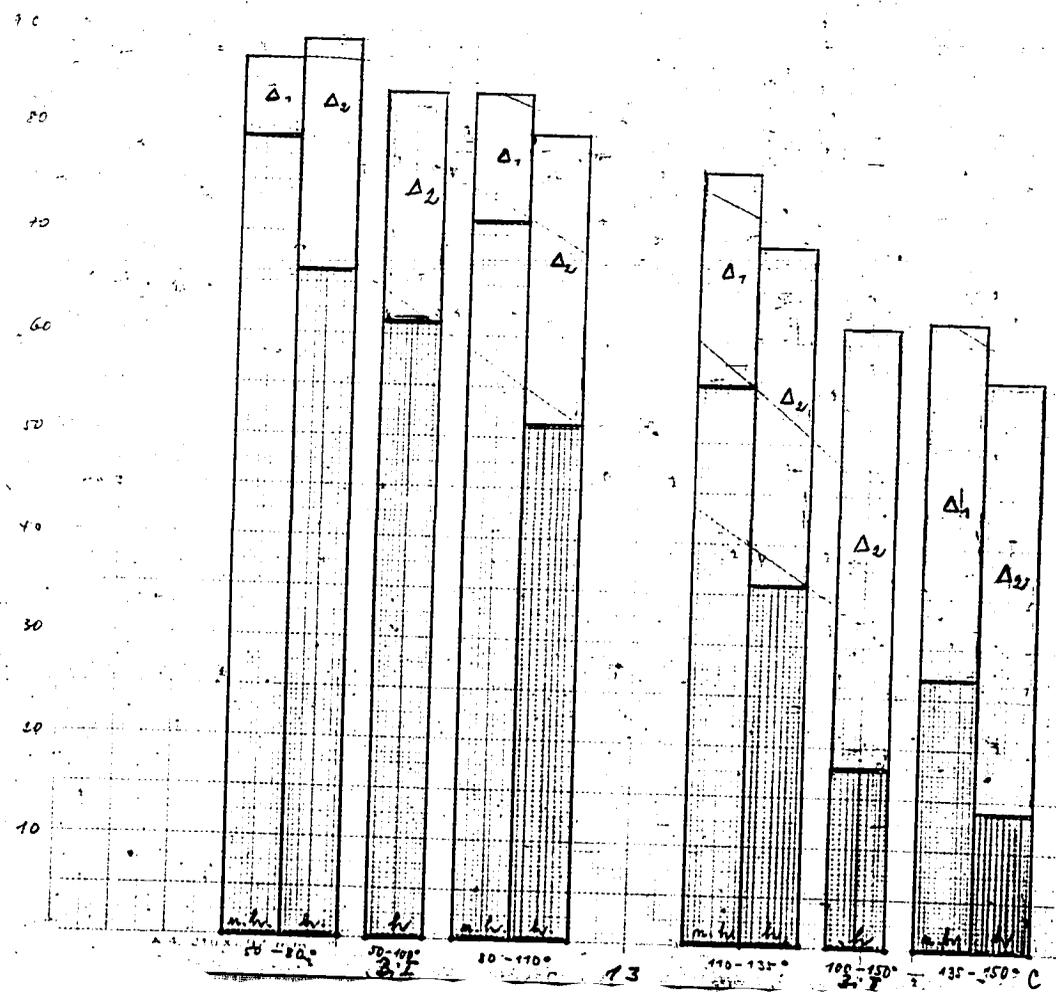
MOZ

000977

100

Bi I

Bi II



000979

100

90

80

70

60

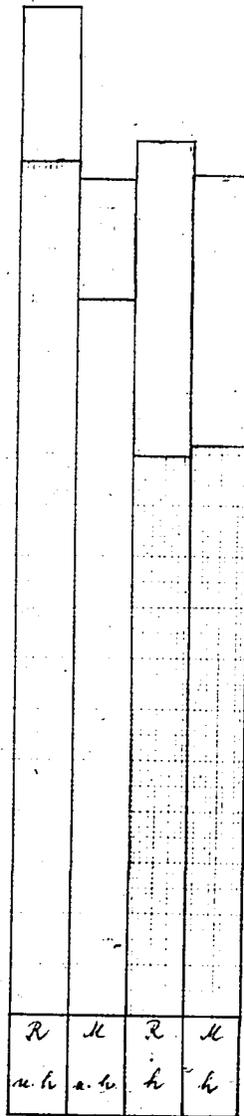
50

40

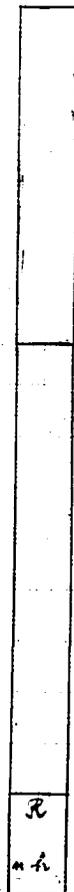
30

20

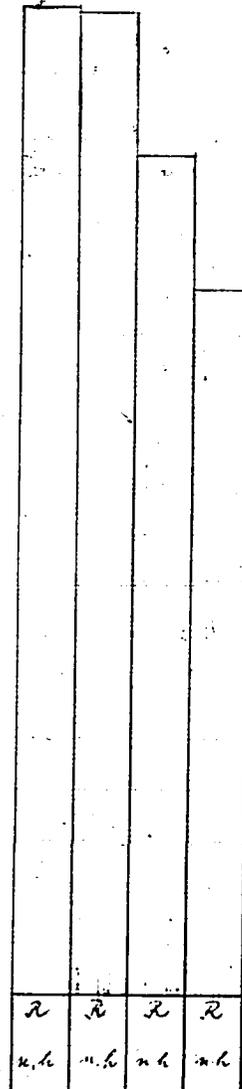
10



Bi I: 50-100°



Bi I: 100-150°



Bi I: 150-200°

Ruhrchemie Aktiengesellschaft
5 Oberhausen-Holten
Zentrale - Mm.

Blatt

000930

vom 11. Oktober 1941.

Herrn Professor M a r t i n
Dr. H e g e n a n n
Direktor A l b e r t s
Dr. K o l l i n g
Dipl.-Ing. Stuhlpfarrer

Betrifft: Untersuchung des katalytischen Spaltbenzins (H-Anl.)
Bericht vom 30.9.1941.

In der Anlage übersenden wir Ihnen das zu c. a.
Bericht gehörende Beiblatt-8.

Beiblatt 8.

- 1) R.O.Z + 1/2 Pb nicht hydriert
- 2) R.O.Z + 1/2 Pb hydriert
- 3) M.O.Z + 1/2 Pb nicht hydriert
- 4) M.O.Z + 1/2 Pb hydriert
- 5) M.O.Z nicht hydriert
- 6) R.O.Z nicht hydriert

- 7) M.O.Z hydriert
- 8) R.O.Z hydriert

