

6. März 1941.

41/3/8

B e r i c h t

über die Ergebnisse der Untersuchungen von
Wasserproben aus der Reaktions- bzw. Regenerier-
phase des katalytischen Spaltprozesses.
(Entnommen in der LF-Anlage)

Das Auftreten einer O_2 — CO_2 Diskrepanz (Fehlen von Sauerstoff im Regenerier-Austrittsgas bei der Luftbehandlung zwecks Verbrennung des abgeschiedenen Kohlenstoffes) gab Veranlassung zu Untersuchungen, die der Feststellung dienen sollten, ob sich beim Regenerieren mit Luft der verschwundenen Menge Sauerstoff annähernd äquivalente Mengen an Säuren, Aldehyden, Ketonen bzw. überhaupt sauerstoffhaltige Verbindungen bilden würden. Ohne auf Einzelheiten in der Durchführung dieser Untersuchungen - Nachweis obiger Verbindungen usw. - einzugehen, kann gesagt werden, daß die fehlende Menge Sauerstoff nur zu einem geringen Teil in organischen Verbindungen enthalten ist. In der Gasphase - Endgas der Luftbehandlung - waren sauerstoffhaltige Produkte nicht, und im Regenerierwasser - da die Luftblasung unter Dampfzusatz erfolgt - nur in geringer Menge nachzuweisen. Daher wäre außerdem noch die Möglichkeit in Betracht zu ziehen, daß ein Teil des analytisch nicht mehr nachweisbaren, fehlenden Sauerstoffs zur Oxydation des bei der Wasserstoffbehandlung reduzierten Eisens, und zwar sowohl des Reaktors als auch des Kontaktes verbraucht worden ist.

Da sämtliche untersuchten Reaktions- und Regenerierwasser sauer reagierten, also zweifellos organische Säuren enthielten, sollte geprüft werden, ob nach dem Neutralisieren mit Soda und starkem Schütteln eine Schaum- bzw. Emulsionsbildung sowohl an der Oberfläche des Wassers allein als auch an der Grenzfläche Benzin - H_2O festzustellen war, dazu wurde der Fe-Gehalt im Wasser bestimmt. Kolorimetrisch aber Eisenrhodanid - nur die NZ und VZ festgestellt. Außerdem

- 2 -

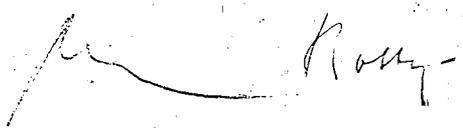
wurde bei 2 Proben das angefallende Flüssigprodukt auf das Vorhandensein von Säuren und Estern untersucht. Ferner sollte festgestellt werden, ob Aldehyde und Ketone bzw. Alkohole in nennenswerten Mengen darin enthalten seien.

Das wesentlichste Ergebnis nachstehender Tabelle dürfte sein, daß Emulsionsbildung in nennenswerter Stärke in keinem Falle festzustellen war, einerlei ob es sich um Regenerierwasser oder um Reaktionswasser bzw. Reaktionswasser und Benzin handelt. Es wurde jeweils soweit mit Soda alkaliisiert, daß die Lösung gegen Phenolphthalein deutlich rot gefärbt war.

Ließen schon die Dichten der Wasserproben deutlich erkennen, daß nennenswerte Mengen organischer Verbindungen nicht anwesend waren - die Dichten hätten erheblich tiefer liegen müssen - so konnte diese Vermutung wenigstens teilweise durch Bestimmung der NZ und VZ erhärtet werden. Beide waren in allen Fällen sehr gering (siehe Tab.). OH-Zahlen und CO-Zahlen konnten nicht ermittelt werden, erstere nicht wegen der vorhandenen großen Wassermengen, letztere nicht, da das vorhandene Eisen auf freies Hydroxylamin katalytisch zersetzend wirkt.

Die gefundenen Eisenmengen waren in den einzelnen Proben recht verschieden, so daß sich irgendwelche Rückschlüsse z.Zt. noch nicht ziehen lassen, zumal die Neutralisationszahlen untereinander nur wenig differierten und selbst beim Einbeziehen der V.Z. eine Parallellität in keinem Falle zu erkennen ist.

Die Untersuchung des Flüssigproduktes ergab eine praktisch völlige Abwesenheit von Aldehyden, Ketonen und Alkoholen. Auch die N.Z. war sehr gering, während die V.Z. etwas höher lag. Insgesamt beträgt die vorhandene Menge an sauerstoffhaltigen Produkten schätzungsweise höchstens 0,1 %; sie ist aber wahrscheinlich noch wesentlich geringer.


Durchschrift

000969

Tabelle.

| Sta. der Probe | $\frac{D_{70}}{D_{100}}$ H ₂ O | $\frac{D_{70}}{D_{100}}$ regeneriertes H ₂ O | $\frac{D_{70}}{D_{100}}$ Essig | h. Z. | h. Z. | h. Z. | h. Z. | Verhalten nach dem Haltezeit mit Substanz und Schütteln | Reinigungsgrad | Beobachtungen |
|---------------------|---|---|--------------------------------|-------|-------|-------|-------|---|----------------|---|
| K ₂₄ | - | 0,999 | - | 0,22 | 0,60 | - | - | sehr geringe, bald zerfallende Emulsionsbildung. | 17,5 | Emulsion kaum stärker als H ₂ O + Substanz allein, feinsprühend. |
| K ₂₅ | - | 0,999 | - | 0,2 | 0,24 | - | - | Geringe, nach kurzem Stehen zerfallende Emulsion | 12,0 | fe auch nach längeren Stehen noch gut flüssig. |
| (K _{10a}) | 1,000 | - | - | 0,22 | 0,5 | - | - | etw bei K ₂₄ | 7,5 | Die K ₂₅ |
| (K _{10b}) | - | - | 0,797 | 0,2 | 0,3 | 0 | 3 | 100 cm Paste + 100 cm Reaktions H ₂ O mit Substanz frisch gemacht, nach etw. Stehen bilden Emulsionsbildung. | - | etw K ₂₅ |
| (K _{6a}) | - | 1,000 | - | 0,25 | 0,25 | - | - | etw K ₂₄ | 3-4 | etw K ₂₅ |
| (K _{6b}) | - | - | - | 0,22 | 0,23 | - | - | " " | 3 | " " |
| (K _{6c}) | - | - | 0,747 | 0,2 | 0,1 | 0 | 3 | " " | - | J. Z. des Benzins 48. |

*) Anzahl des Benzins 30.