

Oberhausen-Holten, den 14. Juli 1939.

G e h e i m

000659

Herrn Prof. M a r t i n
" Dr. H a g e m a n n
" Dir. A l b e r t s
" Dipl.-Ing. W i l k e .

Betr.: Gewinnung von Reintoluol aus A.K.-Benzin.

Als Ausgangsprodukt der Aromatisierung dienten die Fraktionen eines A.K.-Benzins mit den Siedegrenzen $90 - 99^{\circ}$ und $90 - 100^{\circ}$. Die Fraktionierung erfolgte in einer großen Jantzenkolonne. (Versuchshalle). Die so erhaltenen Fraktionen wurden bis zu einem ungefähren Toluolgehalt von 45 % im Flüssigprodukt aromatisiert.

Dieses Produkt wurde zunächst in einer kleinen Bruun'schen Kolonne bis 99° vordestilliert unter Einhaltung eines Rücklaufverhältnisses von schätzungsweise 1:20 bis 1:30. Die abgenommene Menge betrug bei der kleinen Kolonne 30 Tropfen pro Minute, entsprechend einer Menge von $70 - 80 \text{ cm}^3$ pro Stunde. Die Fraktion bis 99° enthielt ca. 6 % Toluol. Anschließend wurde ^{der} bei dieser Destillation auffallende Rückstand in eine große Bruun'sche Kolonne übergeführt. Dort wurde folgendermaßen fraktioniert:

20 Tropfen pro Minute, entsprechend ca. 40 cm^3 pro Std.

1. Fraktion bis 100°
2. " $100-109^{\circ}$ (bzw. 110° je nach Barometerstand)
3. " $109-110^{\circ}$ " $110-111$ " "

Fraktion 1 enthält das restliche Heptan mit einem Toluolgehalt von ca. 2 - 3 %.

Fraktion 2 (Zwischenfraktion) betrug ca. 3 % und enthielt im Mittel 65 % Toluol.

Fraktion 3 wurde in Anteilen von je 50 cm^3 aufgefangen von denen laufend die Dichten bestimmt wurden. Die Produkte, deren Dichte bei 20° niedriger als 0,8640 (Korr.) war, kamen zur Zwischenfraktion zurück; ihre Menge betrug im Mittel ca. 5 %. Die Fraktionen mit einer Dichte höher als

000660

0,865 (Korr.) bildeten das sogenannte Roh-toluol. An Roh-toluol wurden im Mittel ca. $\frac{2}{3}$ des im sog. Flüssigprodukt vorhandenen Toluol gewonnen. Die Zwischenfraktion wurde später ein 2tes Mal destilliert und die Anteile mit einer Dichte von 0,864 - 0,865 (Korr.) getrennt aufgefangen und auch später getrennt raffiniert.

Raffination des Roh-toluols.

Das so gewonnene Roh-toluol mußte noch einer Raffination mit Schwefelsäure unterworfen werden um es von seinem Olefin-gehalt zu befreien. Zu diesem Zweck wurde es in Anteilen von je 2 Litern je einmal mit 3 Vol.-% und je 2 mal mit 2 % einer Schwefelsäure von 96 % in einem Scheidetrichter 5 Min. lang geschüttelt. Es zeigte sich, daß diese Einwirkungs-dauer ausreichend ist, und es nicht nötig ist, dieselbe zu er-höhen, auf etwa 15 Minuten, was ursprünglich geschah. Anderer-seits konnte festgestellt werden, daß es nicht statthaft ist den Prozentgehalt der Raffinations-säure herabzusetzen. Bei Anwendung einer 90 %igen oder gar 85 %igen Schwefelsäure war die Raffinations-wirkung eine wesentlich schlechtere. Man kann übrigens den Grad der Raffination an der Farbe der benutzten Säure erkennen. Die letzte Säure soll nur noch orange, nicht mehr rot gefärbt sein. Gegebenenfalls ist die Raffination noch 1 oder 2 mal durchzuführen. Der Behandlung mit Schwefelsäure schließt sich eine solche mit dest. Wasser an. Die Menge des angewandten Wassers betrug 10 Vol.-% des Toluols. Es ist sehr zweckmäßig nach der Schwefelsäure-be-handlung zunächst eine Waschen ohne Schütteln vorzunehmen. Man entfernt durch diese Maßnahme die Hauptmenge der gebil-deten Sulfonierungsprodukte und bekommt bei der eigentlichen Waschung eine viel schnellere Trennung der beiden Phasen. Dann wird mit einer 5 %igen Sodalösung gewaschen und zuletzt noch einmal mit dest. Wasser nachgewaschen. Die Dauer der einzelnen Prozesse ist die gleiche wie bei der Säurebehand-lung. Das sorgfältig mit CaCl_2 getrocknete Produkt wird noch einmal destilliert. Hierdurch wird es von den bei der Schwefelsäurebehandlung sich bildenden Harzen und Polymeri-sations^{produkten} befreit und stellt nun das Reintoluol dar. Es ent-spricht

000661

spricht vollkommen den vom Benzolverband geforderten Bedingungen, wie folgendes Beispiel erkennen läßt:

1. Dichte $d_{15} = 0,87028$ (Korr.)
gefordert: $0,870 \pm 0,001$
2. H_2SO_4 -Test: praktisch 0, gefordert $< 0,3$
3. Farbe: wasserhell wie gefordert
4. Bromzahl: 0, gefordert $< 0,4$
5. Siedegrenzen: $0,2^\circ$ bei ca. 95 % Destillat
gefordert 90 % innerhalb $0,6^\circ$
95 % " " $0,8^\circ$
6. Geruch: frei von Merkaptan wie verlangt
ebenso schwefelfrei.

Petri
N