NPA 17

START

REEL NO. 11

MILITARY INTELLIGENCE SERVICE

TIIC LIQUID FUELS & LUBRICANTS SUBCOMMITTEE

ENEMY DOCUMENTS

CAPTURED BY OIL MISSION

ADDITIONAL DOCUMENT
NOT ASSOCIATED WITH
BAG 2075.

"LUBE OIL WORK OF
DR. HERMANN ZORN,
LEUNA-WERKE.
QUESTIONS & ANSWERS".

TO: Dr. Zorn

Further information on the Development, Testing and Utilization of Fuels and Lubricants (particularly materials for Military purposes), is XXXXXXXX required.

The investigation of numerous manufacturing plants, interrogation of personnel, in particular Dr. Rossig at Leuna, Dr. Delfts and Dr. Wink at Leverkusen, Dr. Lange at Hoechst, Dr. Wilke and Dr. Penzig at Ungstein-Oppau, Dr. von Philippovich of DVL at Neuburg and Dr. Hagemann of H.W.A. and Ruhr Chemie; and the study or documents have provided information on a variety of processes, products, additives and test methods. Some information is also available on various recommendations or methods used to make the available Fuels and Lubricants and the using equipment match for best Military performance. Some information on routine testing and blending methods has been obtained from the various WIFO depots and key Berlin personnel.

It is requested that you prepare fully summarized information on the following:

A. Summarize you activity inconnection with Fuels and Lubricants research, development, testing and manufacture during the war.
1. What projects were worked on and at hose request.
2. Approximate period of the work, where, when and to whom reported.
3. Important findings or recommendations resulting from the work.
4. What ultimate use was made or the results.

B. Prepare specific answers to the questions outlined in the attached questionaire. Where no information is known, so state and give reason. Where the question has already been fully discussed elsewhere in your summary, so state and note where the information can be found in your report.

The information given in response to the above requests should draw on all pertinent available, reliable sources and should where possible or applicable discuss the merits and value of such coded materials as the following, known to have been tested for Military application:

H_6, H_{10}, H_{32}, H_{140}, H_{426}, Calupsol K, R 200, R 300, 129, E Mischung II,

RCH Diesel Oil D 509, Sulphur product B, SS 902, F 25, T.P. 57, S Product J, SS 978, F 250, TZ 900/5, Autoschlug (Fuschtran), TZ 900/2, Elaol 4, BH_2 K, AEM 3, S ester, SS 970 R, H_{266} X, SS 607, SS 807, SS 1593, A.S.M., 1588/80, VT-702, CV2b, 572, 636, DA 200, MP 11, E D 24, M 70, M 71, M 8, M 9, M 10, Z 111, Z 111a, 21Vc, 2000, A, B, C, D, T, R, I_6, IT 1586 and Dibutin.

Schmieröle

a) Flugöle

1) Welche allgemeinen Typen von Flugölen werden angewandt, aus welchen Quellen werden sie erhalten und warum werden diese Rohstoffe angewandt?

2) Welche Raffinationsmethoden werden für Flugöle angewandt, bis zu welchem Grade werden mit Lösungsmittel raffinierte Öle zu Flugbenzin zugegeben?

3) Bis zu welchem Grade werden synthetische Öle angewandt für das Stellen von Flugölen und welche Vorteile, falls solche Vorteile vorhanden sind, werden erhalten?

4) Bis zu welchem Grade wird Voltol für Flugzeugöle angewandt? Was sind die Gründe und warum wird es oder wird es nicht in ausgedehntem Maße angewandt? Welche Wirkung hat Voltol auf den V.I. oder die Polhöhe?

5) Sind die Vorteile der Zugabe von verbessernden Zusätzen anerkannt und sind diese Zusätze für die Anwendung bei Schmierölen entwickelt worden?

6) Werden Verbesserer der Viskositäts-Temperatur-Empfindlichkeit vom Oppanolgemisch beim Typ des Polyisobutylens bei Flugölen angewandt?

7) Sind Zusätze von irgendwelchem Typ bei Flugölen angewandt worden und wenn dem so ist, welche sind diese und welche Ergebnisse werden durch ihre Anwendung erhalten?

8) Welche Schwierigkeiten wurden gefunden
   a) beim Schäumen des Öles
   b) beim Ringstecken, bei Lagerkorrosion
   und welche Behebungsmittel sind gefunden worden?

9) Haben irgendwelchen besonderen Kombinationen von Lagermetallen mit irgendwelchen besonderen Ölen Schwierigkeiten ergeben? und wenn dem so ist, wie werden diese Schwierigkeiten behoben?

10) Welche Maschinenteste werden mit einem Öl ausgeführt bevor es für Flugzwecke angewandt wird und durch welche Methoden werden die Vorteile eines gewonnenen Öles festgelegt? Wenn kleine Versuchsmaschinen für die Ölprüfung angewandt werden, wie verhalten sich diese gegenüber dem Laufen von grossen Maschinen?

11) Wurden irgendwelche Zusammenhänge gefunden zwischen den Bedingungen von Ventilen und Zündkerzen mit gebleitem Brennstoff und den Ölteilen?

12) Welche Laboratoriumsteste werden für die wichtigsten angesehen und ist irgend welches Laborverfahren entwickelt worden, welches über das tatsächliche Verhalten in einer Maschine Auskunft gibt?

13) Wieviel Stunden Laufzeit liegen normal zwischen den Überholungen?

14) Bis zu welchem Maße werden Ölfilter und/oder Zentrifugen bei Flugzeugmotoren angewandt und welche Typen werden angewandt?

15) Sind irgendwelche Schwierigkeiten mit Schlammablagerungen in den Ölwannen usw. aufgetreten und wenn, welche Behebungsmittel wurden angewandt?

16) Hat man irgendwelche Schwierigkeiten gefunden beim Abnutzen der Reduktionsgetriebe und welche Behebungsmittel wurden angewandt?

17) Welches Schmiersystem und welche Schmiermittel wurden bei den fliegenden Bomben angewandt einschliesslich der Zylinder usw.?

18) Welche Typen von Flugölen werden angewandt bei Strahlantriebmotoren, I.C.Turbinen, Raketengeschossen etc. und welche Spezialeigenschaften sind erforderlich? Welche Temperaturextreme werden bei solchen Apparaturen angetroffen? Durch welche Methoden werden Öle mit niedrigem Stockpunkt erhalten, wenn solche erfordert werden? Ist mehr als ein Schmieröl notwendig?

19) Werden Verdünnungsmittel bei Flugölen angewandt und wenn dem so ist, bis zu welchem Grade und warum wurden Verdünnungsmittel angewandt?

Autoöle.

1) Nach welchen Spezifikationen werden Schmieröle für Benzinmotoren und schnell laufende Dieselmotore hergestellt und welche Wichtigkeit wird den verschiedenen Eigenschaften zugeschrieben?

2) Welches sind die hauptsächlichen Quellen für Motorenöle? Welche Rohstoffe werden benützt, welche Raffinationsmethoden und bis zu welchem Grade werden synthetische Öle zugegeben?

3) Werden Maschinenteste vor der Bewährung ausgeführt und wenn, welche sind diese?

4) Welche Laboratoriumsteste oder Schlammteste werden angewandt und wie stimmen sie mit dem Verhalten in einer Maschine überein?

5) Bis zu welchem Grade wird Voltol bei Motorenölen angewandt? Wird es gewöhnlich mehr für Motorenöle als für Flugöle angewandt und wenn, warum? Welche besonderen Vorteile wurden bei Voltol hinsichtlich Sauberkeit der Maschine, V.I. usw. gefunden?

6) Werden andere Verbesserungsmittel als Voltol angewandt
   a) in Benzinmotoren
   b) in Dieselmotoren?

7) Wurden Schwierigkeiten mit Ringstecken bei irgendwelchen Maschinen beobachtet und mit welchem Verbesserungsmittel wurde gearbeitet ?

8) Welcher Typ von Filtern wure bei mechanisch getriebenen Fahrzeugen angewandt? Wenn Filter vom chemischen Typ angewandt werden, wurden irgendwelche Schwierigkeiten dabei beobachtet?

9) Welcher Abstand wird normalerweise empfohlen zwischen dem Abziehen des Öles?

10) Welche Untersuchungen werden mit gebrauchten Ölen ausgeführt und wie lassen sich die verschiedenen Öltypen mit der Beschaffenheit der gebrauchten Öle vergleichen?

11) Welche Zusätze werden angewandt als Stockpunktserniedriger, V.I.-Verbesserer, Oxydationsverhinderer, Verschleissverhinderer (anti-wear additives), Korrosionverhinderer und Verbesserer der Filmhaftfestigkeit (strength) ?

12) Bis zu welchem Masse werden fette Öle als Motorschmieröle angewandt, welche Art von fetten Ölen wird angewandt und welche Vorteile haben sie?

13) Wurde irgend welche Schmierschwierigkeiten beobachtet bei Generatorgas-Ausrüstung (sowohl Holz- als auch Kohle teile), Frischgas oder mit Acetylen- oder Alkohol-getriebenen Fahrzeugen?

Marine.

1) Welche Schmiermittel werden im besonderen für die Verwendung in Marinedieselausrüstungen vorgeschrieben?

2) Welche Öle werden für mit Dampfturbinen getriebene Fahrzeuge angewandt? Werden erhebliche Zusätze zugegeben?(Korrosions-verhindernde Massen?)

3) Bis zu welchem Maße werden zusammengesetzte Zylinderöle angewandt und welche Mischungskomponenten werden verwandt?

4) Nach welchen Bedingungen werden Schraubenfette (stern-tube greases) hergestellt und welche Mischkomponenten werden angewandt?

5) Zu welchem Zwecke werden wässrige Emulsionen von Ölen mit dem Zusatz von Montanwachs angewandt?

Transmissionsschmieröle.

1) Welche Schmieröle werden empfohlen und für Getriebekästen, Wagen- und Lastwagen-Getriebekästen für normal und synchrom Typen vorgeschrieben?

2) Bis zu welchem Maße werden voltolisierte Öle und zusammengesetzte Öle für Getriebekästen angewandt? Welche Mischkomponenten werden angewandt?

3) Bis zu welchem Maße werden Zusätze vom Stickstoff-Typ, Chlor-Typ usw. in Ölen für Getriebekästen angewandt?

4) In welchem Verhältnis werden gerade Zähne, Spiral-Getriebe, hypoid (?) und Schraubengewinde in Hinterachsen angewandt und welche Öle werden für jeden Typ vorgeschrieben?

5) Welche Zusätze werden bei Ölen für Hochdruck angewandt?

6) Welche Typen werden für Ölverschlüsse angewandt?

7) Bis zu welchem Grade werden gemischte Öle (mit fetten Ölen) für Hinterachsenschmierung angewandt?

8) Welche Temperaturextreme werden bei den verschiedenen Typen der Achsen angetroffen?

Hydraulische Rückstoss- und Pufferöle.

1) In welchem Maße werden reine Mineralöle für diesen Zweck angewandt? Welche Vorschriften beziehen sich insbesondere auf den V.I., Stockpunkt usw.? Aus welchem Rohstoff werden sie hergestellt und mit welchen Raffinationsmethoden?

2) Wie weit werden nicht-mineralische Öle für diesen Zweck angewandt? Wie viel Rizinus-Öl wird hierfür angewandt?

3) Welche Lösungsmittel werden wie Diacetonalkohol, Methylkarbenyl usw. werden angewandt?

4) Wie weit werden Wasser und Glyzerin in hydraulischen Flüssigkeiten angewandt?

5) Welche Arbeiten über nicht-entflammbare hydraulische Öle wurden ausgeführt?

6) Welche Ölverschlüsse werden angewandt und wurden irgendwelche Schwierigkeiten beobachtet als Ergebnis der Wechselwirkung zwischen Verschluss und Flüssigkeiten?

7) Wie weit werden zusammengesetzte Mineralöle angewandt und warum?

Eisenbahnschmieröl.

1) Welche Öle werden für Dampfzylinderschmierung (gesättigte und überhitzte), Ventile, Achsenkästen usw. angewandt und welche Mischkomponenten werden angewandt und warum?

2) Welcher Typ von Rohstoffen wird für diesen Zweck vorgeschlagen? Welcher Asphaltgehalt ist gewöhnlich in solchen Ölen?

3) Werden irgendwelche Spezialöle bei der Schmierung von Diesellokomotiven angewandt und welche Zusätze, sofern solche vorhanden sind, werden benutzt?

Industrieschmiermittel.

1) Welche Typen von Ölen werden bei der Dampfturbinenschmierung angewandt? Werden irgendwelche Schwierigkeiten bei der Korrosion, Emulsionsbildung beobachtet und wenn, wie werden diese abgestellt? Welche Zusätze werden angewandt? Wie gross ist die durchschnittliche Lebensdauer?

2) Welcher Typ von Ölen wird für Transformatoren angewandt?

3) Wie weit werden Mineralöle, Nichtmineralöle, zusammengesetzte Öle, wässrige Emulsionen beim Löschen angewandt? Welche Typen werden für grosse und kleine Gegenstände vorgezogen?

4) Welche Typen von Schneidölen werden angewandt? Werden Korrosionsverhinderer zugegeben und wenn überhaupt, welches sind diese?

5) Welche Typen von Schmiermitteln werden angewandt? Welche Zusätze werden angewandt, um Antikorrosionseigenschaften zu geben?

6) Aus welchen Quellen werden Textilöle raffiniert? Welche Untersuchungen wurden für "carcogenicity" der Öle ausgeführt?

7) Welche Öle werden für Uhren- und Instrumenten-Schmierung angewandt, insbesondere für Luftfahrtzwecke? Welche Mischkomponenten werden angewandt?

8) Was ist "Radiol" und für welche Zwecke wird es angewandt?

9) Was ist die Zusammensetzung von gemischten leichten Maschinenölen?

Fette.

1) Wie weit werden Barium- und Aluminium-Seifen-Fette verwandt?
2) Welche Fette werden für Schmierfette angewandt und welche Ersatzmittel werden benutzt?
3) Wie weit werden Wachse, insbesondere Montanwachs für Schmierzwecke angewandt?
4) Welche Typen von Fetten werden für hohe Temperaturen verwandt?
5) Aus welchem Grunde und wie weit werden Fette in Stossdämpfern für Flugzeuglandevorrichtungen verwandt?
6) Welches Material wird angewandt beim Stapellauf von Schiffen?

Allgemeines.

1) Wie weit werden wässrige Emulsionen für Industrieschmierung angewandt?

2) Wurde dieser Typ von Schmiermitteln je bei Maschinen von irgend welchem Typ angewandt?

3) Nach welchen Verfahren wird heute Voltol hergestellt?

B r e n n s t o f f e

Fliegerbenzine

Brennstoffprüfverfahren.

1) Wie werden Flugkraftstoffe geprüft in a) kleinen Maschinen
   b) grossen Einzylindermotoren
   c) grossen Vielzylindermotoren

2) Welche Wichtigkeitwird der Anwendung von reichen Gemischen und armen Gemischen zugeschrieben?

3) Wie wird das Verhalten von reichen Gemischen gemessen?

4) Wie wird das Verhalten von armen Gemischen gemessen?

5) Welche Arbeit steht zur Verfügung für die Entwicklung von Brennstoffen, die die verbesserten Eigenschaften des schwachen Gemisches haben?

6) Wie weit wirdm die CFR-, Research- oder eine ähnliche Methode angewandt und warum?

7) Welche Beziehung wird erhalten zwischen den kleinen Motoren, grossen Einzylindermotoren und Vielzylindermotoren?

8) Welche Flugteste wurden ausgeführt, um die Antiklopfanforderungen an Brennstoffe zu prüfen?

9) Welche Entwicklungen wurden gemacht in Klopfmessern für Brennstoffprüfzwecke?

10) Welche Vergleichsbrennstoffe werden angewandt:
   a) unterhalb O.Z.100 oder einem entsprechenden Klopfverhalten
   b) oberhalb O.Z.100.?

Deutsche Flugkraftstoffe.

1) Für welche Bedingungen werden C3, B4 und A3-Brennstoffe hergestellt?

2) Was ist der Grund für den hohen Aromatengehalt des deutschen C3-Brennstoffes und für seinen sehr grossen Gehalt an fettem Gemisch? Für welche Flugzeuge wird dieser Brennstofftyp vorgeschrieben?

3) Aus welchen Komponenten werden an den Mischstellen die C3-Brennstoffe gemischt?

4) Welche Schwierigkeiten hat man bei Brennstoffen mit geringem Wassergehalt beobachtet?

5) Welche Schwierigkeiten wurden bei hocharomatischen Brennstoffen beobachtet(Wirkung auf synth.Gummi usw.) ?

6) Wie wichtig wird die Gum-Stabilität angesehen? Welche Gum-Inhibitoren wurden angewandt?

8) Welche Schwierigkeiten wurden bei "vapor-lock", der auf die übermässige Flüchtigkeit des Brennstoffes und ebenso auf gelöste Luft zurückzuführen ist, beobachtet? Wie wurden diese Schwierigkeiten behoben?

10) Welche Arbeit wurde für die Entwicklung von Sicherheitsbrennstoffen geleistet?

11) Welche Maschinen-Untersuchungen wurden ausgeführt über den Einfluß von Maschinenfaktoren, wie z.B. Ventilüberschneidung usw., über Brennstoffverhalten, insbesondere bei schwachen Gemischen?

12) Welche allgemeinen Methoden wurden angewandt bei Kaltstart und wie weit werden spezielle Zündbrennstoffe angewandt und aus welchen Komponenten bestanden sie?

13) Wie weit wurde "run-out" Brennstoff zur Bekämpfung von Kaltkorrosion angewandt?

Antiklopfzusätze.

1) Welche Faktoren entschieden die Bleimenge, die den Flugkraftstoffen zugegeben wurde?

2) Welche Versuche wurden gemacht, um die Bleimenge über die gegenwärtige Menge zu erhöhen?

3) Welche Erfahrungen wurden gemacht über das Verschmieren der Zündkerzen, Korrosion der Auspuffventile usw.? Welche Wirkung hat Blei auf die Überholzeiten? Wurde irgend ein Zusammenhang gefunden zwischen Öltyp und Zylinderkopfablagerungen?

4) Welche Schwierigkeiten hat man gefunden bei Bleiablagerung beim Lagern und welche Inhibitoren, wenn überhaupt, wurden entwickelt, um dem abzuhelfen? Würde irgend ein Spezialtest vorgeschlagen um die Bleistabilität auszuwerten?

5) Welche Labormethode wurde angewandt, um den Bleigehalt eines Brennstoffes zu ermitteln?

6) Welche Arbeit wurde ausgeführt über wechselseitige Antiklopfmittel?

7) Welche Arbeit wurde ausgeführt über die Entwicklung von neuen Bleientfernungmitteln und in welchem theoretischem Prozentsatz wurden sie zugesetzt?

8) Welche Erfahrungen wurden gemacht mit Wassereinspritzung oder anderen zusätzlichen Brennstoffen?

9) Wurden irgendwelche Schwierigkeiten beobachtet, die auf Kalt-Korrosion infolge der Verwendung von verbleiten Brennstoffen zurückzuführen sind? Welche Schritte wurden unternommen, um diese Einwirkung zu bekämpfen?

Detonations-Forschung

1) Welche Arbeit wurde getan und steht zur Verfügung über die Erkenntnis der Faktoren, die die Detonation bewirken, und über die Grundsätze der Verbrennung, z.B. Muhlener-Versuche?

2) Welche experimentellen Arbeiten wurden ausgeführt mit reinen Kohlenwasserstoffen?

3) Welche Arbeiten wurden ausgeführt, um die Vorzündung zu untersuchen und über die Entwicklung der Vorzündungszahlen für Brennstoffe?

Gasturbinen-Brennstoffe. (C)

1) Welche Anforderungen wurden festgelegt a) für Gasturbinenbrennstoff
b) für Brennstoffe für fliegende Bomben
c) Raketen-Brennstoffe?

2) Welche Spezialanforderungen sind für diesen Brennstoff erforderlich und wie wurden diese Anforderungen ermittelt?

3) Welche Entwicklungen sind in Arbeit im Zusammenhang mit dem Brennstoff für diese Art von Maschinen?

Motorbrennstoffe.

1) Welche Anforderungen werden für militärische Zwecke gestellt, insbesondere im Hinblick auf Klopfzahl, Gum-Gehalt, Gum-Stabilität, Dampfdruck und welche Untersuchungsmethoden wurden angewandt? Welche Änderungen in den Anforderungen wurden während des Krieges vorgenommen mit Daten solcher Änderungen?

2) Wurden irgendwelche Schwierigkeiten beobachtet, wenn Wagen mit Brennstoffen mit höherer Bleikonzentration gefahren wurden, wie z.B. der neue Tankbrennstoff, der gegen Ende 1944 eingeführt wurde (2 1/2-2-3/4 m/s/I.G.)? Bestanden irgend welche Gründe, um zugesetzte Aromaten aus einigen dieser Mischungen herauszunehmen? Wurde irgendwelche Änderung vorgenommen entweder in der Zusammensetzung oder des Verhältnisses an Bleientfernungsmittel, der Äthylmischung zugegeben wurde?

3) Welches war die Zusammensetzung der verschiedenen Typen der Autobenzine und welches waren ihre hauptsächlichen Grundbestandteile? Was geschah mit Fischer-Tropsch-Benzin und was war die Quelle der grossen Mengen an Ungesättigten, die normalerweise in dem gemischten Benzin enthalten war?

4) Welche Wirkung hatte das Aufhören der rumänischen Zufuhr auf die allgemeine Lage für Motorkraftstoffe und wie weit wurde rumänisches Benzin für Auto- und Flugkraftstoffe gebraucht?

5) War der allgemeine Gedanke, mit einer gegebenen Oktanzahl zu arbeiten indem man Brennstoffe mischte unter Verwendung von Benzol und/oder Blei als Stellkomponente und die Menge des letzteren zu reduzieren, wenn mehr Benzol verfügbar war.

6) Wie weit wurde Methanol und Äthanol als Mischkomponente für den inneren zivilen Verbrauch angewandt zur Verwendung in nicht-militärischen Wagen in den besetzten Gebieten und für militärische Zwecke. Welche Faktoren haben zu der geringen Verwendung dieser Mischkomponenten geführt?

7) Welche Qualitäten der aromatischen Mischkomponenten wurden angewandt, d.h. wurde das gesamte Toluol aus dem Benzol extrahiert? Was geschah mit den höheren Aromaten?

8) Welche Verfügungsanordnungen wurden für das estnische Schiefer-Benzin getroffen und wurde irgend welche Schwierigkeit bei dieser Anwendung als Motorbenzin-Bestandteil beobachtet? Welcher Test, wenn überhaupt, wurde vorgenommen, um seine Eignung als Brennstoff für fliegende Bomben zu ermitteln, insbesondere vom Gesichtspunkt der Korrosion?

9) Wie weit wurden Austauschbrennstoffe (alternative) wie Generatorgas, Acetylen usw. für zivilen und militärischen Bedarf angewandt? Welche Technik wurde mit diesem Brennstoff entwickelt?

10) Welche Methode, wenn überhaupt, wurde angewandt, um die Strassen-Oktanzahl zu bestimmen und wie stimmen diese Ergebnisse mit den Maschinentesten überein?

11) Welche Prüfstandstests werden ausgeführt mit Kraftstoffen und Schmierölen und welche Art des Betriebes (z.B. mit voller Kraft kontinuierlich, oder cyclic (?)) stimmen am besten mit dem tatsächlichen Betrieb überein?

12) Wie wird der Verschleiss in einer Maschine gemessen?

Eigene Akte

Dieselkraftstoffe (Auto, Flugwaffe und Marine)

1) Wie ist der Stand der Forschung für Flugzeugdieselmotoren?

2) Welche Anforderungen werden an Flugzeugdieselbrennstoffe gestellt und warum?

3) Welche Arbeit steht zur Verfügung mit Spezialbrennstoffen für Flugzeugdiesel?

4) Aus welchen Komponenten und wie wird K.1 gemacht?

5) Wie weit wird die Cetan-oder Ceten-Zahl als ein angemessenes Maß für die Zündeigenschaften angesehen, wie werden sie gemessen? Wie gross ist die Cetanzahl-Anforderung an durchschnittliche Flugzeug-, Automobil- und Marinedieselmotoren?

6) Welche Arbeit wurde über Verbrennung und Zündbeschleuniger ausgeführt und wie weit werden diese angewandt?

7) Welche Arbeit wurde ausgeführt über Hilfsmittel für Kaltstart und was ist das normale Kaltstart-Verfahren?

8) Welches Filtersystem wurde für Dieselkraftstoffe angewandt?

9) Wie wird ein niedriger Stockpunkt erhalten, insbesondere in Verbindung mit hoher Cetanzahl?

10) Welche allgemeine Untersuchung wurde ausgeführt über Verbrennung in Dieselmotoren?

11) Welche Typen von Dieselkraftstoffen werden angewandt
   a) in Unterseebooten
   b) in Motorschiffen von allen Typen
   c) in Landfahrzeugen ?

12) Wie ist die Zusammensetzung eines Unterseeboot-Brennstofftypes, der schwerer ist als Wasser?

13) Was ist der Grund für die Anwendung von sehr leichten Dieselölen besonders vom Kerosin-Bereich für neue Typen von kleinen Motorfahrzeugen?

14) Welche Wichtigkeit wird dem Siedebereich zugeschrieben und ist irgend welche Beziehung zwischen spezifischem Gewicht, Anilinpunkt und Siedebereich mit der Oktanzahl ausgearbeitet worden? Welche Wichtigkeit wird dem Anilinpunkt beigemessen?

15) Wie weit werden Dieselöle aus Erdöl, Braunkohle, Schiefer und Fischer-Tropsch-Verfahren angewandt?

16) Wie gross ist die Bedeutung des Phenols, das in einigen Dieselölen vorliegt?

Heizöl.

1) Welche Typen und für welche Bedingungen werden angewandt
   a) schwere Industrieheizöle
   b) leichte Industrieheizöle
   c) Marineheizöle ?

2) Welche experimentellen Untersuchungen wurden über die Verbrennung von Heizölen unter Kesseln ausgeführt?

3) Welche Haupttypen an Heizölbrennern wurden angewandt?

4) Wie weit werden Heizöle aus Nicht-Petroleum-Rohstoffen angewandt?

5) Werden Kohlesuspensionen in irgendwelchem Ausmaß angewandt?

6) Wurde irgend welche Schwierigkeit über die Verträglichkeit von verschiedenen Heizölen aus verschiedenen Quellen festgestellt?

7) Wurde irgend eine Schwierigkeit beobachtet, die auf das Mitreissen von Gasen zurückzuführen ist?

Rosenthal, Kreis Frankenberg, Haus 229,
den 14. September 1945.

Bericht des Herrn Dr. Hermann Z o r n
vom Ammoniakwerk Merseburg G.m.b.H. (Leuna-Werke).

Vorwort: Alle Angaben des nachstehenden Berichtes wurden von mir aus dem Gedächtnis niedergeschrieben, da mir hier in Rosenthal keinerlei Akten noch Notizen zur Verfügung standen aus den folgenden Gründen:

1. Im Herbst 1944 wurde durch Bombenangriff mein Forschungslaboratoriumsgebäude Me 127 in den Leuna-Werken total zerstört, dabei ging ein Teil meiner Akten durch Brand verloren.
2. Die übriggebliebenen Akten sowie Duplikate der verbrannten Akten, welche nach Sitzendorf in Thüringen ausgelagert worden waren, wurden von dem amerikanischen Kommandeur beschlagnahmt und nach Rudolstadt in Thüringen geschafft. Der amerikanische Kommandeur in Rudolstadt hatte sich auf einen Antrag der Leuna-Werke hin bereit erklärt, uns diese Sitzendorfer Akten zum 17. Juni zur Abholung frei zu geben. Als unser Vertreter am 17. 6. dort erschien, wurde ihm mitgeteilt, dass die Akten kurz zuvor d.h. am gleichen oder am Tage zuvor, also am 16., auf Anordnung einer Dienststelle der C.I.C. mit unbekanntem Ziel fortgeschafft worden seien. Mehrere Herren der C.I.C. waren kurz zuvor am 14. oder 15. Juni in Leuna gewesen und hatten sich nach den Akten der Organischen Abteilung, zu der auch mein Forschungslaboratorium und Schmierölbetrieb gehörten, erkundigt. Ihnen war Rudolstadt als Lagerungsort genannt worden.
3. Die mir in Leuna verbliebenen Aktenreste, handschriftliche Notizen und Aufzeichnungen sind vermutlich in russische Hände gefallen; denn bei der Zwangsevakuierung am 22.6. nach hier konnte ich sie nicht mitnehmen, weil diese zu plötzlich erfolgte und weil kein Kofferraum zur Verfügung war. Seitens der die Deportierung leitenden amerikanischen Dienststelle war uns nur die Mitnahme von 2 Koffern je Person gestattet.

Es können die in dem nachstehenden Bericht fehlenden bezw. ungenauen oder ungenügenden Angaben nur ergänzt, berichtigt und erweitert werden, wenn es gelingt, die aus Sitzendorf bezw. Rudolstadt entführten, umfangreichen Akten wieder aufzufinden und mir zugänglich zu machen. In dem nachstehenden Bericht werden Hinweise auf diese Akten gekennzeichnet mit "siehe Akten S-R".

Inhaltsübersicht.

I. Allgemeine Uebersicht über meine Tätigkeit kurz vor und während des Krieges

II. Uebersicht über die eigenen Schmierölarbeiten.

III. Uebersicht über die von anderen I.G.-Stellen durchgeführten Schmierölarbeiten.

IV. Uebersicht über die Schmierölsynthesen I.G.-fremder Firmen.

V. Beantwortung des von Herrn G. von E l b e übergebenen Fragebogens.

VI. Entschlüsselung der übergebenen Kennziffern.

I. Allgemeine Übersicht über meine Tätigkeit kurz vor und während des Krieges.

Ich kam im Oktober 1938 nach Leuna. Vorher war ich 12 Jahre als Schmierstoffchemiker im Forschungslaboratorium des I.G.-Werkes Oppau tätig gewesen. Als solcher hatte ich dort als Gruppenführer an der Entwicklung der Paraffinkrackprodukt-Schmierölsynthese mitgearbeitet und hatte ferner die Schmierölsynthese aus Aethylen entwickelt und sie dann von Oppau aus zur Fabrikation nach Leuna geführt.

In Leuna übernahm ich die Leitung eines im Rahmen der dortigen Organischen Abteilung neu zu errichtenden Forschungslaboratoriums, in dem Untersuchungen sowohl auf dem Schmierstoffgebiete als auch auf anderen Gebieten der organischen Chemie z.B. Lackstoffe durchgeführt wurden. Im Laufe des Krieges gewann das Aethylen-Schmieröl-Verfahren eine wachsende Bedeutung. Unter meiner Leitung wurden weitere Anlagen in Schkopau, Heydebreck und Moosbierbaum gebaut. Auf Grund der Ergebnisse meiner wissenschaftlichen Forschungen erfolgte ferner der Bau und die Produktionsaufnahme verschiedener Schmierstoff-Zusatzprodukte.

Diese Entwicklung regte nun auch andere Forscher in den übrigen I.G.-Werken an, sich auf diesem Gebiete zu betätigen. Zwecks Vermeidung von Doppelarbeit und zur besseren Ausrichtung dieser Arbeiten auf die praktischen Bedürfnisse des Krieges wurde im Jahre 1943 innerhalb der I.G. ein Schmierstoffkommission gebildet, mit deren Vorsitz und Leitung ich beauftragt wurde. In dieser Kommission war jedes auf dem Schmierstoffgebiet arbeitende I.G.-Werk durch einen Chemiker vertreten. Nach aussen, gegenüber den verschiedenen Reichsbehörden und gegenüber der allgemeinen Schmierstoff verbrauchenden Industrie vertrat ich ebenfalls die gesamte I.G. in wissenschaftlich-technischer Hinsicht. Im besonderen beriet ich die folgenden Reichsbehörden:

a) Mineralöl-Abteilung des Reichsluftfahrtministeriums sowie dessen diesbezügliche Erprobungsstellen: Rechlin (Dr. Giessmann), Travemünde (Dipl.Ing. Kübler) und D.V.L.-Berlin-Adlershof (Dr.v.Philippovich
b) Mineralöl-Abteilung des Generalbevollmächtigten für Sonderfragen der chemischen Erzeugung
c) Mineralöl-Abteilung des Ministeriums für Rüstung und Kriegsproduktio
d) " " " Heereswaffenamtes
e) " " der Reichsbahndirektion.

II. Übersicht über die eigenen Schmierstoffarbeiten.

Richtungweisend für meine technischen Schmierstoff-Arbeiten waren meine wissenschaftlichen Forschungen über den Zusammenhang zwischen der chemischen Konstitution synthetischer Kohlenwasserstoffe und Ester und ihren physikalischen bezw. schmiertechnischen Eigenschaften. Eine eingehende und exakte Darstellung dieser zu einem kleinen Teile in Band 9 der Veröffentlichungen der Deutschen Luftfahrtakademie 1941 publizierten Ergebnisse ist mir nur möglich an Hand der "Akten S-R". Hier kann ich nur in groben Zügen einige Ergebnisse schildern, die zu technisch wichtigen Auswirkungen führten.

1.) Eine eingehende Untersuchung über den Zusammenhang zwischen der chemischen Konstitution reiner synthetisch hergestellter Olefine und ihrer Polymerisation führte zu der Erkenntnis, dass Polymerisate mit einem guten Viskositäts-Temperatur-Verhalten (VI-Wert) nur von geradkettigen Olefinen mit endständiger Doppelbindung erhalten werden können. Ferner wurde gefunden, dass der VI-Wert um so günstiger ist, je länger die C-Atomkette des Ausgangsolefines ist. Zugleich aber nähert sich der Stockpunkt dem positiven Temperaturgebiet. Es gelang dann, diese geeigneten Olefine in technischem Massstabe zu erzeugen durch eine drucklose Krackung in der Gasphase unter genau bestimmten Bedingungen von chemisch reinem Paraffin. Das erhaltene, von 20 bis 260° siedende Paraffinkrackprodukt, welches zu 95% aus den gewünschten geradkettigen Oelefinen mit endständiger Doppelbindung besteht, wird dann mit wasserfreiem Aluminiumchlorid unter bestimmten Bedingungen polymerisiert. Man erhält je nach den Krack- und Polymerisationsbedingungen Schmieröle jeder beliebigen Viskositätsklasse. Dieses Verfahren wurde gleichzeitig auch in den USA von der Standard Oil of Indiana gefunden. Beide arbeiteten unabhängig voneinander. Das deutsch

Das deutsche Patent der St. of Indiana ging 1938/39 durch Kauf in den Besitz der I.G. über. Eine praktische Anwendung fand das Verfahren zunächst nicht, da die erforderlichen Paraffinmengen fehlten. Erst 1939, nachdem die Paraffin produzierenden Anlagen, wie Fischer-Synthese und Entparaffinierungsanlagen für Braunkohlenteere und Tieftemperatur-Druckhydrierungsöle, gebaut worden waren, konnte mit der Projektierung und dem Bau einer Paraffinkrack-Schmieröläanlage in Pölitz bei Stettin in Anlehnung an das dortige Hydrierwerk begonnen werden. Die Anlage wurde 1941 in Betrieb genommen. Ihre Kapazität betrug 1400 Moto Schmieröl ~ 3000 Moto Reinparaffin. Das erzeugte Schmieröl hatte eine Viskosität von etwa 5,6 E° bei 100°C. Seine Kennziffer war SS 1106. Es diente als synthetische Mischungskomponente, sogenannter "synthetischer Brightstock", zur Herstellung von Flugölen. Die durchschnittliche Leistung der Anlage während des Krieges bis zum Einsetzender Bombenangriffe auf die deutsche Mineralölindustrie betrug 1000 Moto des obigen Öles. Gleichzeitig fielen noch etwa 200 Moto Dieselöl an mit einer über 70 liegenden C-Atomzahl und einem Stockpunkt von +0°C.

2.) Im Rahmen meiner wissenschaftlichen Untersuchungen wurden zahlreiche isoparaffinische Kohlenwasserstoffe synthetisiert und ihre Eigenschaften untersucht. Hierbei wurde gefunden, dass das Viskositäts-Temperatur-Verhalten eines hochmolekularen isoparaffinischen Kohlenwasserstoffes um so besser ist, je langgestreckter der Bau des Moleküles ist, je langkettiger die Verzweigungen der C-Atomkette sind. Je mehr sich die Gestalt des Moleküls einer Kugel nähert, um so schlechter wird der VI-Wert. Wenige kurze Seitenketten, wie die Methyl- oder Aethylgruppe, wirken stark stockpunkterniedrigend. Ein hoher VI-Wert und ein tiefer Stockpunkt sind konstitutionell betrachtet einander widersprechende Forderungen. Diese Forschungen lehrten also, dass die wichtigste Forderung für die Synthese hochmolekularer Schmieröl-Kohlenwasserstoffe die Bildung eines langgestreckten Moleküls mit einigen wenigen ihrerseits wieder langgestreckten Seitenketten ist.

Bei der Polymerisation eines Olefingemisches, wie es im Paraffinkrackprodukt vorliegt, entstehen Polymerisate, die zwar lange Seitenketten aufweisen, jedoch ist die Länge der Ketten stark unterschiedlich und, was besonders wichtig ist, nicht beeinflussbar, da die Zusammensetzung des Olefingemisches zwangsläufig ist. Das Syntheseproblem heisst also: Synthese langkettiger Olefine mit endständiger Doppelbindung und sofortige Weiterpolymerisation dieser Olefine "in stato nascendi". Es gelang mit chemisch reinstem Aethylen und mit wasserfreiem Aluminiumchlorid bestimmter Zusammensetzung, das Problem technisch zu lösen. Es konnten Öle synthetisiert werden, die bei einem unter -35°C liegenden Stockpunkt und einer Viskositätshöhe von über 6 E° bei 100°C einen VI-Wert von über 115 aufwiesen. Bei Ölen mit einer geringeren Viskosität, etwa 2 E° bei 100°, konnte bei einem VI-Wert von über 120 der Stockpunkt auf unter -50° gesenkt werden. (Näheres siehe Akten S-R).

Da Aethylen eine vielseitige Rohstoffbasis hat: Krackgase; thermische Spaltung von Aethan; Hydrierung von Carbid-Acetylen und Wasserabspaltung aus Aethylalkohol, so war mit der Lösung des Aethylen-Polymerisations-Problems der Weg zur grosstechnischen Schmierölsynthese freigelegt. Im Jahre 1936 wurde in Leuna mit dem Bau der ersten Aethylen-Schmierölsynthese-Anlage (x) begonnen, und 1937 wurde sie in Betrieb genommen. Die Anfangskapazität betrug 600 Jato, die 1941 erreichte Endkapazität 10000 Jato. Sie hat in den folgenden Kriegsjahren bis zum Einsetzen der Bombenangriffe auf Leuna im Durchschnitt 700 bis 750 Moto eines Öles von 6 E° bei 100°C, also einen synthetischen Brightstock mit der Kennziffer SS 96 betragen. Bei den Bombenangriffen im Sommer 1944 wurde die Produktion stillgelegt durch die starken Beschädigungen in der Linde-Gaszerlegungsanlage. Die übrigen Anlageteile: Gasspaltung, Polymerisation, Aufarbeitung, Destillation, Raffination und Abfüllung blieben praktisch unbeschädigt. Der Russe beabsichtigt, die Anlage bis zum Frühjahr 1946 voll wieder in Betrieb zu nehmen.

---

x das Aethylen wurde gewonnen durch thermische Spaltung von Aethan aus d Hydrierung.

Im Jahre 1942 wurden dann noch die folgenden SS 900-Anlagen in Bau genom men:

a) Schkopau: 10 000 Jato SS 906 auf der Basis von Aethylen, welches durch Hydrierung von Carbid-Acetylen gewonnen wurde. Diese Anlage wurde 1944 im Januar/Februar in Betrieb genommen. Sie blieb unbeschädigt bis zum Kriegsendeund ist nun von den Russen wieder in Betrieb genommen worden.

b) Heydebreck: 22 000 Jato SS 906 auf der Basis von Aethylen, welches durch thermische Spaltung von Aethan aus der aus der Hydrierungsanlage im Blechhammer gewonnen werden sollte. Gerade als die Anlage im Frühsommer 1944 in Betrieb genommen werden sollte, wurde sie durch Bombenangriff beschädigt. Was die Russen heute mit der Anlage machen, ist mir unbekannt.

c) Moosbierbaum: 3 - 4000 Jato SS 906 auf der Basis von Aethylen, welches durch thermische Spaltung von Aethan aus der dortigen Hydroforming-Anlage erhalten werden sollte. Auch diese Anlage wurde kurz vor der Inbetriebnahme durch Bombenangriffe beschädigt.

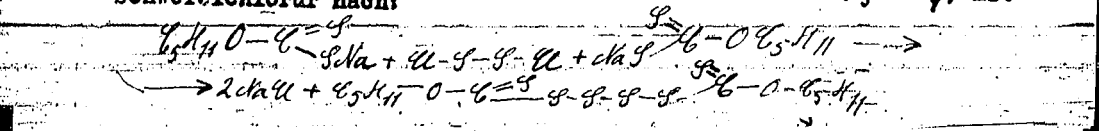
Einzelheiten über diese Anlagen siehe Akten S-R.

3.) Im Zusammenhang mit diesen Schmierölarbeitenwurden in Zusammenarbeit mit dem technischen Prüfstand des I.G.-Werkes Oppau (Obering. Penzig und Dipl.Ing. Halder) umfangreiche Untersuchungen über die schmiertechnische Eignung dieser synthetischen Schmierstoffe durchgeführt. Es wurden verschiedene neue Prüfgeräte (siehe Akten S-R) entwickelt, um Einblick zu gewinnenin die sehr komplexen Vorgänge der Schmierung und um den Zusammenhang zwischen der chemischenKonstitution reiner Stoffe und ihren schmiertechnischen Eigenschaften zu erforschen. Es wurde hierbei gefunden, dass der Reibungswert eines Schmierstoffes mit steigender Temperatur schlechter wird, dass aber diese Temperatur-Abhängigkeit durch Änderung der chemischen Konstitution kompensiert werden kann. Ester haben ein günstigeres schmiertechnisches Verhalten als Kohlenwasserstoffe gleicher Molekülgrösse, aber auch nur bei einer bestimmten chemischen Konstitution. Auch hier ist eine langgestreckte Gestalt des Estermoleküls notwendig. Herabgesetzt wird der Schmierwert eines Esters durch die Anwesenheit von Methylgruppen im Molekül. Diese sind aber andererseits wichtig für die Erreichung eines tiefen Stockpunktes von -60° C und darunter.

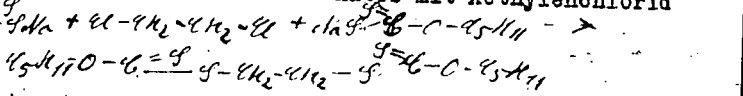
Mit dem Eintritt des russischen Feldzuges in den Winter 1941/42 einerseits und dem Hinauftragen des Luftkampfes in immer grössere Höhen andererseits wurde die Forderung nach äußerst kältebeständigen Schmierstoffen Stockpunkt unter -60°C, immer dringender. Diesen hohen Anforderungen konnte nur entsprochen werden durch Senkung der Viskositätshöhe und Kompensierung des damit verbundenen Abfallesim hydrodynamischen Schmierwert durch Zugabe von Stoffen, die sich durch einen physikalisch-chemisch bedingten hohen Schmierwert auszeichnen. Da die gewünschten hochkältebeständigen Schmierstoffe auch für die motorische Schmierung (Flug- und Autoöle) dienen sollten, mussten die zuzusetzenden Schmierfähigkeitsverbesserungsmittelauch beständig sein gegen Beanspruchungen auf hohe Temperaturen 300°C und darüber. In Estern aus der Adipin- und der Methyladipinsäure mit den höheren Alkoholen (C_9 - C_{11}) des Isobutylöles wurden Stoffe gefunden, die bei einem über +200° C liegenden Flammpunkt, einem unter -60 liegenden Stockpunkt und einem über 130 liegenden VI-Wert eine gute Mischbarkeit mit KW-Ölen jeglicher Art aufwiesen. Im Jahre 1942 wurde mit dem Bau von drei derartigen Ester-Anlagen von je 4000 Jato begonnen. Es sollte je eine Anlage in Leuna, Schkopau und Auschwitz errichtet werden. Von diesen drei Anlagen wurde die Leunaer Anlage im Herbst 1943 in Betrieb genommen. Die anderen beiden Anlagen sind bis zum Einsetzen der Bombenangriffe nicht mehr in Betrieb gekommen.

In der Leunaer Ester-Anlage wurden außer dem obengenannten Estertyp noch zwei andere Schmierfähigkeits-Verbesserungsmittel hergestellt: die Mesulfole I und II und der Korrosionsschutzester KSE.

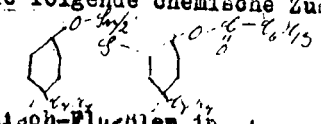
a) Die Mesulfole I und II sind Hochdruckzusatzstoffe. Mesulfol I wird erhalten durch Umsetzung eines Alkoholxanthates (C_5 - C_9) mit Schwefelchlorür nach:



Dieses, ein gelbes Öl mit einem Schwefelgehalt von etwa 46% darstellende Produkt zeichnete sich durch eine hohe Druckfestigkeit im Vierkugelapparat aus. Es wurde seit 1941 zur Herstellung von Luftwaffen-Maschinengewehrölen benutzt, die bei -60° noch die gleiche Schussleistung aufweisen sollten wie bei +60°. Dieser Forderung konnte mit seiner Hilfe entsprochen werden. Es hatte aber für die Verwendung als Zusatz zu Motorenölen den Nachteil der thermischen Empfindlichkeit. Die Oktanzahl des Kraftstoffes wurde herabgesetzt. Ferner wirkte es korrodierend auf Kupfer und kupferhaltige Legierungen wie Messing und Bronze. Es wurde 1942 abgelöst durch das nicht korrodierend wirkende und thermisch auch stabilere Mesalfol II. Dieses wird erhalten durch Umsetzung eines Alkoholxanthates mit Aethylenchlorid nach:



b) Korrosionsschutzester KSE. Dieses Produkt wurde hergestellt durch Veresterung der dem Bohröl Hö (siehe III) zugrunde liegenden Mesamidoessigsäure R-SO$_2$-NH-CH$_2$-COOH. Hier ist R ein aliphatischer KW-Rest von der Grösse C_{10} - C_{18}. Diese Säure wurde verestert mit den höheren Alkoholen des Isobutylöles (C_{12} - C_{16}). Der erhaltene Ester ist in KW-Ölen jeglicher Art löslich. Er verleiht den Ölen neben einer Verbesserung der Schmierfähigkeit die Eigenschaft, korrosionsschützend zu wirken. Das Produkt wurde für den folgenden Zweck entwickelt: im Auftrage der Luftwaffe: : Neue Flugmotore sollten nach Beendigung ihres Ein- und Abnahmelaufes unmittelbar auf Lager gelegt werden und hier während der Lagerzeit nicht rosten. Werden sie dann gebraucht, so sollten sie unmittelbar vom Lager eingebaut, mit frischem Schmieröl gefüllt und dann sofort geflogen werden können. Das Öl, mit dem der Ein- und Abnahmelauf durchgeführt wurde, sollte dann auch gleich den korrosionsschützenden Ölfilm für alle Motorteile bilden. Das Produkt KSE musste daher auch genügend thermisch stabil sein, was auch der Fall war. In motorischer Hinsicht erfüllte es alle Bedingungen, seine korrosionsschützende Wirkung konnte nur in Laborversuchen ermittelt werden (siehe Akten S-R). Die Lagerungsversuche an Flugmotoren konnten infolge der Bombenangriffe im Jahre 1944 nicht mehr bis zum Endergebnis verfolgt werden. Endlich wurde in der Leunaer Ester-Anlage, die bis zum Kriegsende unbeschädigt geblieben und nun von den Russen wieder in Betrieb genommen ist, noch ein Schmieröl-Zusatzmittel hergestellt: der sogenannte "Inhibitor r". Dieses Produkt hat die folgende chemische Zusammensetzung:



Es wurde allen Gemisch-Flugölen in einer Menge von 0,2% zugesetzt und bewirkte eine Verlängerung des motorischen Prüflaufes um 50%.

4.) Im Zusammenhang mit den unter II 1 und 2 beschriebenen Schmierölsynthesen wurde nun noch ein Verfahren entwickelt, die sogenannte "Mischpolymerisation". Sie ist dadurch gekennzeichnet, dass das Rohpolymerisat der Synthese, welches also noch alles Al Cl$_3$ und alle Al Cl$_3$-Additionsverbindungen enthält, unmittelbar nach seiner Entstehung zusammengebracht wird mit einer auf die Reaktionstemperatur von etwa 120° vorgewärmten, von Paraffin und asphaltischen Stoffen befreiten mineralischen Schmierölfraktion mit einer Viskosität von 6 - 7 E° bei 50°C. Beim Verrühren dieser beiden Stoffe finden die folgenden Reaktionen statt: Das im synthetischen Rohpolymerisat enthaltene Al Cl wirkt polymerisierend auf die in der Mineralölfraktion enthaltenen Olefine; es wirkt isomerisierend auf die naphtenischen KW. des Mineralöles, indem es die thermisch instabilen Sechsringsysteme umwandelt in die stabileren Fünfring-KW, und endlich bewirkt es eine Alkylierung der aromatischen KW. des Mineralöles durch die Olefine der Synthese-Komponente. Das fertige Mischpolymerisat z.B. MP.11 zeigte dann ein besseres motorisches Verhalten als eine physikalische Mi-

als eine physikalische Mischung der entsprechenden Mengen fertiger Synthesekomponente mit einer hochraffinierten mineralischen Schmierölfraktion.

Dieses Mischpolymerisationsverfahren sollte erstmalig in Moosbierbaum zur Ausführung kommen. Zwecks Gewinnung einer geeigneten mineralischen Komponente wurde dort 1943 mit dem Bau einer Mineralölraffinerie begonnen. Hier sollte die Entparaffinierung nach einem eigens für diesen Zweck neu entwickelten Verfahren durchgeführt werden. Dieses Verfahren sollte mit einem Gemisch von 65 Gew. Tl. Dichloraethan + 25 Tl. Tetrahydrofuranon + 10 Tl. Methanol als Lösungsmittel arbeiten. Gleichzeitig wurde mit der Entparaffinierung auch eine selektive Extraktion verbunden in der Weise, dass das nach Abtrennung des auskristallisierten Paraffins erhaltene, auf -20° tiefgekühlte Filtrat mit 3 - 5% flüssigem Ammoniak versetzt wird. Durch diesen Zusatz tritt eine Phasentrennung ein in eine obere Schicht, die aus raffiniertem Öl und wenig Lösungsmittel und einer unteren Schicht , die aus Extrakt und viel Lösungsmittel besteht. Die Bombenangriffe des Jahres 1944 verhinderten die Vollendung und volle Inbetriebnahme der Anlage.

5.) In technischem Maßstabe hergestellte Öle:

a) SS 906: Es war ein synthetischer Brightstock mit einer Viskosität von 6 E° bei 100°C, einem Flammpunkt von 220 - 230°, einem VI-Wert von 108 -112, einem unter -25°C liegenden Stockpunkt und einem unter 0,2 liegenden Koksrest nach Conradson. Das Produkt wurde an die Wifo in isolierten heizbaren Kesselwagen geliefert. Hier bei der Wifo wurde es gemischt mit dem gleichen Gewichtsteil eines hochraffinierten mineralischen Schmieröls, der sogenannten Verdünnungskomponente. Dieses Öl hatte eine Viskosität von etwa 7 E° bei 50°, einen VI-Wert von mindestens 88, einen Stockpunkt von höchstens -15°, einen Conradson-Koksrest von höchstens 0,25. Diese Verdünnungskomponente (K 7 weil Viskosität 7 E° bei 50°C) wurde von den folgenden Firmen an die Wifo geliefert:

a) Von der Deutschen Vacuum, Oslebshausen, als SS 707
b) Von der Rhenania-Ossag, Harburg, als SS 607
c) Von der Nerag, Misburg, als SS 807

Außer der Synthese Komponente SS 906 wurden an die Wifo noch die folgenden Synthese-Produkte geliefert:

Von den Norddeutschen Mineralölwerken in Pölitz SS 1106
von der Rhenania-Ossag in Harburg SS 1006.

Beide Produkte sind nach dem unter II, 1 beschriebenen Paraffin-Kracke-Verfahren hergestellt. Sie unterscheiden sich nur dadurch, dass bei der Rhenania-Ossag die Krackung des Paraffins nach einem anderen von ihr entwickelten Verfahren vorgenommen wird. Die Wifo nahm ferner auch die Zumischung der 0,2 Gew.% Inhibitor r vor. Die fertigen Mischungen hatten die folgenden Bezeichnungen:

SS 906 + SS 607 + 0,2%r = SS 960 r
" + " 707 + " = " 970 r
" + " 807 + " = " 980 r

Dementsprechend heißen die anderen Mischöle: 1160 r ; 1170 r ; 1180 r ; und 1060 r ; 1070 r ; 1080 r ;

b) SS 903: Dieses Produkt ist ein Äthylen-Polymerisat mit einer Viskosität von 3 E° bei 100°C. Es fand Verwendung zur Herstellung von Kälte-Flugöl, Schmieröl für Strahlantriebmotore (LT-Geräte), Kälte-Autoöle und Lufttorpedoöle. Die Zusammensetzungen und Kennziffern sind die folgenden:

α) Kälte-Flugölfür den Einlauf und Kaltestart SS 1600 (in der Vorentwicklung auch als SS 1568 und 1593 bezeichnet) bestand aus:

45 Gew.Tl. SS 903
55 " " Ester 515 = Adipinsäure + Isobutylölfraktion 180/200
+3 " " Mesulfol II

Das Öl hatte eine Viskosität von etwa 3,5 E° bei + 50°, einen Stockpunkt unter -55°C. Mit ihm konnte ohne Benzinverdünnung ein Kaltestart bei -30°C einwandfrei durchgeführt werden. Die Lieferungen dieses Produktes begannen im Herbst 1944 mit etwa 50 - 100 Moto.

-8) Schmieröl für LT-Geräte: VS 1 bestand aus: 25 Gew.Tl. SE 903
72 " " Ester 515
3 " " KSE

Dieses Öl hatte eine Viskosität von etwa 2,5 E° bei 50°C und einen unter -60°C liegenden Stockpunkt. Die Lieferung dieses Produktes begann Anfang 1945 mit 50 - 100 Moto.

) Luftorpedoöle: LTK 12 hatte die Zusammensetzung:
40 Gew. Tl. SE 903
57 " " Ester 515
3 " " KSE

Es hatte eine Viskosität von etwa 12 E° bei 20°C, einen unter -50°C liegenden Stockpunkt. Es wurde 1943 bei der Luftwaffe eingeführt. Lieferung 30 Moto.

c) Kälte-Autoöl: K 10 Es bestand aus 50 Gew. Tl. SE 903
48 " " Ester 515
1 " " Mesolfol II
1 " " KSE

Dieses Öl hatte eine Viskosität von etwa 4,5 E° bei +50°C und einen unter -50°C liegenden Stockpunkt. Mit ihm wurde erstmalig im Winter 1942/43 eine in Finnland kämpfende Panzerdivision ausgerüstet. Das Öl hat auch bei Außentemperaturen von unter -40°C ein einwandfreies Starten aller Fahrzeuge ermöglicht. Da die Kapazität der Synthese-Anlagen zu gering und der Bedarf der Luftwaffe an hochkältebeständigen Ölen zu gross war, musste von einer allgemeinen Ausrüstung der im Osten und Norden kämpfenden Heeresteile mit diesem Öl abgesehen werden. Größere Proben, bis zu 1 t, hat von allen bisher genannten Ölen die USA-Kriegsmarine Anfang Mai dieses Jahres von mir in Neuss erhalten für Erprobungszwecke.

Bei der Aufarbeitung des Aethylen-Rohpolymerisates fällt einmal ein hochsiedendes Vorlauföl mit einem Flammpunkt von +120°C an (V 120) und aus der abgetrennten Al Cl₃-Additionsverbindung wurde ein sogenanntes Rückstandsöl gewonnen (R-Öl).

Das V 120 diente zur Herstellung eines Maschinengewehr-Schmieröles für die Luftwaffe: Waffenöl blau und eines Bremshydrauliköles für die Luftwaffe: Do 2000.

Das Waffenöl blau bestand aus:
40 gew. Tl. V 120
5 " " S. 906
45 " " Ester 455 = Adipinsäure + Isobutylalkohol-Fraktion 140/1
+ etwas Sudanblau.

Es wurde 1941 bei der Luftwaffe eingeführt und gab den Maschinengewehren bei -60°C die gleiche Schussleistung wie bei +30°C.

Das Öl Lo 2000 bestand aus:
73 Gew. Tl. V 120
25 " " Ester 455
2 " " KS2 dazu etwas Farbstoff Fluorol 5 a und etwas Phenolphtalein. Der Stockpunkt dieses Öles lag unter -70 C. Es wurde es zu Ende 1941 bei der Luftwaffe eingeführt und zwar zunächst unter der Kennziffer DH 4. Lieferung etwa 50 Moto.

Das R-Öl wird nach seiner Isolierung aus der Al Cl₃-Additionsverbindung noch einmal mit Al Cl₃ behandelt. Das so erhaltene Raffinat diente dann zur Herstellung des sogenannten Y-Achsenöles-Rot der Reichsbahn. Dieses Öl hatte die folgende Zusammensetzung:
60 Gew. Tl. R-Öl
20 " " V 160 = Vorlauf mit Flammpunkt +160°C.
20 " " Ester 504 = Methyladipinsäure + Isobutylölfraktion 160/200
+ etwas Sudanrot.

Dieses Öl hat eine Viskosität von etwa 3,5 E° bei +50°C und einen unter -60°C liegenden Stockpunkt. Die Ursache für seine auf Veranlassung des Reichsverkehrsministers Dr. Dorpmüller erfolgte Entwicklung lag in der Güterverkehrsstockung im strengen Winter 40/41. Hier verstopften die Güterbahnhöfe, weil die Güterwagen infolge schlechter Schmierung vom Verschiebeberg nicht abliefen. Mit Hilfe dieses Öles wurde auch bei -40°C Außentemperatur die gleiche Ablaufstrecke erreicht wie bei +40°C. Ferner

Ferner zeigte dieses Y-Achsenöl eine bessere Schmierfähigkeit, sodass bei gleichbleibender Belastung die Fahrgeschwindigkeitder Güterwagen von 40 auf 60 Std/km erhöht oder bei gleichbleibender Fahrgeschwindigkeit (40 Std/km) die Belastung der Güterwagen wesentlich gesteigert werden konnte. Näheres siehe Akten S-R.Das Y-Achsenöl wurde im Herbst 1941 bei der Reichsbahn eingeführt. Lieferung 80 - 100 Moto. Gleichzeitig mit ihm wurde auch ein Buna-Dichtungsring eingeführt, der die Achsbuchse gegen Ölverspritzung abdichten und so die hohen Leckverluste vermeiden sollte. Auf diese Weise erreichten die Y-Achsenölfüllungen in den Achsbuchsen eine Laufzeit von über 3 Jahren ohne Nachfüllung. Das Öl war nach diesen 3 Jahren noch so gut in seiner Beschaffenheit,dass man sich entschloss, noch ein viertes Jahr damit zu fahren. So ergab sich, dass das fast 9 mal so teure Synthese-Öl im Betrieb doch wirtschaftlicher war als das billigere Mineralöl.

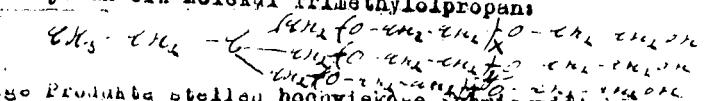
Bei der Reichsbahn wurde ferner zur gleichen Zeit auch ein kältebeständiges Heißdampfzylinderölmit einem Stockpunkt von -20°C eingeführt. Es wurde einmal in einer Menge von 100 - 150 Moto geliefert von den Norddeutschen Mineralölwerken Pölitz und dort gewonnenaus den al Cl$_4$-Additionsverbindungen,ganz analog wie das R-Öl beim SS 900-Verfahren. Ferner wurde es in einer Menge von 50 Moto geliefert vom I.G.Werk Ludwigshafen wo es in Analogie zur Paraflow-Synthese aus Naphthalin und chloriertem Paraffinhergestellt wurde. Nähere Einzelheiten siehe Akten S-R.

III. Übersicht über die von anderen I.G.-Stellen durchgeführten Schmierstoff-Arbeiten.

Schmierölsynthetische Arbeiten wurden außer in Leuna im Verlaufe des Krieges auch ausgeführt in den I.G.-Werken Ludwigshafen und Oppau; Leverkusen, Hoechst und Wolfen.

1.) In Ludwigshafen wurde vor allen Dingen in der Abteilung von Herrn Dr. Pier über Schmieröle gearbeitet. Im besonderen wurde hier die Paraflow-Synthese und die unter II,5 soeben erwähnte Heißdampfzylinderölsynthese ausgearbeitet. Im übrigen konzentrierten sich hier die Arbeiten mehr auf die Entasphaltierungs- und die Entparaffinierung von mineralischen Schmierölen und von Druckhydrierungsölen mit Hilfe von flüssigem Propan. Ferner wurde hier das Phenol-Extraktionsverfahren bearbeitet. Alle diese Arbeiten wurden im wesentlichen in den letzten Jahren vor dem Kriege durchgeführt.

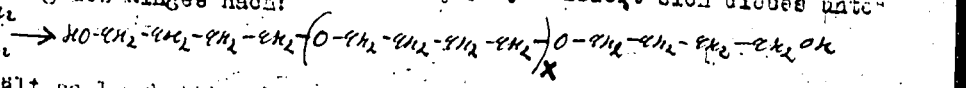
Rein synthetische Arbeiten wurden noch in der von Herrn Dr. Hoff geleiteten ZK-Abteilung durchgeführt. Hier wurden Aethoxylierungsprodukte von mehrwertigen Alkoholen hergestellt z.B. unter der Kennziffer ZK 2200 ein Produkt, welches erhalten wurde durch Anlagerung von etwa 20 Molekülen Aethylenoxyd an ein Molekül Trimethylolpropan:



Derartige Produkte stellen hochviskose Schmiermittel dar, die sich durch einen sehr guten VI-Wert auszeichnen. Sie sind mit Wasser in jedem Verhältnis mischbar, aber in Kw-Ölen unlöslich, was kann sie hierin löslich machen durch Veresterung. Ihre Nichtmischbarkeit hat den Vorteil, dass sie sich gut eignen zur Schmierung von Kompressoren, in denen Kohlenwasserstoffe komprimiert werden sollen.

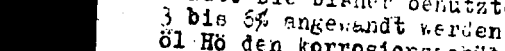
2.) In Oppau wurden hochkältebeständige und wasserfeste Schmierfette hergestellt auf der Basis der hochsiedenden Vorlaufanteile der Aethylen-Schmieröl-Synthese, dem V 160 und der Oppauer Paraffinoxydationsfettsäure. Es wurden Natronfette gemacht, die durch Einarbeitung von geringen Mengen Calciumbenzoat wasserfest gemacht und dann durch nachträgliche Zugabe von 3% KSE korrosionsfest gemacht wurden. Mit diesen Schmierfetten konnte man noch bei -60°C einwandfrei schmieren. Sachbearbeiter hierfür war Herr Dr. Kounecke in Oppau. Ferner wurde in Oppau von Herrn Dr. Otto das Oppanol B 15 hergestellt, welches allen Autoölen des Heeres in einer Menge von maximal 0,7% zugesetzt wurde zwecks Verbesserung des VI-wertes. Größere Zusatzmengen haben sich als schädlich erwiesen, da sie Asphalt ausfällend wirken und dadurch ein Verkleben der Kolbenringe herbeiführen. Daher wurde bei Flugölen der Oppanolzusatz nicht zugelassen.

3.) In Leverkusen stellte Herr Dr. Delfs ähnliche Produkte her wie Herr Dr. Hopff in Ludwigshafen. Durch Behandlung von Tetrahydrofuran mit wasserfreien Metallchloriden z.B. $FeCl_3$ polymerisiert sich dieses unter Aufspaltung des Ringes nach:



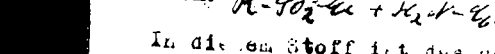
Man erhält so langkettige Polyätheralkohole mit einem ganz ausgezeichneten Viskositäts-Temperatur-Verhalten. Sie sind wegen ihrer vielen O- und OH-Gruppen gut in Wasser, nicht aber in Kp-Ölen löslich. Werden sie verestert, so werden sie etwas löslich in Kp-Ölen, gleichen sinkt ihre Viskositätshöhe und verbessert sich ihr Stockpunkt. Ähnlich wirkt diese Ester-E. Ferner wurde in Leverkusen in der Abteilung von Herrn Dr. Lenk eine saure organische Phosphorverbindung synthetisiert, die das Einlaufverhalten der Flugschmieröle verbesserte. Sie wurde in sehr geringer Menge, ich glaube unter 1%, dem normalen Flugöl zugesetzt, und damit konnte die Einlaufzeit für die Lager der Flugmotore, im besonderen des Daimler-Benz-Motors D.B.605, um 50% verkürzt werden. Das Produkt wirkte als ein chemisches Poliermittel. Die Druckfestigkeit der Schmierstoffe wurde nicht verbessert. Näheres siehe Akten S-K.

4.) In Hoechst wurde in der Abteilung von Herrn Dr. Lange das von Herrn Prof. Orthner entwickelte Bohröl HÖ hergestellt seit 1943. Die durchschnittliche Produktion betrug 300 - 400 Mato. Es wird hochviskos in der folgenden Weise: Hydrierter von 200 bis 340° siedendes Fischer-Logasin (R) wird sulfochloriert zu R-SO_2Cl. Dieses in Leverkusen hergestellte Mersol genannte Sulfochlorid wird mit Ammoniak zum Sulfamid R-SO_2-NH_2 umgesetzt und dieses dann mit Monochloressigsäure kondensiert nach:



Da die Sulfochlorierung aus chemisch-technischen Gründen nur bis zu einem Umsatz von 50% durchgeführt werden kann, so enthält das Endprodukt der obigen Umsetzung das Mesamidessigsäure Natron noch 50% Rögasin. Dieses Mischprodukt wird als Bohröl HÖ in den Handel gebracht. Es wird zum Bohren als 1,2 bis 1,5%ige wässerige Lösung bezw. Emulsion angewandt. Die bisher benutzten Bohröle mussten in einer Konzentration von 3 bis 5% angewandt werden. Neben dieser Ölersparnis hatte aber das Bohröl HÖ den korrosionsschützenden Effekt. Alle Eisenteile, die mit ihm in Berührung gekommen waren, rosteten auch bei tagelangem Lagern nicht mehr. Als Schneidöl hatte das Produkt gegen Kriegsende gerade begonnen, sich durchzusetzen. Für Schneidezwecke musste es aber in stärkerer Konzentration bis zu 20% angewandt werden. Das war immer noch ein grosser Fortschritt gegenüber den bisherigen überhaupt nicht mit Wasser verdünnbaren Schneidölen.

5.) In Wolfen wurden von Herrn Dr. Brodersen Schmierfette hergestellt in der folgenden Weise: Mersol wurde umgesetzt mit Anilin zum Mesamilid nach:



In diesem Stoff ist das am Stickstoff sitzende H-Atom so sauer, dass es zur Salzbildung befähigt ist. Das Bariumsalz dieses Mesamilids hat nun die Eigenschaft, sich in Mineralölen kolloidal zu lösen unter Bildung von schmierfettartigen Massen, die sich durch sehr hohe Tropfpunkte über 300°C. auszeichnen. Leider sind die Schmierfette nicht alterbeständig. Sie haben daher keinen größeren Eingang in die Praxis gefunden. Ferner wurde in Wolfen ein nicht brennbares Hydrauliköl hergestellt. Siehe Akten S-K.

IV. Übersicht über die Schmieröl-Synthesen I.G. fremder Firmen.

Schmieröl-synthetische Arbeiten wurden außerhalb der I.G. nur bei der Rhenania-Ossag und bei der Ruhrchemie (Dr. Hagemann) durchgeführt.

1.) Die Rhenania-Ossag hatte in ihrem Harburger Werk eine auf der damals von Erdöl-Paraffin arbeitende Synthese-Anlage. Ihre Kapazität betrug etwa 450 Mato SS 1006. Die Krackung des Paraffins nahm sie nach einem von ihr selbst entwickelten auch in der Gasphase arbeitenden Krackverfahren vor. Von den anderen Synthese-Komponenten SS 1106 und 906 unterschied sich dieses Produkt durch einen etwas niederen Wert

DURCH EINEN etwas niederen VI-Wert 100 - 105 und einen höheren Conradson-Koksteat, siehe Akten S-R.
Ferner betrieb die Rhenania-Ossag in Freital bei Dresden das Voltol-Verfahren. Es ist eine Polymerisation von Rüböl unter dem Einfluss stiller elektrischer Entladungen. Dieses Voltolprodukt wurde dann gut raffinierten mineralischen Schmierölen in einer Menge von 8 Gew.% zugesetzt. Im Laufe des Krieges wurde wegen des Rübölmangels dieser Voltolgehalt den Aero-Shell-Mitteil (A.M) allmählich auf 4% gesenkt. Dieses Voltolprodukt hat die Eigenschaft, den beim Gebrauch im Motor gebildeten Ölschlamm in Öl kolloidal in der Schwebe zu halten und so seine Ablagerung in den Schmiernuten und toten Punkten der Lager zu verhindern. Besonders bei d der Schmierung des Junkersschen Dieselmotoren-Flugmotors Jumo 205 wirkte sich dieser Voltoleigenschaft sehr günstig aus. Der Nachteil des Voltolzusatzes ist seine thermische Instabilität. Er begünstigt das Festkleben der Kolbenringe. Näheres siehe Akten S-R.
2.) Bei der Ruhrchemie im Werk Oberhausen-Holten wurden synthetische Schmieröle auf der Basis der Krackung von Fischer-Kogasin gewonnen. Die von etwa 200 bis 320° siedende Kogasinfraktion wurde unter milden genau festgelegten Bedingungen von Druck und Temperatur in einer Rohrschlange gekrackt. Das erhaltene Krackprodukt wurde mit Al Cl3 polymerisiert. Es wurden Polymerisate hergestellt, die etwa die Autoöl-Viskosität von etwa 2 E° bei 100°C hatten. Diese synthetischen Autoöle wurden den mineralischen Autoölen beigemischt und zwar für das Sommer-Schmieröl etwa 25 Gew.% und für das Winter-Schmieröl etwa 40%. Ihr synthetischer Brightstock für Flugöle hat die Ruhrchemie im Kriege nicht mehr gemacht. Eine diesbezügliche Anlage ist zwar in Bau gegangen, aber wegen der Bombenangriffe nicht mehr zum Anlaufen gekommen. Die Kapazität der Autoöl-Synthese-Anlage betrug maximal 1800 Moto; produziert wurden durchschnittlich 1400 Moto während des ganzen Krieges.

V. Beantwortung des von Herrn G. von Elbe übergebenen Schmieröl-Fragebogens.

a) Flugöle:
1.) Flugöle wurden einmal hergestellt wie in dem vorliegenden Bericht unter II,5 geschildert, zum anderen wurden sie auch nur aus Erdöl durch starke Selektiv-Extraktion erhalten. Als Basis diente das rein paraffinbasische Erdöl des Wiener Beckens bei Zistersdorf. Dieses Erdöl wurde gewählt, weil aus ihm mit geringeren Raffinationsverlusten Öle mit einem hohen VI-Wert und niedrigem Conradson-Koksrest (unter 0,35) sich herstellen lassen als aus den Erdölen des norddeutschen Tiefebene.
2.) In Raffinationsmethoden für Flugöle wurden angewandt:
Bei der Vacuum in Osiebshausen das zweistufige Duosolverfahren und eine Benzol-Aceton-Entparaffinierung.
Bei der Nera in Misburg das Furfurol-Extrakt aus Vakuumdestillaten mit Benzol-Aceton-Entparaffinierung mit vorgeschalteter Propan-Entasphaltierung.
Bei Wintershall in Lütkendorf eine Propan-Entasphaltierung der Extraktion mit reinem Phenol, dann Entparaffinierung mit Propan.
Bei der Rhenania-Ossag in Harburg wurde nur die Flugöl-Destillatkomponente gemacht, die zugleich Voltol-Komponente war, durch eine starke Schwefelsäure-Bleicherde-Raffination von Schmieröl-Destillation aus ostmärkischem Rohöl.
Bei der Vacuum in Kolin das einstufige Duosol-Verfahren und eine Benzol-Aceton-Entparaffinierung.
3.) siehe Abschnitt II,5 dieses Berichtes. Der Vorteil der Anwendung des thermisch sehr widerstandsfähigen synthetischen Brightstocks besteht einmal in der Ausschaltung der thermisch weniger stabilen natürlichen mineralischen Brightstocköle und zum anderen darin, dass diese für die Brightstock-Herstellung notwendigen Erdölanteile frei werden für die Herstellung von Heißdampfzylinderölen. Beide Gebiete nebeneinander voll zu versorgen auf der Basis des deutschen

auf der Basis des deutschen Erdöles wäre äußerst schwierig gewesen.
4.) siehe Abschnitt IV,1. Auf den VI- bezw. Polhöhen-Wert hat Voltol fast keinen Einfluss.
5.) siehe Abschnitt II, 3 bis 5.
6.) nein, siehe III,2.
7.) siehe II, 3 bis 5.
8.) a) grosse Schwierigkeiten sind meines Wissens nicht aufgetreten.
b) das Ringstecken wurde durch die Anwendung der synthetischen Öle weitgehend behoben.
9.) Mir sind keine Schwierigkeiten bekannt geworden, ausser bei einigen Güterwagenlagern der Reichsbahn, in denen sich das Y-Achsenöl nicht mit dem Lagermetall vertrug, das aus reinem Blei legiert mit 1% Alkalimetall Na + Li bestand. Hier hatten die Alkalimetalle mit dem Ester des Y-Achsenöles (siehe II,5) reagiert. Derartige Bleilager waren aber nur selten noch in Gebrauch. Verhindert werden kann diese Reaktion nicht.
10.) Zuerst wird in einem BMW 132-Einzylinder-Versuchsmotor, entwickelt von Obering. Penzig vom technischen Prüfstand Oppau bezw. Ungstein, unter genau festgelegten Bedingungen ein Prüflauf vorgenommen. Hier muss das Öl eine Mindestlaufzeit von 8 Stunden haben. Je länger diese Laufzeit ist, um so thermisch stabiler ist das Öl. Dann wird in einem Vollmotor, , es besten in dem sehr heißen BMW 132A, ein 100-Stundenlauf durchgeführt und dann der Motor in alle Teile zerlegt und in ungewaschenem und gewaschenem Zustand untersucht. Anschliessend wird dann das gleiche Öl in 100-Stundenläufen in allen wichtigen Flugmotoren erprobt. Daran schliesst sich dann eine 100stündige Flugerprobung an. Näheres siehe Akten S-R.
11.) Mir sind keine Erfahrungen bekannt geworden.
12.) Ein Laborverfahren, welches über das tatsächliche Verhalten in der Maschine Auskunft gibt, ist mir nicht bekannt geworden. Die wichtigsten Labortests sind nach meiner Ansicht: Viskosität m-Wert, Stockpunkt, Flammpunkt, Conradson-Koksteat und für das Kälteverhaltendie beiden geforderten tiefen Temperaturen wirklich in einem zuverlässigen Viskosimeter: Höppler oder Ubbelohde gemessener Viskositäten.
13.) Ist mir nicht bekannt.
14.) Ist mir nicht bekannt.
15.) Die Schlammablagerungen haben sich als sehr [illegible] gezeigt. Ein Behebungsmittel ist das Voltol, denn es in geringer Menge zugesetzt wird. Es setzt aber die thermische Stabilität des Flugöles stark herab. Daher wurde dieses Mittel nicht angewandt.
16.) Ist mir nicht bekannt.
17.) Ist mir nicht bekannt.
18.) Ist beschrieben unter II,5b).
19.) Im Winter wurde der Start durchgeführt mit Hilfe einer Verdünnung des Schmierstoffes mit Benzin. Die Menge des Benzinzusatzes war abhängig von der Außentemperatur. Sie schwankte zwischen 10 und 25 Vol.%.Siehe Akten S-R. Das Kälte-Flugöl 3 1000 sollte diese Benzinverdünnung ablösen.

b) Autoöle:
1.) Sommer-Autoöle sind gleich Dieselschmierölen. Besondere Spezifikationen sind mir nicht bekannt geworden.
2.) Die gleichen wie für Flugöle siehe a, 1 und 2, und IV,2.
3.) Prüfstandläufe und Fahrversuche im technischen Prüfstand Oppau, Obering. Penzig, siehe Akten S-R.
4.) Labortests wie unter a,12. Schlammteste sind mir nicht bekannt geworden.
5.) Voltol wurde bei Autoölen nicht angewandt.
6.) Abgesehen von dem Oppanol B 15- und dem Paraflow-Zusatz sind mir keine Zusatzmittel für a) und b) bekannt geworden.
7) Ist mir nicht bekannt geworden.

7.) Ist mir nicht bekannt geworden.
8.) Ist mir nicht bekannt geworden.
9.) Ist mir nicht genau bekannt, im allgemeinen nach 4000 km.
10.) Die gleichen Analysen wie mit dem Reinöl.
11.) Siehe b,6.
12.) Es dürfen keine fetten Öle angewandt.
13.) Ich habe mich mit dieser Frage nicht beschäftigt. Am technischen Prüfstand in Oppau wurde darüber gearbeitet.

c) Marineöle. Mit diesen Ölen habe ich während des ganzen Krieges nichts zu tun gehabt.
d) Emulsionsöle Mineröle
e) Hydraulische Bockstoß- und Pufferöle wie bei 13 c6
f) Eisenbahnmaschinenöle siehe II, 5b.
g) Industrieschmiermittel.
1.) Mineralische Gatt- und Heißdampfzylinderöle und von 1943 ab in steigendem Ausmaße Emulsionsöle mit etwa 50% Wassergehalt
2.) Hochraffinierte naphtenische Öle.
3.) Ist mir nicht bekannt.
4.) Siehe Abschnitt III,4.
5.) Siehe III,4 und II,5b.
6.) Ist mir nicht bekannt.
7.) Als Ölen- und Instrumentenöle wurden Rizinusöl, nachhydrierte V 120-Öle und Ester aus Adipinsäure bezw. Methyladipinsäure mit Cyclohexanol benutzt; siehe Akten S-K.
8.) Hadiol ist mir nicht bekannt.
9.) Ist mir nicht bekannt.
h) Fette: siehe Abschnitt III, 2 und 5.
i) Allgemeines:
1.) Emulsionsöle wurden z.B. für die Schmierung von Dampfmaschinen, Kompressoren, Lokomotiven und dergl. mehr angewandt.
2.) Ist mir im einzelnen nicht bekannt.
3.) Siehe IV,1.

VI. Entschlüsselung der übergebenen Kennziffern.

H, H , H , H und H sind Aethylen-Polymerisate, die bei der D.V.L. und bei Prof. Heidebroek und Dresden schmiertechnisch untersucht wurden. Siehe Akten S-K.
Calypsol E, E 200, E 300, 129, E Mischung II sind vermutlich Schmierfette der Firma Calypsol in Düsseldorf.
RCH Diesel-Öl D 509 ist vermutlich ein Dieselöl der Ruhrchemie A.G.
Schwefelprodukt B ist mir nicht mehr erinnerlich.
SS 902 F 25 ist ein Aethylen-Schmieröl mit einer Viskosität von 2,5° bei 100°C. Es enthält 25% Ester und ist ein Vorentwicklungsversuchsprodukt für die Kaltstartflugöle.
SS 97 ist mir unbekannt, desgl. S-Produkt 1.
SS 976 F 25 ist ebenfalls ein Vorprodukt für die Entwicklung der Letztgenannten.
TZ 900/5 und TZ 900/2 sind Polyisobutylene mit einer Viskosität von 5 bezw. 25° bei 100°C. Sie sollten erprobt werden als sogenannte durch Beschuss nicht entflammbare Sicherheits-Kraftstoff-Autokolling ist eine Graphit-Schmieröl-Suspension.
Blasol 4 ist mir nicht mehr erinnerlich.
BH 4 ein Bremshydrauliköl der Luftwaffe. Siehe II,5b.
K 7 eine mineralische Verdünnungskomponente. Siehe II,5a.
AEM 3, S-ester ist mir nicht mehr erinnerlich.
SS 970, SS 907, SS 807 siehe II,5a.
SS 1593 siehe II,5b,d.

SS 1993 siehe II,5b,d.
ASM = Asro-Shell-Mittel.
SS 1566/80 siehe II,3.
VT 702 ein Flugbenzin, aus welchem Hydrierwerk, weiss ich nicht genau, ich glaube Leuna.
CV 2b, 17a, 21c, 2m 20 sind [illegible] insgesamt.
MP 11 ist ein Mischpolymerisat[illegible] siehe II,4.
Die Zusammensetzungen von [illegible] 2a, M 70, M 71 b c, h 9, M 10, M 111 und M 111a sind mir nicht [illegible]-prinzipiell, siehe Akten [illegible].
Die Kennziffern 21 7c, 2070, -, 5, 6, 5, 1, 7) 1, 11 1566 und Gibulin sind mir unbekannt.

Thom

CONTINUATION SHEET

BAG

2075

TARGET 30/4-03

I. G. DOCUMENTS
FROM HEIDELBERG
ORIGINALLY SCREENED
BY HOLROYD AND
FARAGHER AT
BILLINGHAM.

LIST OF ITEMS

SERIES G.

Reel	Bag No.	Target No.
10	2075	30/4.03

RETAKE OF I.G.DOCUMENTS FROM HEIDELBERG ORIGINALLY SCREENED BY HOLROYD AND FARAGHER AT BILLINGHAM

1. Aviation gasoline from Esthonian Shale Oil: Dehydrogenation with catalyst 7350; Material balance
2. Cost estimate of 18 January 1940 for L-Benzine from crude oil residues.
3. Conference 27 Jan. 1942 in Leuna relative to the HF and DHD Processes.
4. Operation of large DHD Ovens on plant scale.
5. Curves of "Knocking Limits" by Overloading Method.
6. DHD Tests in 100 liter Oven
7. Conference Minutes on DHD for Scholven.
8. Production of DHD - Benzine from 6434 preliminary - hydrogenation benzine of Brabag in Ludwighafen Oven 504.
9. Tests on activity of technically produced DHD catalyst in the 100 c.c.oven.
10. Aromatization Tests at 45 atm. with "abklingenden" Catalyst.
11. Treatment of Middle Oil with dehydrogenation catalyst III Workup of Prehydrogenation and Aromatization over Catalyst 8147.
12. Treatment of Bruchsaler Middle Oil over Catalyst 8147.
13. Cracking Experiments with K 6108 (Terrana) and K 6109 (Terrana HF) under different conditions of pressure.
14. Production of refined Hydrogen-poor Middle Oil
15. Cracking of Naphthas and Gas Oils under H_2 Pressure
16. Dehydrogenation of separator Heavy Oil with K 7360.
17. Dehydrogenation of Bituminous-Coal Heavy Oil (Scholven) over stationary catalyst in the presence of Nitrogen.
18. Influence of H_2 - purge gas and of water on activity of DHD - Catalyst (Al_2O_3 MoO_3)
19. Cracking and Iodine No. by DHD treatment with K 7360
20. DHD Catalysts specially prepared.
21. The Production of specially Active Catalysts for Dehydrogenation.

LIST OF ITEMS

Reel 10 | Bag No. 2075 | [redacted]

22. Catalyst Carrier; Active Tonerde.

23. Dehydrogenation of Scholven Heavy Oil.

24. Treatment of Distillation Residues from Benzin dehydrogenation over Regeneratine Catalyst.

25. Testing of Dehydrogenation Catalysts.

26. Hydro-forming of Synthese-Heavy Oil from Chamber 502 (Dr.Michael) Fract.100-200°C over K 7638.

27. Catalytic Dehydrogenation of 5058/6434 Scholven Separator Heavy Naphtha, 90-180°C, and 7019 Aromatization Benzine fraction 160-190°C over K 7360.

28. Treatment of Iraq-Heavy Benzine over K 7638.

29. Comparison of Catalyst K 7638 (D 220 of Kellogg Co.) and K 7360 (I.G.)

30. Refining of 7360 - Naphtha from Oven 703.

31. Dehydrogenation at 50 atm.

32. Dehydrogenation Catalyst Tests.

33. Behavior of Catalyst 3510 at 50 atm.Dehydrogenation

34. Dehydrogenation of Cyclohexane without pressure.

35. Leuna Research on Hydro-forming and cracking catalysts.

36. Hydroforming in America.

37. Conference with Dr.Ringer on catalytic dehydrogenation in October 1939.

38. Catalytic Re-forming in Presence of Hydrogen.

39. Reforming of Naphtha in presence of Hydrogen.

40. Catalytic Aromatization of Benzines.

41. Hydrogenation of hydrocarbons in presence of chlorides or fluorides of Al, B, Ba, Ca, Co, Cu, Fe,Mg,Mn,Ni, Na, V, Zn.

42. DHD Process, Equations, etc.

43. Methods of Operating without H_2 consumption.

44. Dehydrogenation of Paraffinic Naphthenes.

45. Toluene from Petroleum.

46. DHD on Hungarian Benzine.

47. Treatment of bituminous coal tar over 2846 W 250 Benzinisation and DHD.

LIST OF ITEMS

Reel	Bag No.	
	[redacted]	START OF REEL # 11.
	2075	48. Tests on Polymerbenzine.
		49. Dehydrogen of Prehydrogenation Benzine from Rheinish brown coal.
		50. Tests with H_2 - CO_2 Mixtures under DHD conditions.
		51. Refining of DHD Benzine under Hydrogen Pressures - Pölitz.
		52. Refining and dehydrogenation of catalytically cracked benzine from P 189 - Gasöl over contact 7360.
		53. Dehydrogenation of Heavy Benzine from Mild Aromatisation at 600 and 300 atm.
		54. Composition of Clay and MoO_3 catalyst.
		55. Tests of DHD - Catalyst of Clay OP (K 7360) and Tonerde LU (K 7935)
		56. Iodine Number of DHD - Benzine at Pölitz.
		57. Tests of Dehydrogenation Catalyst in 100 cc Oven (Catalyst 7935)
		58. Burning-off of Gaskoks under Regenerative Conditions.
		59. Dehydrogenation of Russian L-Benzine.
		60. Testing of DHD - Catalysts.
		61. SO_2 - Extraction, and DHD - Process.
		62. Comparison of Contact 7911 (Leuna) and 7360 Ch.6 (Lu) at 10 and 25 atm. and various temperatures.
		63. Treatment of Dehydrogenation residues in the Aromatisation step.
		64. Refining of DHD - Benzine at 25 atm. H_2 - Pressure.
		65. Cracking of Russian L-Benzine.
		66. Dehydrogenation of Heavy Benzine with Catalyst 7360.
		67. High-Test Motor Fuel from Petroleum Benzine.
		68. Dehydrogenation with catalyst 7360.
		69. Toluene from 5058/6434 BENZINE from bituminous coal.
		70. Dehydrogenation of fractions of 5058/6434 Benzine from bituminous coal.
		71. Dehydrogenation under pressure of hydrogen.
		72. Dehydrogenation of 5058/6434 L-Benzine 90° from bituminous coal liquefaction.
		73. Dehydrogenation with K 6718 and 7360.
		74. Dehydrogenation over Contact 6718
		75. Dehydrogenation of Albanian Oil.

LIST OF ITEMS

Reel	Bag No.	[redacted]
11	2075	76. Dehydrogenation-Schleusen ofen.
		77. Toluene from Petroleum Heavy Naphtha.
		78. Dehydrogenation with movable catalyst under Hydrogen Pressure.
		79. Dehydrogenation of 6719/6434 heavy benzine from Esthonian Shale Oil.
		80. Dehydrogenation of Heavy Benzine from Nienhagener Crude Oil.
		81. Dehydrogenation of Scholven "Sumpf" benzine.
		82. Dehydrogenation under hydrogen pressure with movable catalyst.
		83. Tests with K 6100 and Iraq Naphtha.
		84. Volocity in Preheaters at 600 atm.
		85. Conversion to Ovens of Larger Capacity (18 m,1. 4m, 20 cbm. 700 atm.)
		86. Basic figures for the hydrogenation of different crude materials to Diesel oil and Benzine.
		87. Construction of 4-stage instead of 3-stage ovens in the coal-phase of the Nordstern plant.
		88. Ovens for treating bituminous coal at 700 atm.
		89. Heat Exchangers for the hydrogenation plant at Stettin, Rheinland and Bubiag.
		90. Substitution of 5058 by other catalysts.
		91. Notes on plant at Duisburg - Meiderich.
		92. Gas scrubbing at Duisburg-Meiderich.
		93. Spülgas Schwelung.
		94. Röchlingsche Eise and Stahlwerke Conference.
		95. Pressure Refining of Röchlingsche benzine.
		96. Brabag Middle Oil.
		97. Treatment of Leuna Middle Oil.
		98. Benzination of fractions from preliminary hydrogenation of bituminous-coal middle oils.
		99. Catalyst 8376 at 150-250 atm pressure of hydrogen
		100. Discussion of Zeitz at the LÄnderbank Berlin.
		101. Conditions in 1942 of the Paraffin Removal plant in Zeitz.
		102. Treatment of Oil-containing-Residues.
		103. Tests on New Extension of Espenhain.
		104. New Brabag Plant.
		105. Hydrogenation at Espenhain.

LIST OF ITEMS

Reel	Bag No.	[redacted]
II	2075	106. De-waxing at Zeitz.
		107. Production Load on Lubricating Oil Plant at Lutz Kendorf as of Mid-October, 1942.
		108. Work-up of Hirschfeld Tar.
		109. Properties of Tank Oil and Aero Engine Oil of Lutzkendorf.
		110. Explosion of some Lubricating Oil Tanks at Lutzkendorf, 20/3/41.
		111. Hydrogenation at Lutzkendorf.
		112. 600 Atm. Experiments with Tar Middle Oils over Diluted Catalyst and Iron Catalyst.
		113. Prehydrogenation of Tar Middle Oils over Iron-Tungsten Catalyst at 600 Atm.
		114. Benzination of Tar Middle Oil - Kogasin at 400 Atm. over 6434 - Iron Tungsten Catalyst.
		115. Benzination of Bituminous Coal Tar in Admixture with Kogasin II over 6434 Catalyst at 400 Atm.
		116. Letter from Wintershall to I.G. on Tar Hydrogenation.
		117. Hydrogenation of Muckenberg Coal.
		118. Dimensions of Welheim Extraction Chamber.
		119. Conference with Ruhröl on a DHD Plant.
		120. Work-up of Coal Hydrogenation Solid Residues by Ruhr Oil.
		121. Conference on the Question of 300 VS. 700 Atm. Operation in Ludwigshafen.
		122. Butane - Isobutane Production in 300 and 700 Atm. operation.
		123. Hydrogenation of Benzine-free Scholven Middle Oil over Ruhröl Catalyst K413.
		124. Summary of Conference in Welheim on 26 and 27 March 1941.
		125. Work-up of Steinkohl Benzine from Scholven by Ruhröl Method.
		126. 300 VS. 700 Atm. Operation for Upper Silesia.
		127. Conference with Dr. Winkler of Ruhröl, 4 Jan, 1941.
		128. 300 VS. 700 Atm. Gasphase for O.S. 2.
		129. Conversion from 300 to 700 Atm. Operation, O.S.2.
		130. Production of High Load Fuels-by-Catalytic Dehydrogenation.
		131. 700 Atm. Gasphase Operation.

LIST OF ITEMS

Reel	Bag No.	
11	2075.	[redacted]

132. Cost Comparison of 300 and 700 Atm. Products from Bituminous Coal.

133. Gas phase over Fixed Bed Catalyst at 300 and 700 Atm.

134. Notes on a visit to Welheim by I.G.Staff members.

135. Notes on Pitch Hydrogenation at Welheim.

136. Ethane from Blechhammer.

137. Ausweichanlage Blechhammer.

138. Small scale test with OHW at Ludwigshafen.

139. Conversion of Coal Tar to L-Benzine.

140. Upper Silesia Hydrogenation Plants.

141. Report of OHW operation.

142. Coal for Hydrogenation from Radzionkau mine.

143. Distribution of available Reaction volume in 50 and 700 atm. Ovens.

144. New Tests on Upper Silesian Coals.

145. Ruhröl Tests on Pitch and Pitch oils.

146. Coals from Heinitz mine at Beuthen, Upper Silesia.

147. Chlorine content of the Blechhammer raw materials and oils recovered therefrom.

148. "Abschlamm" Distillation at Scholven.

149. Hydrogenation of Upper Silesian Coals at 600 atm. to Benzine and Middle Oil.

150. Hydrogenation of Sumpf Middle Oil from Silesian Coals.

151. Benzine Refining.

152. Hydrogenation at over 200 atm. Pressure.

153. Preliminary-hydrogenation catalysts 6719, 7846 and 5058.

154. Hydrogenation with K 7846.

155. 40-liter Oven Tests with Catalysts 6108 and 6752.

156. Recovery of unsaturated Crack Gases from hydrogen-rich middle oils.

157. Cracking tests with $H_2Si\ F_6$ treated a-Tonerde.

158. Catalytic behavior of the system SiO_2 - Tonerde-Iron.

159. Cracking of high-boiling-Alkylated-Benzene (Benzol)

LIST OF ITEMS

Reel	Bag No.	[redacted]
11	2075	

160. Pressure-less cracking of paraffin hydrocarbons.

161. Combination Process for Increasing the L-Benzine Yield on Catalytic cracking.

162. Catalytic Cracking of divers Middle Oils to L-Benzine

163. Catalytic Treatment of Caucasian Middle Oils by cracking.

164. Treatment of Synthetic Middle Oil (Dr. Michael) by catalytic cracking and alkylation.

165. Cracking with Synthetic Aluminium silicate.

166. Production of 20,000 tons per month L-Ben[illegible] at Gelsenberg by catalytic cracking.

167. Catalytic cracking of a B-Middle Oil ([illegible] hsaler Gas Oil) produced by $Al Cl_3$ cracking.

168. Comparison of the cracking activity of K [illegible] od K 5058 under conditions of catalytic crac[illegible]

169. Catalytic Cracking of Bruchsaler Gas Oil [illegible] in 50 Liter Oven.

170. Cracking with Moving Catalyst by Dr. Peter[illegible]

171. $Al Cl_3$ - Cracking.

172. Composition of Crack-Benzine from Hydroge[illegible]ich Petroleum Middle-Oil as related to cracki[illegible] temperature.

173. Notes on Cracking in the 50 Liter appara[illegible]

174. Catalytic Cracking of Gas oil

175. Catalytic Cracking of Kogasin II with anc[illegible]out Butane.

176. Catalytic Cracking of bituminous coal-tar [illegible]le-oil from Preliminary-hydrogenation (Short [illegible]ew)

177. Treatment of Brown-Coal tar and fractions in DHD plants.

178. Experience with Schaumplatten.

179. Tests in Horizontal Ovens.

180. Hydrogenation Tests in Horizontal Ovens.

Bag 2075

000390

Item 48.

Tests on Polymer benzine

Hochdruckversuche
Lu-558

2/2075/48 8. März 1943 Rtz/Kb

000391

Dehydrierung und Raffination von Polymerbenzin.

Zusammenfassung.

Bei der Raffination einer Fraktion von 100-200° aus Butylenpolymerbenzin mit DHD-Kontakt unter 25 atm Druck bei 18 MV (357°C) wird mit sehr niedrigem Verlust (1-2 % Vergasung) ein völlig gesättigtes Benzin (Jodzahl 1,5) mit guten Oktanzahlen 79/94,5 nach Motor-Methode bzw. mit 0,12 Pb erhalten.

Bei der Dehydrierung unter Drucken von 2 bis 10 atm muß zur Erzielung eines Benzins mit 50 Gew.% Aromaten eine Vergasung von etwa 45 % in Kauf genommen werden, wobei das Restbenzin trotz tiefliegender Siedekurve mit O.Z. 76 schlechter als das bei der Raffination erhaltene Benzin ist.

Auch eine milde Dehydrierung auf etwa 20 % Aromaten bringt gegenüber der Raffination eher eine Erniedrigung der Oktanzahlen, wobei die Vergasung mit etwa 35 % immer noch außerordentlich hoch ist.

Wir erhielten von Dr. Schütze, Oppau, ein Butylenpolymerbenzin um die Dehydrierbarkeit dieses Produktes zu prüfen, da Unterlagen hierüber in Berlin verlangt wurden. Das Produkt hatte einen Siedebereich von 110-200° mit 20 % über 180° und Jodzahl 200.

Mit dem Benzin wurden einerseits Dehydrierversuche, andererseits Raffinationsversuche durchgeführt, und zwar 1.) Dehydrierversuche unter schärferen Bedingungen (27 MV) und mit Rücksicht auf den paraffinischen Charakter des Benzins bei niedrigen Drucken (10,5 und 2 atm, entsprechend 11, 6 und 3 atm H_2-Partialdruck am Ofeneingang und 8, 5, 3,7 und 2,2 atm H_2-Partialdruck am Ofenausgang), bei denen 35 bzw. 40 bzw. 50 Gewichts-% Aromaten im Abstreifer erhalten wurden, 2.) ein Dehydrierversuch unter milderen Bedingungen (bei 26 MV und 10 atm), bei dem 20 % Aromaten erreicht wurden, 3.) ein Raffinationsversuch bei 18 MV und 25 atm. Die Versuche wurden in 1 Etr.-Öfen mit 8-stündigen Versuchszyklen durchgeführt, die Ergebnisse sind der angehängten Tabelle zu entnehmen, die auch eine Untersuchung des Ausgangsbenzins und der zugehörigen Polymerbenzinfraktionen bis 100° und über 170° enthält.

Zu den Versuchen wurden DHD-Kontakte auf v. Pünersche Tonerde verwandt, und zwar zu den Versuchen bei 27 MV (Ofen 303) K 8952 auf peptisierte Tonerde, der bei einer vorhergehenden Prüfung folgende Noten erhalten hatte: Aktivität 85, Ausbeute 65, Spaltung 95, zu den übrigen Versuchen (Ofen 304) K 7935 auf Tonerde K 8500 Versuch 896-911 (Aktivität 80, Ausbeute 110, Spaltung 100).

000392

Bei 27 MV ist die Vergasung außerordentlich hoch (40 % und darüber), dabei wird durch Senkung des Druckes und Verringerung des Durchsatzes eine Erhöhung des Aromatengehaltes erreicht, wobei aber bei Drucken unter 10 atm keine ausreichende Erniedrigung der Jodzahl erzielt wird. Bei 26 MV, wobei nur 20 Gew.% Aromaten im Abstreifer erhalten wurden, war die Vergasung fast noch ebenso hoch wie bei 27 MV (etwa 35%). Gegenüber der Raffination, die mit sehr geringem Verlust zu einem völlig gesättigten Benzin mit O.Z. Motor-Methode /M.M.+0,12 % Pb 79/94,5 führte, bringt die Dehydrierung eine Verschlechterung der O.Z. bzw. der Restbenzin-O.Z. trotz Verschiebung der Siedekurve zu leichteren Anteilen, sodaß zur Verbesserung des Polymerbenzins praktisch nur eine Raffination in Frage kommen dürfte.

Die Zusammensetzung der Vergasung war mit Werten des mittleren C zwischen 2,1 und 2,5 anscheinend nur wenig temperatur- und druckabhängig; bei 27 MV und dem niedrigsten Druck enthielt die Vergasung 5-10 % Ungesättigte.

gez. Reitz

Gemeinsam mit:

Dr. Donath,
Dr. Nonnenmacher,
Dr. Rotter,

Untersuchungen:

Dr. Fürst,
Dr. Günther,
D'Ch. Lajus,
Dr. Meier.

Tabelle 1

Produktuntersuchungen.

K 8952 pept.

Produkt	Polymerbenzin v. Dr. Schütze Oppau			DHD-Abstreifer aus Fraktion v. 100-170°			K 8500 896-911					
	Fraktion -100°	Fraktion 100-170°	Fraktion >170°	Ofen 304 10.12.42	Ofen 304 11.12.42	Ofen 304 12.12.42				Ofen 303 11.2.43		Ofen 303 12.2.43
Temperatur HV				27	27	27				26		18
H_2-Druck atm (Ofeneingang)				10	5	2				10		25
Durchsatz kg/Std.				0,5[1]	0,5[1]	0,2[1]				0,5		0,5
cbm Gas/kg Öl				1	1	1				1		1
Zyklusläge Stdn.				8	8	16				8		8
% Ausbeute an flüssigem Prod. (C_4-frei)				61,5	~ 55	~ 55				63,5		98-99
Gas Mittleres C/C Unges.												
Produkt (unstabilisiert)				2,3/0	2,1/?	2,4/5-10				2,5/0		1,8/0
spez.Gewicht/20°	0,684	0,745	0,822	0,721	0,731	0,783	dto.redest. -170°[4] 0,763	dto.Rest-benzin(43%) 0,700	dto.Extrakt (54,5%) 0,849	0,704	red.-165° (83,2%) 0,695	0,726	red.-165° (75,5%) 0,714
A.P. I	+38	+46	+57	+36,5[2]	+34,0[3]	+5,1	+12,3	+67,3	+47,4	+54,5	+60,5	+71,5	+71,5
II	+84	+85	+85	+69,5	+72,5	+67,2	+69,3	+70,0		+71,5	+71,5	+75,5	+75,5
ASTM Beginn	25	112	181	20	22	40	35	47		35	32	98	97
% - 50	12,5	-	-	17,5	10,5	1,5	2,5	1		7	7	-	-
70	23,5	-	-	29	22	8,5	9	9,5		16,5	16	-	-
90	32	-	-	39	32	19	22	28,5		26	28,5	-	-
100	59,5	-	-	43,5	37,5	25	30	41		31,5	35	1	2,5
110	81,5	-	-	49,5	44,5	32,5	39	57		39	45	4,5	9
120	90,5	11	-	54,5	52,5	42	53	78		51,5	67	18	63
150	-	70,5	-	76	74	71,5	87	93		80,0	91	71,5	86-130
170	-	80	-	83,5	80,5	80,5	98	95		84,5	-	78,5	91-140
200	-	97	7	88	87	88,5	-	-		90,5	-	93	93,5-150
225	-	-	52	89,5	89,5	93	-	-		94,5	-	-	95-160
250	-	-	79,5	-	-	?	-	-		-	-	-	-
Ende	-	-	-	-	-	-	-	-		-	-	-	-
Rückst./Verlust	120	205	275	232	248	274	172	168		225	165	207	165
Jodzahl (Hanus 38)	1,5/8,0	1,5/-	3,5/-	1,5/8,0	1,5/7,0	1,0/2,0	1,0/1,0	1,5/1,5		3,0/2,5	3,0/2,5	2,5/2,0	2,5/1,0
Zusammensetzung:	210	205	186	7	87	-	(~15)	-	37	13,1	-	1,5	-
Gew.% Paraffine				59,5	50		44	97			86	95	94
Naphthene				1,0	0		1	0			0	0	0
Aromaten				35,5	50(?)		~ 50	3		20	13	5,0	5
Ungesättigte				4,0	10		~ 5	0			(1)	-	1
O.Z. Motor-Meth./M+M+0,12 Pb	15,5	17,5	14,5					76,2/-			75,8/93,0		79,2/94,2
Res.Meth.								-			79,5		75,5

1) Ungenau, da Ofenausgang zu tief lag.
2) A.P. -100° + 54,5°/> 100° +12,5°.
3) A.P. -100° + 49°/> 100° +21°.
4) 0,7 % Verlust, 17,3 %> 170°.

Hochdruckversuche
Lu 558

2/2075/43 1 Anlage

8.März 1943 Rts/Eb

000391

Dehydrierung und Raffination von Polymerbenzin.

Zusammenfassung.

Bei der Raffination einer Fraktion von 100-200° aus Butylenpolymerbenzin mit DHD-Kontakt unter 25 atm Druck bei 18 MV (357°C) wird mit sehr niedrigem Verlust (1-2 % Vergasung) ein völlig gesättigtes Benzin (Jodzahl 1,5) mit guten Oktanzahlen 79/94,5 nach Motor-Methode bzw. mit 0,12 Pb erhalten.

Bei der Dehydrierung unter Drucken von 2 bis 10 atm muß zur Erzielung eines Benzins mit 50 Gew.% Aromaten eine Vergasung von etwa 45 % in Kauf genommen werden, wobei das Restbenzin trotz tiefliegender Siedekurve mit O.Z. 76 schlechter als das bei der Raffination erhaltene Benzin ist.

Auch eine milde Dehydrierung auf etwa 20 % Aromaten bringt gegenüber der Raffination eher eine Erniedrigung der Oktanzahlen, wobei die Vergasung mit etwa 35 % immer noch außerordentlich hoch ist.

Wir erhielten von Dr.Schütze, Oppau, ein Butylenpolymerbenzin um die Dehydrierbarkeit dieses Produktes zu prüfen, da Unterlagen hierüber in Berlin verlangt wurden. Das Produkt hatte einen Siedebereich von 110-200° mit 20 % über 180° und Jodzahl 200.

Mit dem Benzin wurden einerseits Dehydrierversuche, andererseits Raffinationsversuche mit DHD-Kontakten durchgeführt, und zwar 1.) Dehydrierversuche unter schärferen Bedingungen (27 MV) und mit Rücksicht auf den paraffinischen Charakter des Benzins bei niedrigen Drucken (10,5 und 2 atm, entsprechend 11, 6 und 3 atm H_2-Partialdruck am Ofeneingang und 8, 5, 3,7 und 2,2 atm H_2-Partialdruck am Ofenausgang), bei denen 35 bzw. 40 bzw. 50 Gewichts-% Aromaten im Abstreifer erhalten wurden, 2.) ein Dehydrierversuch unter milderen Bedingungen (bei 26 MV und 10 atm), bei dem 20 % Aromaten erreicht wurden, 3.) ein Raffinationsversuch bei 18 MV und 25 atm. Die Versuche wurden in 1 Ltr.-Öfen mit 8-stündigen Versuchszyklen durchgeführt, die Ergebnisse sind der angehängten Tabelle zu entnehmen, die auch eine Untersuchung des Ausgangsbenzins und der zugehörigen Polymerbenzinfraktionen bis 100° und über 170° enthält.

Zu den Versuchen wurden DHD-Kontakte auf v.Fünersche Tonerde verwandt, und zwar zu den Versuchen bei 27 MV (Ofen 303) K 8952 auf peptisierte Tonerde, der bei einer vorhergehenden Prüfung folgende Noten erhalten hatte: Aktivität 85, Ausbeute 65, Spaltung 95, zu den übrigen Versuchen (Ofen 304) K 7935 auf Tonerde K 8500 Versuch 896-911 (Aktivität 80, Ausbeute 110, Spaltung 100).

Ø Bi+ Re/Wo 15
Pst Dö ge. Lw
Dit Ki Fo Bue
Dö
No Ro

000392

Bei 27 MV ist die Vergasung außerordentlich hoch (40 % und darüber), dabei wird durch Senkung des Druckes und Verringerung des Durchsatzes eine Erhöhung des Aromatengehaltes erreicht, wobei aber bei Drucken unter 10 atm keine ausreichende Erniedrigung der Jodzahl erzielt wird. Bei 26 MV, wobei nur 20 Gew.% Aromaten im Abstreifer erhalten wurden, war die Vergasung fast noch ebenso hoch wie bei 27 MV (etwa 35%). Gegenüber der Raffination, die mit sehr geringem Verlust zu einem völlig gesättigten Benzin mit O.Z. Motor-Methode /M.M.+0,12 % Pb 79/94,5 führte, bringt die Dehydrierung eine Verschlechterung der O.Z. bzw. der Restbenzin-O.Z. trotz Verschiebung der Siedekurve zu leichteren Anteilen, sodaß zur Verbesserung des Polymerbenzins praktisch nur eine Raffination in Frage kommen dürfte.

Die Zusammensetzung der Vergasung war mit Werten des mittleren C zwischen 2,1 und 2,5 anscheinend nur wenig temperatur- und druckabhängig; bei 27 MV und dem niedrigsten Druck enthielt die Vergasung 5-10 % Ungesättigte.

gez. Reitz

Gemeinsam mit:

Dr. Donath,
Dr. Nonnenmacher,
Dr. Rotter,

Untersuchungen:

Dr. Fürst,
Dr. Günther,
D'Oh. Lajus,
Dr. Meier.

Tabelle 1

Produktuntersuchungen.

Produkt	Polymerbenzin v. Dr. Schütze Oppau. Fraktion -100°	Fraktion 100-170°	Fraktion >170°	DHD-Abstreifer aus Fraktion v. 100-170° Ofen 304 10.12.42	Ofen 304 11.12.42	Ofen 304 12.12.42	dto. redest. -170°4)	dto. Rest-benzin (43%)	dto. Extrakt (54,5%)	K 8500 896-911 Ofen 303 11.2.43		Ofen 303 12.2.43	
Temperatur MV				27	27	27				26		18	
H_2-Druck atm (Ofeneingang)				10	5	2				10		25	
Durchsatz kg/Std.				0,5[1]	0,5[1]	0,2[1]				0,5		0,5	
cbm Gas/kg Öl				1	1	1				1		1	
Zyklusdauer Stdn.				8	8	16				8		8	
% Ausbeute an flüssigem Prod. (C_4-frei)				61,5	~ 55	~ 55				63,5		98-99	
Gas Mittleres C/% Unges.										2,5/0		1,8/0	
Produkt (unstabilisiert)													
spez. Gewicht/20°	0,684	0,745	0,822	0,721	0,731	0,783	0,763	0,700	0,849	0,704	0,695	0,726	0,714
A.P. I	+38	+46	+57	+36,5[2]	+34,0[3]	+5,1	+12,3	+67,3	+47,4	+54,5	+60,5	+71,5	+71,5
II	+84	+85	+83	+69,5	+72,5	+67,2	+69,3	+70,0		+71,5	+71,5	+75,5	+75,5
ASTM Beginn	25	112	181	20	22	40	35	47		35	32	98	97
% - 50	12,5	-	-	17,5	10,5	1,5	2,5	1		7	7	-	-
70	23,5	-	-	29	22	8,5	9	9,5		16,5	16	-	-
90	32	-	-	39	32	19	22	28,5		26	28,5	-	-
100	59,5	-	-	43,5	37,5	25	30	41		31,5	35	1	2,5
110	81,5	-	-	49,5	44,5	32,5	39	57		39	45	4,5	9
120	90,5	11	-	54,5	52,5	42	53	78		51,5	67	18	63
150	-	70,5	-	76	74	71,5	87	93		80,0	91	71,5	86-130
170	-	80	-	83,5	80,5	80,5	95	-		84,5	-	78,5	91-140
200	-	97	7	88	87	88,5	-	-		90,5	-	93	93,5-150
225	-	-	52	89,5	89,5	93	-	-		94,5	-	-	95-160
250	-	-	79,5	-	-	?	-	-		-	-	-	-
Ende	120	205	275	232	248	274	172	168		225	165	207	165
Rückst./Verlust	1,5/8,0	1,5/-	3,5/-	1,5/8,0	1,5/7,0	1,0/2,0	1,0/1,0	1,5/1,5		3,0/2,5	3,0/2,5	2,5/2,0	2,5/1,0
Jodzahl (Hanus 38)	210	205	186	7	87		(~15)	-	37	13,1	-	1,5	-
Zusammensetzung:													
Gew.% Paraffine				59,5	50		44	97			86	95	94
Naphthene				1,0	0		1	0			0	0	0
Aromaten				35,5	50(?)		~ 50	3		20	13	5,0	5
Ungesättigte				4,0	10		~ 5	0			(1)	-	1
O.Z. Motor-Meth./M+M+0,12 Pb	15,5	17,5	14,5					76,2/-			75,8/93,0		79,2/94,2
Res.Meth.								-			79,5		75,5

1) Ungenau, da Ofenausgang zu tief lag.
2) A.P. -100° + 54,5% > 100° +12,5°
3) A.P. -100° + 49° % > 100° +21°
4) 0,7 % Verlust, 17,3 % > 170°.

Bag 2075

Item 49.

000394

Dehydrogen of Prehydrogenation Benzine from Rhenish Brown Coal

Hochdruckversuche
Lu 558

15.April 1943 Ho/Bo

000395

Dehydrierung von Vorhydrierungsbenzin aus rheinischer Braunkohle.

Zusammenfassung.

Benzin aus der 5053-Benzinierung von rheinischer Braunkohle (der Union Rheinischen Braunkohlen A.G. Fab) ließ sich im Kleinversuch nachdem DHD-Verfahren mit etwas besserer Ausbeute als Vorhydrierungsbenzin aus mitteldeutscher Braunkohle in ein Hochleistungsbenzin überführen. Verarbeitungsgang, Qualität und Ausbeute, auf Grund der Kleinversuche für großtechnische Anlagen geschätzt, zeigt folgendes Schema:

1000 kg Vorhydrierungsbenzin -170°C aus rheinischer Braunkohle
Anilinpunkt (ber.): 39,1
%-100°C ("): 19,3
OZ M : 62,8

Vordestillation

125 kg Leichtbenzin

875 kg Schwerbenzin

DHD-Anlage 40 atm Gesamtdruck
0,4 kg/l & Std. Durchsatz
Zyklusdauer 60 Std.

689 kg Benzin

36 kg Schwerbenzinrückstand[1])

814 kg DHD-Hochleistungsbenzin[1])
% - 100°: 46,5
Vol.% Aromaten 50
Jodzahl: ca 2
OZ-Restbenzin (ber): 67
Überladung (gesch.) etwa 3/4 atm über CV_gB

1) Bei Rückführung des Rückstandes in die Hydrierung erhöht sich die Ausbeute an DHD-Hochleistungsbenzin auf 839 kg.

Versuchsergebnisse. 000396

Ein Faß ( ) eines 5058-Abstreifers aus rheinischer Braunkohlen vom der Union-Rheinischen Braunkohlen A.G. wurde in di Fraktion -80°C, 80-170°C und >170°C zerlegt. Die Eigenschaften des Leicht- und Schwerbenzins sind in der folgenden Tabelle enthalten und zum Vergleich die Eigenschaften der Fraktionen -90° und 90-170° des Verhydrierungsbenzins der Hydrierung Merseburg mitaufgeführt.

Tabelle 1

Produkt	P 1508 -80°	P 1508 80-170°	P 1424 -90° stab.	P 1424 90-170°
% vom Gesamtbenzin	12,5	87,5	20 gesch.	80 gesch.
Spez.Gewicht/20°C	0,682	0,764	0,706	0,775
Anilinpunkt I	50	38,5	48	43
" II	55	50,5	55	54,5
Siedebeginn °C	37	85	44	88
% - 70	78	-	58	-
- 90	-	5	98	0,5
-100	-	22	-	6
-120	-	63	-	48
-150	-	85,5	-	86
-170	-	94	-	97
Endpunkt	88/96	180/96	107/97,5	173/98
Verlust	3	2,5	1,5	0,8
Zusammensetzung				
% Paraffine	46,5	29,0	45	41,0
% Naphthene	46,5	54,0	45	43,5
% Aromaten	6,5	14,5	8,5	14,5
% Ungesättigte	0,5	2,5	1,5	1,0
Jodzahl	-	-	-	2,1
Oktanzahl nach M.M.	72,2	61	73,5	ca 58
bezogen auf 0% Butan und 0% Aromaten	70 (gesch.)	-	72,0 (gesch.)	-

leicht

Das Verhydrierungsbenzin aus rheinischer Braunkohle ist mithin, auf gleiche Siedekurve bezogen, um etwa 2 Oktanzahlen schlechter als das aus mitteldeutscher Braunkohle; dagegen ist das Verhydrierungsbenzin aus rheinischer Braunkohle naphthenreicher und besitzt, auf gleiche Siedekurve und gleichen Aromatengehalt bezogen, eine um etwa 2,5 Punkte bessere Oktanzahl als die entsprechende Fraktion aus mitteldeutscher Braunkohle.

Das Schwerbenzin aus rheinischer Braunkohle wurde in einem 1 Ltr. Ofen bei Temperaturen von 498 und 510°C, H_2-Drucken von 10 und 20 atm (entsprechend technisch 40 bzw. 80 atm Gesamtdruck) und einem Durchsatz von 0,5 kg/Ltr. & Std. dehydriert. Die Dauer der Zyklen war 8 Std. Als Kontakt wurde eine technische Charge auf v. Pürersche Tonerde vom guter Aktivität verwendet(K 7955F 135-175, Temperatur- und Ausbeute-Note ca 90-).

1) 10°C höhere Temperatur und 1 % schlechtere Ausbeute als K 7560 Ch3 bei gleichem Aromatengehalt.

000397

Die Ergebnisse der Versuche sind in den Anlagen 1 und 2 enthalten. Auf Kurvenblatt 1 sind Ofentemperaturen, Ausbeuten an C_4-freiem Abstreifer, Jodzahlen und %-100°C in Abhängigkeit vom Aromatengehalt des Abstreifers aufgetragen. Hinsichtlich Ausbeute auf gleichen Aromatengehalt bezogen verhalten sich 20 und 10 atm H_2-Druck innerhalb der Versuchsfehler gleich. In den folgenden Tabelle sind bezogen auf einen Aromatengehalt von 65 % den bei 20 atm erhaltenen Ergebnisse Werte gegenübergestellt, die in früheren Kleinversuchen mit Vorhydrierungsschwerbenzin 90-170°C der Hydrierung Merseburg über K 7560 Ohe erhalten wurden (Zusammenstellung No. v.7.12.40 172211[2]).

Tabelle 2.

Ausgangsmaterial	P 1508 90-170°C %-100°C	P 1484 90-170°C[3] %-100°C
Kontakt	K 7935F 155-175	K 7560 CH6
Druck atm	20	25
Durchsatz kg/Ltr.Std.	0,5	0,5
Temperatur °C	506	491
Ausbeute an C_4-freiem Abstreifer	88,5	89,5
umgerechnet auf K 7935	88,5	88,5
Anfall % - 100°	35	18
% Aromaten	65	65
Jodzahl	5	-
Restbenzin % - 100°	ca 75	-
OZ M.M.	66	-

Aus der Tabelle ergibt sich, daß sich auf gleiche Siedekurve bezogen das Ausgangsmaterials bezogen das Vorhydrierungsschwerbenzin aus rheinischer Braunkohle mit etwas besserer Ausbeute dehydrieren läßt als Vorhydrierungsschwerbenzin aus mitteldeutscher Braunkohle.

2) Die in der Zusammenstellung angegebenen Aromatengehalte sind nach der alten Anilinpunktsmethode berechnet; die nach der neuen Methode berechneten liegen um ca 1-8% niedriger.

3) Diese Fraktion hatte 6 % weniger %-100°C als die in Tabelle 1 angeführte Fraktion.

000398

Aus der Restbenzinoktanzahl des DHD-Abstreifers und der Oktanzahl des zugehörigen Leichtbenzins errechnet sich eine Oktanzahl des gesamten DHD-Hochleistungskraftstoffes mit 50 Vol % Aromaten von etwa 67. Die Überladekurve dieses Kraftstoffes dürfte demnach etwa 3/4 atm über der CV_gB_{HLM}-Kurve liegen.

gez. Nonnenmacher

Gemeinsam mit:

Dr. Domath
" Reitu
" Hirschberger
" Lajus
" Fürst

Anlage 1

000399

Kontakt	Ausgangsmaterial		K 7935	Pi Was 135 - 175	
Temperatur °C	P 1508	510	492	510	492
H_2-Druck atm	80-170	20	20	10	10
Durchsatz kg/l+Std.	v.5.2.42	0,5	0,5	0,5	0,5
Gas:Öl cbm/kg Std.		1,0	1,0	1,0	1,0
Zyklusdauer		8	8	8	8
Zahl der Regen.		8	9	10	11
Ausbeute					
Gew. % Produkt C_4-frei		86,8	92,3	88,0	93,2
" Gas H_2 gasch.		0,4	0,4	0,6	0,6
" Gas C_1-C_4		12,6	7,2	11,1	6,0
" Koks		(0,2)	(0,15)	(0,3)	(0,15)
Gesamtanf./Einspr.		93,5	92,5	94,5	94
Anfall					
Spez. Gewicht	0,764	0,798	0,798	0,799	0,793
Anilinpunkt I	38,5	-30 ber.	5,5 ber	-4,8 ber	5,0 ber.
" II	50,5	-	-	-	-
Aromaten	14,5	66,5	61	67	58,0
Anilinpunkt - 100	-	19,7	23	19	24,5
" > 100	-	-19,5ber	-10,5 ber	-19,0ber	-4,0 ber
Jods. (aus Oxomz.)	-	4,9	5,7	7,2	8,5
Siedebeginn °C	85	53	58	47	65
% - 100	22	36	32	34	29,5
- 150	85,5	83	83	86	84,5
- 170/180	94/-	90/92	90/92	93/94,5	92,5/95
Endpunkt	180/96	205/96,5	215/95,5	215/98	215/99
Gasverlust		2,0	2,5	1,0	0
Ofen 308 II					
Datum		25.2.	26.2.	28.2.	1.3.

Anlage 2

000400 [redacted]

Ofen 308 II Tag 25.2.43 Produkt DHD-Abstreifer Kont. K 7935

15°-20° 20 atm

5x100 % SO_2 SO_2-Extraktion 1x100 % Propan Temperatur -78°

Restbenzin-Untersuchung

Produkt	Gesamtprodukt	Raffinat (Restbenzin)	Extrakt
Gewicht %		84,0	63,5 %
Spez.Gewicht	0,804/15	0,707/15	0,877/15
Anilinpunkt I	-5,7x	+54,6	-59,1x
" II	+59,2	+59,9	
Jodzahl A_oP_o -100	+17,8	-	
Döktortest A_oP_o > 100	-28,1x	-	
H_2SO_4 Test A_oP_o > 100	+59,2	-	
U-Streifen b,/		-	
ASTM. Kurve			
- 40	43°	39°	
- 50	-	-	Podbielniak-Dest.
- 60	0,5 %	2,0 %	Benzol 14,4%
- 70	1,5 %	8,0 %	Zw.Frakt. 3,2%
- 80	5,0 %	19,5 %	Toluol 38,6%
- 90	11,0 %	38,0 %	Zw.Frakt. 2,2%
- 100	21,5 %	58,5 %	Xylol 23,0%
- 110	33,5 %	75,0 %	145-168° 10,8%
- 120	52,5 %	83,0 %	R'stand 6,6%
- 130	65,5 %	88,0 %	Verlust 1,2%
- 140	77,0 %	92,5 %	
- 150	84,0 %	94,0 %	
- 160	88,0 %	96,0 %	
- 170	91,5 %	-	
- 180	94,0 %	-	
- 190	95,0 %	-	
- 200	96,0 %	-	
Endpunkt /%	97,0 %	-	
Rückstand	207/97,8 %	154/97,0 %	
Verlust	1,0 %	1,3 %	
	1,2 %	1,7 %	
Paraffine	19,0		
Naphthene	13,0		
Aromaten	68,0		
Ung. kW	8,0		
Aromaten > 100 Mot.	81,5	1,0	
0% Mot.für 0% Aromaten		67,4 66	

Temperature

Isobare (Atm. 30)

Isodensità

% - 100° punto ASTM

Water

Water

10 atm

% di distillato a temperatura ASTM

Bag 2075

000402

Item 50.

Tests with H_2 - CO_2 Mixtures under DHD-Conditions

Hochdruckversuche
Nr 958

2/2075/850 6. März 1942. Hg/Pf.

000403

Versuche mit H_2-CO_2-Gemischen unter DHD-Bedingungen.

Zusammenfassung.

In einem 1000 ccm-Ofen mit eingebautem DHD-Kontakt wurden Versuche mit einem Gemisch von 95 % H_2 und 5 % CO_2 bei einem Druck von 25 atm durchgeführt. Die Einspritzung von 6719/6454-Schwerbenzin erfolgte einmal zu dem CO_2-H_2-Gemisch, dann aber auch erst nach Umstellung auf CO_2-freien Wasserstoff. Bei einer Temperatur von 510°C und einer Gasmenge von 500 Ltr./Ltr.Std. werden im Mittel 26,5 % des durchgesetzten CO_2 zu CO und 56,4 % zu CH_4 reduziert. Eine merkliche Schädigung der Dehydrieraktivität ist nur während des Fahrens mit dem H_2-CO_2-Gemisch vorhanden; nach erfolgter Umstellung auf H_2 besitzt der Kontakt seine ursprüngliche Aktivität.

Aus diesen Ergebnissen lassen sich einige Folgerungen hinsichtlich der Verbesserung der Umstellzeit von Regeneration auf Betrieb in technischen DHD-Anlagen (DHD-Einheitskammern) ziehen. Wird bei der Umstellung nicht wie bisher üblich das Regenerationsgas vollständig, sondern nur auf etwa 10 atü entspannt und die Kammer darauf sofort mit H_2 wieder hochgedrückt, so setzt sich das CO_2 unter den gegebenen Bedingungen verhältnismäßig rasch und praktisch vollständig zu CH_4 um. Der H_2-Verbrauch beträgt ca. 400 cbm/Std.; die dabei freiwerdende Wärmemenge 400 x 400 = 160 000 kcal. Wird das H_2 auf alle 5 Öfen gleichmäßig verteilt und Kaltgas den letzten 4 Öfen zugeführt, so kann die Reduktion des CO_2 in ca. 1/2 Stunde durchgeführt werden. Es ist zu überlegen, ob es nicht zweckmäßig ist, wenigstens einen Teil des CO_2 vor dem Hochdrücken der Kammer durch Einspritzung einer wässerigen Na_2CO_3-Lösung zu entfernen. Bei einer Einspritzung von 3 cbm Lösung/Std. kann das gesamte CO_2 in ca. 3 Stunden ausgewaschen werden.

q Hy
Ü-T
Zimt
Bz
Dr Freitag
Kam Re
D.T
Ho Pf

2027

000404

Zweck der Versuche.

In den technischen BMD-Anlagen nahm bisher die Umstellung von Regeneration auf Betrieb verhältnismäßig viel Zeit in Anspruch: Entspannung des Regenerationsgases auf 1 atm bei gleichzeitig Abstellen des Kreislaufes; zweimaliges Hochdrücken auf 10 atü und Wiederentspannen der Kammer mit H_2 zur Entfernung des CO_2- und geringen O_2-Gehaltes; unter Druckstellen der Kammer mit gestapeltem Überschußgas, soweit vorhanden, und mit Wasserstoff auf einen Betriebsdruck von ca. 35 atü entsprechend einem H_2-Partialdruck von 25 atü; Anfahren des Kreislaufes und Vorfahren der Temperatur von Vorheizer und Öfen, was wegen des geringen Gesamtdruckes und der entsprechend geringen Kreislaufgasmenge viel Zeit beanspruchte. Eine erhebliche Zeitersparnis könnte nun dadurch zmark erzielt werden, daß man, ohne den Kreislauf abzustellen, die Kammer nur auf etwa 10 atü entspannte und sofort mit dem gestapelten Kreislaufgas und Wasserstoff auf einen Druck von ca. 45 atü entsprechend einem H_2-Partialdruck von 25 atü hochdrückte. Währenddessen könnten zumindest die Vorheizer und die Ofeneingänge auf die gewünschte Temperatur gebracht werden. Da im Regenerationsgas neben einem geringen O_2-Gehalt etwa 1,5 % CO_2 vorhanden sind, hätte man nach der Umstellung ein Gas mit einem CO_2-Partialdruck von etwa 1,5 atm. Die Ofeneingangstemperaturen betragen etwa 500-510°C.

Durch Kleinversuche sollte festgestellt werden, ob unter diesen Bedingungen am Kontakt eine Reaktion des CO_2 mit H_2 zu CO, CH_4 und H_2O stattfindet und ob, falls dies der Fall ist, die Reaktionsprodukte, vor allem der Wasserdampf, einen schädlichen Einfluß auf die Dehydrierung haben.

Ausführung der Versuche.

Die Versuche wurden in 1000 ccm-Öfen mit H_2 bezw. einem Gemisch von 95 % H_2 und 5 % CO_2 durchgeführt. Als Kontakt wurde ein Dehydrierkontakt mittlerer Aktivität auf Tonerde 8500 (K 7935 Fall 1-14/12-17) und als Einspritzprodukt 6719/6434-Schwerbenzin aus ostmexikan. Schieferöl verwendet. Sämtliche Versuche liefen bei einem Druck von 35 atü, einer Temperatur von 510°C, einer Gasmenge von 500 Ltr./Ltr.Std. und wurden mit Einspritzung gefahren wurde.

000405

bei einem Durchsatz von 0,5 kg/Ltr.xStd. Im Einzelnen wurden folgende 7 Versuche durchgeführt:

Versuch 1 und 2 unter normalen DHD-Bedingungen (8 Stdn.-Zyklen; mit H_2 im geraden Durchgang); Versuch 3 mit einem Gemisch von 95 % H_2 und 5 % CO_2: 4 Stunden ohne Einspritzung, die nächsten 8 Stunden mit Einspritzung; Versuch 4 unter normalen DHD-Bedingungen; Versuch 5 und 6 4 Stunden ohne Einspritzung mit dem H_2-CO_2-Gemisch, Umstellung auf H_2 und 8 Stunden Einspritzung mit. Versuch 7 unter normalen DHD-Bedingungen: Bei den mit dem H_2-CO_2-Gemisch durchgeführten Versuchen wurden am Ofenein- und ausgang, bei den übrigen Versuchen nur am Ofenausgang Gasanalysen angehängt.

Versuchsergebnisse.

Die gesamten Versuchsergebnisse sind in Anlage 1 und 2 zusammengestellt. In Anlage 2 ist für die 4-stündigen Versuchsperioden, während deren nur das H_2-CO_2-Gemisch über den Kontakt strömte, aus den Gasanalysen am Ofenein- und ausgang berechnet, wieviel Vol.% des eingesetzten CO_2 zu CO und wieviel zu CH_4 reduziert wurde. Im Mittel ergaben sich etwa folgende Werte 1):

Von eingesetztem CO_2		
	% unverändert:	17,1
	% zu CO :	26,5
	% zu CH_4 :	56,4

Auch bei dem DHD-Versuch mit dem H_2-CO_2-Gemisch anstelle von H_2 als Gas wurde der größte Teil des CO_2 zu CO und CH_4 umgesetzt.

In Kurvenblatt 1 sind zur Beurteilung einer evtl. eingetretenen Kontaktschädigung von sämtlichen Versuchen mit Einspritzung Reaktionstemperaturen, Ansbeuten an C_4-freiem Abstreifer sowie % gebildete Anteile - 100° in Abhängigkeit vom Aromatengehalt des Anfallproduktes aufgetragen. Eine außerhalb der Versuchsstreuungen liegende Minderung der Dehydrieraktivität ist nur bei dem Versuch festzustellen, der statt mit Wasserstoff mit dem H_2-CO_2-Gemisch durchgeführt wurde. Im Vergleich zu den übrigen

1) Bei der Mittelbildung ist das Ergebnis vom 7.1. nicht berücksichtigt worden, da die Analyse 10 % Luft enthielt.

000406

Versuchen wird auf den gleichen Aromatengehalt bezogen eine um etwa 10°C höhere Reaktionstemperatur benötigt. Entsprechend liegen auch Ausbeute und Eigalung bezogen auf den Aromatengehalt des Anfallproduktes bei diesem Versuch ungünstiger, wenn auch eine quantitative Aussage wegen der großen Streuungen der unter gleichen Bedingungen gefahrenen Versuche nicht möglich ist.

Übertragung der Versuche auf die DEP-Einheitsanlage.

Auf Grund der vorhandenen Versuchsunterlagen kann nur eine rohe Abschätzung gegeben werden. Es ist beabsichtigt, demnächst genauere Versuche im 40 Ltr.-Ofen mit Kreislauf durchzuführen.

Die Gleichgewichtskonstante der Reaktion $CO_2 + H_2 \rightleftarrows CO + H_2O$

$Kp = \frac{P_{CO} \cdot P_{H_2O}}{P_{CO_2} \cdot P_{H_2}}$ ist bei 510°C 0,22, während die Gleichgewichtskonstante der Reaktion $CO_2 + 4\,H_2 \rightleftarrows CH_4 + 2\,H_2O$

$Kp = \frac{P_{CH_4} \cdot P^2_{H_2O}}{P_{CO_2} \cdot P^4_{H_2}}$ bei der gleichen Temperatur etwa 10 beträgt.

Unter den bei den Kleinversuchen eingehaltenen Bedingungen ist am Ofenausgang ein P_{CO_2} - Partialdruck von 0,21 atm, ein P_{CO}-Partialdruck von 0,33 atm, ein P_{CH_4}-Partialdruck von 0,71 atm, ein P_{H_2O}-Partialdruck von 1,75 atm und ein H_2-Partialdruck von ca. 21 atm vorhanden. Hiermit ergibt sich für $\frac{P_{CO} \cdot P_{H_2O}}{P_{CO_2} \cdot P_{H_2}}$ ein Wert von 0,13, während Kp = 0,22 ist, für $\frac{P_{CH_4} \cdot P^2_{H_2O}}{P_{CO_2} \cdot P^4_{H_2}}$ dagegen ein stark von der Gleichgewichtskonstante abweichender Wert. Daraus folgt, daß die Hydrierung des CO_2 zu CO rascher verläuft als die des CO zu CH_4. Wird zu einem CO_2-haltigen Inertgas H_2 hinzugegeben, so wird sich zunächst das CO_2 in der Hauptsache zu CO umsetzen und erst bei H_2-Überschuß zu CH_4 weiterhydriert. Die untere Grenze der Geschwindigkeit, mit der der Wasserstoff verbraucht wird, läßt sich größenordnungsmäßig aus der Geschwindigkeit abschätzen, mit der bei den Kleinversuchen das CO_2 zu CH_4 umgesetzt wurde: Pro Ltr. Katalysator und Stunde wurden $\frac{1}{100} \cdot \frac{4}{5} \cdot \frac{8}{5} \cdot \%CO = 14$ Ltr. CO_2 zu CH_4 umgesetzt; dem entspricht ein H_2-Verbrauch von 56 Ltr./Ltr.Kat.

000407

und Stunde. Die Wärmetönung pro cbm H_2-Verbrauch ist für die beiden konkurrierenden Reaktionen annähernd gleich und zwar 400 kcal/cbm H_2.

Die DHD-Einheitskammer für 100 000 Jato Hochleistungsbenzin besteht aus zwei DHD-Öfen von je 7,6 und 3 DHD-Öfen von je 9,6 cbm Reaktionsraum. Bei 50 atü Abstreiferdruck ist die maximale Kreislaufgasmenge ca. 24 500 cbm/Std., bei 10 atü daher ca. 5 000 cbm pro Stunde. Das Regenerationsgas beträgt pro atm ca. 60 N cbm. Bei 10 atü Druck sind mithin im Regenerationsgas $\frac{15}{100} \cdot 60 \cdot 11 =$ 99 N cbm CO_2 enthalten.

Zur vollständigen Hydrierung zu CH_4 werden 4 x 99 = 396 cbm H_2 benötigt. Nach den obigen Abschätzungen werden bei einer Temperatur von 510°C ca. 56 · 40,8 = 2 300 cbm H_2 pro Stunde umgesetzt. Das gesamte im Regenerationsgas bei 10 atü vorhandene CO_2 könnte demnach in ca. 10 Min. zu CH_4 hydriert werden. Dabei ist jedoch die Beherrschung der Wärmetönung noch nicht berücksichtigt. Die gesamte freiwerdende Wärmemenge beträgt 396 · 400 = 158 400 kcal. Die höchste noch zulässige Temperatur im Reaktionsraum ist 560°C. Wir führen die Rechnung für folgende 2 Fälle durch:

a) Keine Kaltgaszuführung, H_2-Zuführung an einer Stelle.

b) Aufteilung der H_2-Zuführung auf alle 5 DHD-Öfen: ca. 79 cbm H_2/Ofen. Zuführung von je 310 cbm Kaltgas am Eingang der 4 letzten DHD-Öfen.

Fall a) Die gesamte Wärmemenge, die vom Kreislaufgas und zugeführten Wasserstoff pro Stunde aufgenommen werden kann, beträgt: 5 000 · 50 · 0,34 = 85 000 kcal.
Die Reduktionsdauer ist mithin $\frac{158\,400}{85\,000}$ = ca. 1 Stunde 50 Minuten.

Fall b) Die Kaltgasmengen sind so gewählt, daß das Kreislaufgas am Eingang der 4 letzten DHD-Öfen jeweils von 550° auf etwa 510°C heruntergekühlt wird. Das Kreislaufgas und Wasserstoff in Ofen 1 beträgt ca. 3850 cbm/Std., die Wärmekapazität bei 50°C Temperaturdifferenz 3 850 · 50 · 0,34 = 65 000 kcal/Std. Die Reduktionsdauer ist mithin $\frac{158\,400}{65\,000 \cdot 5}$ = ca. 1/2 Stunde. Die Reduktionsdauer kann noch weiter verringert werden, wenn die Reaktion

bereits bei Temperaturen unter 210°C eine hinreichend große Geschwindigkeit besitzt. Hierüber sollen weitere Kleinversuche Aufschluß geben.

Eine verminderte Dehydrieraktivität des Kontaktes nach erfolgtem Umsatz ist nach den vorliegenden Kleinversuchen nicht zu erwarten.

Eine Möglichkeit, die durch die Wärmetönung der Reduktion der CO_2 bedingten Schwierigkeiten zu umgehen, bestünde darin, das CO_2 aus dem Regenerationsgas auszuwaschen.

Die Löslichkeit von CO_2 in H_2O beträgt bei 20°C 0,7 Ltr./Ltr. H_2O und atm. Bei einem CO_2-Partialdruck von 1,5 atm und einer H_2O-Einspritzung von 3 cbm/Std. werden mithin 3 cbm CO_2 pro Stunde gleich 2 % der gesamten CO_2-Menge ausgewaschen. Eine erheblich raschere Entfernung des CO_2 wird erreicht, wenn anstelle des H_2O eine wässerige Lösung von Na_2CO_3 gewonnen wird. Die Löslichkeit des $NaHCO_3$ in H_2O beträgt rund 100 g $NaHCO_3$/Ltr. Eine solche Lösung entsteht durch Aufnahme von CO_2 aus einer Lösung mit 63 g Na_2CO_3/Ltr. bezw. 27,5 g Na/Ltr. Bei 90 % $NaHCO_3$-Bildung nimmt diese Lösung auf 25 g Na 24 · 0,8 · 0,5 = 9,6 Ltr. CO_2 auf, oder bei 3 cbm Einspritzung/Stde 35 cbm CO_2. Da 99 cbm CO_2 vorhanden sind, wären ca. 3 Stunden erforderlich, um das gesamte CO_2 zu entfernen.

Gemeinsam mit
Dr. Reitz
" Meier

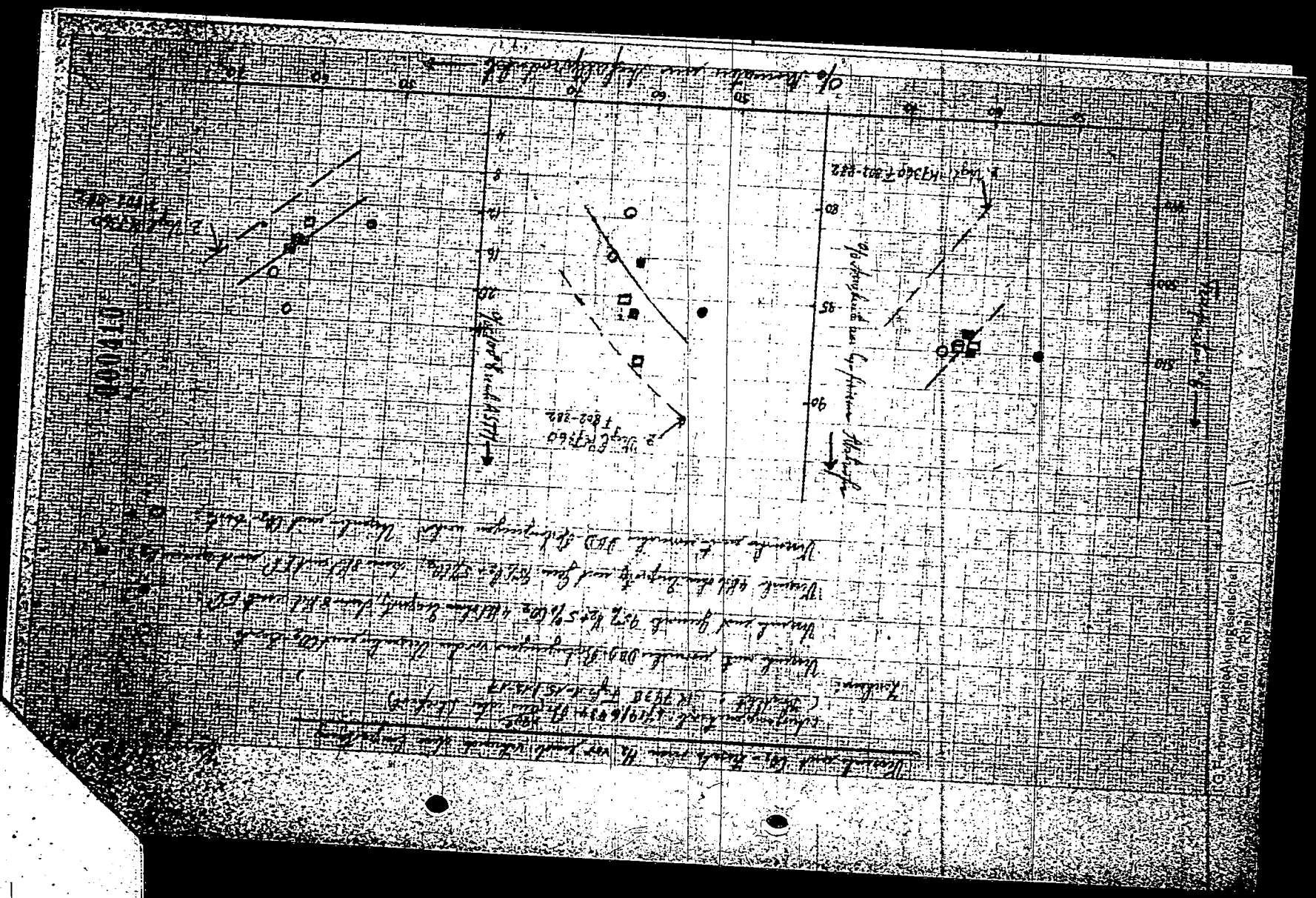
ges. Nonnenmacher
" Donath

Anlage 1.

Kontakt	1000 ccm K 7935			FaS 1-15 / 12-17							
Temperatur °C	510	509	510	510	509	510	510	510	508	509	Mi-
H_2-Druck atm	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	spri-
Durchsatz kg/l+Std.	0,5	0,5	0	0,5	0,5	0	0,5	0	0,5	0,5	Produ
l,0 ebm Gas/kg Öl	H_2	H_2	95% H_2/ 5% CO_2	95% H_2/ 5% CO_2	H_2	95% H_2/ 5% CO_2	H_2	95% H_2+ 5% CO_2	H_2	H_2	F 15/
Zyklusdauer	8	8	4	6,5	8	4	8	4	8	8	> 30
Zahl der Regen.	6	7	8	8	9	10	10	10	11	12	aus
Ausbeute											Tank
Gew.% Produkt C_4frei	83,0	80,7	—	85,7	85,2		83,3		85,9	88,3	
" " Gas C_1-C_4	16,6	(18,9)	—	(ca.14)	14,4		16,3		13,7	11,3	
" " Koks	(0,4)	(0,4)	—	(0,2)	(0,4)		(0,4)		(0,4)	(0,4)	
% Gesamtanf./Einspr.	95	100	—	98	92		97		87,5!	91,5	
Anfall Spez.Gew.	0,810	0,800	—	0,800	0,810		0,816?		0,808	0,812	0,78(
Anilinpunkt I	-1,8	0,5	—	5,5	1,3		2,5		2,3	3,5	40
" II	ber.	ber.	—		ber.		ber.		ber.	ber.	
% Aromaten	63,7	63	—	60,3	63,5		62,8		63,5	62,8	
Anilinp. - 100	64,2	62,5	—	53	62,5		61,0		61,5	60,5	
" >100	35,8	30,5	—	40,9	36,5		35		38,0	37,5	
Jods.(aus Broms.)	-14,7	-12,5	—	8,0	-6,5		-4,5		-3,3	- 4,5	
Siedebeginn °C	ber.	ber.	—		ber.		ber.		ber.	ber.	
% - 100	5,6	5,9	—	8,8	5,8		6,3		6,7	—	
% - 150	41	34	—	43	44		40		50	50	104
% - 180	19,5	28	—	14	17		16 gesch.		16	14	49
Endpunkt	66,5	69	—	61	64		64		64	62	80
	81,5	84,0	—	80	83		81		83	82,5	80
	240/96	233/ 96,0		230/96	235/96		255/ 93,5		240/ 94	236/ 95	205/ 98,8
Ofen 303 I Datum	3,1	4,1	5,1	5,1	6,1	7,1	7,1	8,1	8,1	9,1	

6 t Regeneration des Kontaktes

000209



Anlage 2. 000411

Analysen des verwendeten H_2-CO_2-Gemisches vor und nach dem Ofen.

Datum	5.1. 17 mit 20h		5.1. 21 mit 3h		7.1. 11 mit 14h		8.1. 11 mit 14h	
Einspritzung	keine		500 g P 1517 >90°		keine		keine	
	Eingg.	Ausgg.	Eingg.	Ausgg.	Eingg.	Ausgg.	Eingg.	Ausgg.
CO_2	5,0	0,6	4,4	0,6	5,2	0,44	5,0	1,0
CmHn	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,00	0,0	0,0
H_2	90,36	89,48	91,84	85,84	91,32	91,2	91,36	89,79
CO	0,16	1,44	0,16	2,44	0,2	0,67	0,12	1,90
Zunahme	0,0	0,0	0,0	6,40	0,00	0,0	0,0	0,12
KW	1,04	4,80	0,76	8,88	0,76	5,66 5)	0,68	3,55
N_2	3,44	3,68	3,84	2,24	2,56	2,05?	2,84	3,76
Daraus berechnet 1)								
Vol.% CO_2 unverändert	15,6				16,0		18,6	
" " $CO_2 \rightarrow CO$ 2)	22,0				7,0		31,0	
" " $CO_2 \rightarrow CH_4$ 3) (+ höhere KW)	62,4				77,0		50,4	
Bilanz								
Analyse am Ausgang berechnet nach Analyse am Eingang 4)								
CO_2	0,90				0,9		1,04	
CmHn	0,0				0,0		0,0	
H_2	88,85				89,7		90,30	
CO	1,46				0,67		1,90	
Zunahme	0,0				0,0		0,12	
KW	4,81				5,70		3,55	
N_2	3,98				5,0		3,21	

1) bezogen auf eingesetztes CO_2

2) $CO_2 + H_2 = CO + H_2O$

3) $CO_2 + 4H_2 = CH_4 + 2H_2O$

4) unter Zugrundelegung des CO_2-Umsatzes zu CO und CH_4

5) In der Analyse waren 10% Luft enthalten. Die Werte, vor allem der H_2-Gehalt sind daher unsicher.

000412

Bag 2075

Item 51.

Refining of DHD Benzine under Hydrogen Pressures - Pollitz

2/2075/651 1 Ausf.

Hochdruckversuche
Lu 558

26. November 1941 — No/Ki

000413

Raffination von DHD-Benzin unter H_2-Druck mit ausgebautem Raffinationskontakt der DHD-Umbaukammer Pölitz.

Anläßlich einer Druckdifferenz wurde am 4.4.1941 in Pölitz nach beendeter Regeneration der Raffinationsofen der DHD-Umbaukammer, der zu 4/5 mit technischem K 7360, zu 1/5 mit K 6108 gefüllt war, ausgebaut und eine Durchschnittsprobe des ausgebauten Kontaktes nach Ludwigshafen zwecks Prüfung der Kontaktaktivität geschickt.

In einen 200 ccm Ofen wurden davon 160 ccm K 7360 und 40 ccm K 6108 eingebaut und eine Reihe von Raffinationsversuchen bei Drucken von 25 und 10 atm, Temperaturen von 253, 279 und 304°C und einem Durchsatz von 0,5 kg/L und Std. durchgeführt.

Das Ausgangsmaterial wurde durch Dehydrierung von rumänischem Schwerbenzin P 1472 >90° bei 15 atm, 525 bis 535°C und 0,8 bis 1 kg/L x Std. Durchsatz hergestellt. Es hatte einen hohen Gehalt an Ungesättigten und schlechte Bombenteste ohne und mit Blei.

Die Ergebnisse der Versuche sind in der folgenden Tabelle zusammengestellt. Zur Bestimmung der Ungesättigten im Einspritz- und den Anfallprodukten wurde sowohl die Bromzahl bestimmt und die Jodzahl daraus berechnet als auch die Jodzahl nach der Methode von Hanus 1938 direkt bestimmt. Leider weichen die nach diesen beiden Methoden erhaltenen Ergebnisse zum Teil erheblich voneinander ab. Sie geben mithin nur einen rohen Anhaltspunkt für den wirklichen Gehalt an Ungesättigten.

Bei 25 atm H_2-Druck werden die Ungesättigten bei 253°C nur wenig, bei 279°C schon merklich und bei 304°C praktisch völlig aufhydriert. Bei 10 atm ist das Ergebnis unklar, da die Jodzahl nach Hanus 1938 im Temperaturbereich 253 - 304°C praktisch unverändert bleibt, während die aus der Bromzahl berechnete Jodzahl bereits bei 253°C von 13,8 auf 0,6 abfällt.

1/9688

000414

Die Bombenteste ohne Blei sind bei sämtlichen Anfallprodukten ausgezeichnet, die mit Blei dagegen bei keinem völlig befriedigend. Am besten ist der Bombentest + Blei noch nach der Raffination bei 25 atm H_2-Druck und 253°C. Höhere Temperaturen verschlechtern ihn. Bei 307°C und 25 atm Druck wird ein Anfallprodukt mit einem schlechteren Bombentest + Blei erhalten, als das Einspritzprodukt besitzt. Offenbar werden unter diesen Bedingungen Inhibitoren aufhydriert.

Durch Zusatz geringer Mengen eines Inhibitors läßt sich der Bombentest + Blei ohne Mühe in Ordnung bringen. Bei zwei Anfallprodukten, deren Bombentest + Blei einen Druckabfall von 0,7 bzw. 0,9 atm zeigte, wurde nach Zusatz von 0,003 % Stabisol ein ausgezeichneter Bombentest + Blei erhalten. Die Glasschale nach dem Bombenversuch hatte nur 1,1 bzw. 1,0 Gum.

Der Grund, warum bei den obigen Raffinationsversuchen bei keinem Anfall der Bombentest + Blei einwandfrei war im Gegensatz zu früheren ähnlichen Versuchen mit K 7360 + Superfiltrol (Vergl. Zus. No. vom 11.12.1940), dürfte darin bestehen, daß die Terrana wahrscheinlich infolge zu enger Poren (zu starke Pressung) nur unvollständig regeneriert wurde und infolgedessen nur noch eine geringe Polymerisationwirkung hatte.

Die C/H-Bestimmung des Kontaktes vor dem Einbau und nach dem Ausbau ergab, daß die Terrana noch eine erhebliche Menge Koks enthielt, trotzdem sowohl in Pölitz als auch bei den Raffinationsversuchen in Ludwigshafen der Ausbau erst nach der Regeneration erfolgte. Bei der technischen Produktion von Terrana für Raffinationszwecke muß also darauf geachtet werden, daß die Pillen nicht zu hart gepreßt werden.

gez. Nonnenmacher

Gemeinsam mit:

Dr. Donath
Dr. Reitz
Dr. Hirschberger
Dr. Lajus

Tabelle

Kontakt: 200 ccm : 160 ccm 7360/40 ccm 6108 Ausbau des DHD-Raffinationsofens Pölitz nach Regeneration.
Gew.% Koks auf dem 7360 : ca. 1 %. Gew.% Koks auf dem 6108 : ca. 4,4 %.

Ausgangsmaterial: Dehydrierbenzin aus P 1472 >90° (rum.Benzin) : Ofen 308 II von 30 b c + 31 abc
15 atm, 525°C Anfang/535° Ende; 1,0 bis 0,8 kg/L x Std.

Ofen 307 c Datum	2.8.	3.8.	7.8.	4.8.	5.8.	6.8.	
Durchsatz kg/L x Std.	1,5	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	
cbm Gas/kg Öl	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0	
Druck atü	25	25	25	25	10	10	
Temperatur °C	253	253	279	304	255	304	
Versuchsdauer	8	8	8	8	8	8	
Zahl der Regenerationen	0	1	5	2	3	4	
% Koks/Einspritzung 1)	0,08 ?	-	0.22	1.0	0.14	-	
Anfall:							Ausgangsmateri
Spez. Gewicht/15°	0,798	0,796	0,796	0,796	0,800	0,797	0,787
Anilinpunkt I	2.8	2.8	3.2	3.4	1.8	2.0	5
Siedebereich	52-192	53-193	59-195	58-186	68-207	57-193	41-195
% - 100°	19 2)	21 2)	20,52)	24	15 2)	16 2)	23 2)
% - 160°	94,5	93	94	93,5	94	95	91
Jodzahl(aus Bromzahl)	7.45	7.5	3.6	0.5	0.5	0.7	Hanus 1938:8.6
Benzin -165° red. %	96.7	97.8	96.0	97.5	97.2	96.5	
Spez. Gewicht/15°	0.795	0,793	0.792	0.793	0.796	0.794	0.785
Anilinpunkt I/II	3.8/61.4	3.7/61.6	4.8/61.6	4.6/61.6	2.2/61.8	3.4/61.7	5.8/61.3
Siedebereich	54-164	57-168	62-162	63-166	65-167	59-162	41-162
% - 100°	20	21.8	22	22.5	16	18	26.8
% Aromaten	55.5	55.5	55	55	57	56	54
Jodzahl (aus Bromzahl)	9.6	8.1	4.4	0.5	0.6	0.8	13.8
Jodzahl Hanus 1938	6.4	5.2	3.8	1.5	6.4	5.5	5.5
Bombentest ohne Blei-	ohne Abfall	ohne Abfall	ohne Abfall	ohne Abfall	ohne Abfall	ohne Abfall	Abfall 1 atm
Glasschale vorher mg	0.3	1.2	0.1	0.0	0.0	0.1	1.8
" nachher mg	3.0/1.0	0.7	0.2	0.0	0.2	0.6	135.5
Cu-Schale mg	1.2	0.8	0.4	0.0	0.0	0.0	0.0
Bombentest + 0.12 Pb	leichter Abfall	0.4 atm Abfall	0.7 atm Abfall	0.7 atm Abfall	0.9 atm Abfall	0.9 amt Abfall	Abfall 0.7 atm
Glasschale vorher mg	0.5	2.8	1.0	0.2	0.0	0.14	2.5
" nachher mg	19.1/14.6	27.5/15.5	35.6/23.6	54.4/44.8	32.4/28.3	22.4/19.9	48.5/26.2
Cu-Schale + Pb mg	1.5	2.0	1.1	2.0	0.6	0.8	3.9
Bombentest + 0.12 Pb nach Zusatz v. 0.003 % Sorbisol			ohne Abfall		5. + 6.8. ohne Abfall		
Glasschale vorher			1.1		5.0		
" nachher			1.0/-		1.2/-		
Cu-Schale + Pb			0.8		3.7		
Ausbau nach Regeneration	C/H-Bestimmung des Kokses: ca. 0.5% Koks auf K 7360 auf dem Kontakt ca. 9.5% Koks auf K 6108						

1) nach CO_2-Menge während der Regeneration.
2) Bei der Raffination sind leichte Anteile verlorengegangen.

000415

000416

Bag 2075

Item 52

Refining and Dehydrogenation of Catalytically Cracked Benzine from P189 - Gasöl over Contact 7360

(31) DHD IA

Hochdruckversuche
Lu 558

11.11.1941. Ho/Pr.

2/DPS 052

1 Anlage

Raffination und Dehydrierung von katalytischen Krackbenzinen aus P 189-Gasöl über Kontakt 7360.

000417

Zusammenfassung.

1) Ein von Dr. Free aus P 189-Dieselöl (237-345°) durch katalytische Krackung über Aluminiumsilikat hergestelltes Benzin mit 190°C Endpunkt wurde über einen DHD-Kontakt aus der laufenden Produktion (K 7360 Faß 522-561) bei 25 atm Druck, 340°C und 0,5 kg/Ltr.x8td. Durchsatz raffiniert. Dabei nahm die Oktanzahl der Anteile über 100°C um 2 Punkte ab. Unter der Annahme, daß das Leichtbenzin eine Oktanzahl von 80,5 besitzt [1]), ergibt sich, daß bezogen auf gleiche Siedekurve und gleichen Aromatengehalt zwischen der Oktanzahl des untersuchten raffinierten Krackbenzins und eines 6434-Benzins aus P 189-Gasöl 180-325°C praktisch kein Unterschied besteht. Dabei ist allerdings darauf hinzuweisen, daß das katalytische Krackbenzin mit Rücksicht auf die vorhandene Versuchsapparatur in verhältnismäßig langen Zyklen (60 Min.) erzeugt wurde. Bei kurzen Zyklen (15 Min.) ist mit einer besseren Qualität des katalytischen Krackbenzins zu rechnen.

2) Ein aus dem gleichen Ausgangsmaterial durch katalytische Krackung hergestelltes Benzin mit einem Endpunkt von 170°C wurde in die Fraktionen bis und über 85°C zerlegt und das Schwerbenzin bei 20 atm Druck, 508°C und einem Durchsatz von 0,5 kg/Ltr. x Std. in einem 8-Stunden-Versuch dehydriert. Versuchsgang, Ausbeute und z.T. geschätzte Qualität zeigt folgendes Schema:

---

1) Vergl. hierzu Anlage 2.

OKBe, Abt. Pol., Ubt., Hofkreditbk. Hdb. Fre. Sa.

19.9.40

000418

1 000 kg katalytisches Krackbenzin (stabilisiert)

Spez. Gew.: 0,725
- 100° : ca. 42
Endpunkt : 170°
Jodzahl : 30

A.P. 41

300 kg Leichtbi - 85°

% Aromaten : ca. 8
Jodzahl : ca. 45
O.Z. Motorm.: 80,5
DHD-Anlage Raffinationsofen

700 kg Schwerbenzin

DHD-Anlage 50 atm
0,4 kg/Ltr.x8%d, Durchs.
Zyklusdauer geschätzt:
45 Stunden

300 kg
% Aromaten : ca. 8
Jodzahl : 1
geschätzt: O.Z.M. 80,5

558 kg Benzin 67,5 % Aromaten

858 kg Hochleistungsbenzin (berechnet)

12 kg Schwerbenzinrückstand

Spez. Gew.	:	0,746
- 100	:	52,5
Aromaten	:	42,5 Vol.%
Jodzahl	:	2
O.Z. Restbi	:	73,5 (geschätzt)

Überladung : etwa wie O_3-(80%-CV_2b + ET110)

Man erhält demnach aus dem katalytischen Krackbenzin mit 85,8 % Ausbeute ein Hochleistungsbenzin mit 42,5 Vol.% Aromaten und O_3-Qualität. Man kann aus dem gleichen Ausgangsmaterial auch ein Hochleistungsbenzin mit 50 Vol.% Aromaten mit fast VT 706-Qualität herstellen, indem man nur einen Teil des vorhandenen Leichtbenzins zusammen mit dem dehydrierten Schwerbenzin in den Raffinationsofen der DHD-Kammer einspritzt; als Nebenprodukt fällt dann aber neben 728 kg Hochleistungsbenzin 130 kg unraffiniertes Leichtbenzin an.

000419

Versuchsergebnisse.

Von Dr. Free wurde aus P 189-Dieselöl durch drucklose katalytische Krackung in 60 Minuten-Zyklen mehrere Liter eines Benzins vom Endpunkt 190°C über einen Aluminiumsilikatkontakt (K 6752) bei einer Temperatur von 420°C hergestellt.

1) Das Sammelbenzin wurde über einen DHD-Kontakt aus der laufenden Produktion (K 7360 Faß 522-561) bei 25 atm Druck, 340°C und 0,5 kg/Ltr. x Std. Durchsatz raffiniert.

Die Eigenschaften des Ausgangsmaterials und Anfallprodu[illegible] sowie der Fraktionen - 100° und über 100° dieser Produkte sind i[illegible] Anlage 1 enthalten. Die Zusammensetzung des Anfallproduktes wurden in der üblichen Weise aus der Jodzahl und den Anilinpunkten I und II berechnet; bei der Berechnung der Zusammensetzung des stark ungesättigten Ausgangsmaterials wurde angenommen, daß sich der Aromatengehalt durch die katalytische Raffination nicht ändert, wobei berücksichtigt wurde, daß während des Prozesses leichte Anteile verloren gingen.

In der folgenden Tabelle sind die wichtigsten Werte der Anlage 1 wiederholt, wobei auf gleiche Siedekurve bezogen wurde, und zum Vergleich die entsprechenden Werte eines 6434-Benzins aus P 189-Gasöl 180-325°C mitaufgeführt.

000420

Tabelle.

Produkt	6752-Kraokbi-1900 aus P 189-Diesel 237-345°	Raffiniert über K 7360	Zum Vergleich: 6434-Bi aus P 189-Gasöl 180-325°
Spez. Gewicht/20°	0,736	0,734	0,720
Anilinpunkt I	34	39	54
" II	65,5	64	63
Siedebeginn °C	32	32	35
% - 70	20	20	16
% - 100	39	39	39
% - 150	75	78	80
Endpunkt	195/98	198/98	186
Jodzahl	57	0,25	1
% Aromaten	28	28	11
% Ungesättigte	22,5	0,1	0,4
Oktanzahl n. Motorm.	75	73 2)	68
O.Z. Motor >100°	70,1	68	60,5 3)
Oktanzahl n. Motorm. bez. auf gleiche Siedekurve und 10% Aromaten 1)	71,5	69	68,5

Demnach wird durch völlige Aufhydrierung der im katalytischen Kraokbenzin enthaltenen 22,5 % Ungesättigten die Oktanzahl der Anteile >100° um 2 Punkte schlechter. Nimmt man an, daß das Leichtbenzin eine Oktanzahl von 80,5 besitzt, somit die Oktanzahl des raffinierten Produktes um etwa 5 Punkte besser als die eines 6434-Benzins ähnlicher Siedekurve aus Gasöl. Dieser große Unterschied beruht jedoch auf der Verschiedenheit der Aromatengehalte beider Benzine. Während der Aromatengehalt des katalytischen Kraokbenzins und des daraus durch Raffination hergestellten Benzins 28 % beträgt, ist er beim 6434-Benzin nur etwa 11 %. Auf gleichen

1) Mischoktanzahl von Aromaten 90
" " " Butan 97
" " " Pentan + 80
2) O.Z. Motormethode der Anteile - 100°C geschätzt 80,5
3) " " " " " - 100°C nach Bericht von Dr.Reitz Nr. 17 969 v. 28.12.40 berechnet zu 80.
4) Vgl. Bericht Dr.Günther vom 16.11.39 Nr. 15 395 i.

Aromatengehalt bezogen sind die Oktanzahlen des raffinierten Krackbenzins und des 6434-Benzins praktisch gleich.

2) Ein in der gleichen Weise hergestelltes Sammelbenzin wurde im Laboratorium auf einen Endpunkt von 170°C redestilliert und in 40 % - 85°C 1) und 60 % >85°C 1) ~~wird 60 % >85°C~~ zerlegt. Das Schwerbenzin >85° wurde bei 20 atm Druck, 508°C und einem Durchsatz von 0,5 kg/Ltr. x Std. in einem 8-Stunden-Versuch dehydriert. Die Versuchsergebnisse sind in Anlage 2 enthalten.

Danach läßt sich das Benzin mit einer Ausbeute von 81,4% auf einen Aromatengehalt von 69 % bringen, wobei der Gehalt an Ungesättigten von etwa 10 % auf 1 % abnimmt. Die Restbenzinoktanzahl des redestillierten Abstreifers ist 63,7.

Mischt man dem redestillierten Anfall die gesamten Anteile - 85°C zu, so erhält man rechnungsmäßig mit einer Ausbeute von 86,6 % 2) ein Benzin mit 52,5 % - 100°, 42,5 Vol.% Aromaten, 5 % Ungesättigten und einer Restbenzinoktanzahl von 74. Wird dagegen der redestillierte Anfall mit nur einem Teil der leichten Anteile auf 50 Vol.% Aromaten gestellt, so hat das Mischbenzin 39,5 % - 100°, 3 % Ungesättigte und eine Restbenzinoktanzahl von 71. Rechnungsmäßig ergibt sich für das Mischbenzin mit 42,5 Vol.% Aromaten eine Überladekurve, die im fetten Gebiet etwas über der O_2-Kurve liegen dürfte; während sich das Mischbenzin mit 50 Vol.% Aromaten etwa wie VT 706 verhalten dürfte. Für die Verwendung in Flugmotoren haben die Benzine nach den heutigen Vorschriften einen etwas zu hohen Gehalt an Ungesättigten. Die einfachste Möglichkeit, ein in dieser Hinsicht testgerechtes Benzin zu erhalten, besteht darin, die leichten Anteile zusammen mit dem Dehydrierungsbenzin in den Raffinationsofen der DHD-Kammer einzuspritzen.

Gemeinsam mit:

Dr. Donath
" Reitz
" Hirschberger
Lajus.

gez. Nonnenmacher
" Free

1) 90er trennscharfer Destillation und stabilisiertem Ausgangsmaterial erhält man schätzungsweise nur 30 % - 85°C.

2) bei Rückführung des Redestillationsrückstandes.

000422

Anlage 1.

Produkt	Ausgangs-material Krackben-zin -190° aus P 189-Dieselöl	Anteile -100° %	Anteile -100° %	Anfall-produkt	Anteile -100° %	Anteile +100° %
		40	60		27 1)	73 1)
Bedingungen						
Kontakt				7360 Faß 522-561		
Druck				25		
Temperatur °C				340		
Durchsatz kg/Ltr.x.Std.				0,5		
Gas:Öl cbm/kg				2,0		
Versuchsdauer						
Eigenschaften						
spez. Gew./20°	0,736	0,673	0,786	0,756	0,676	0,786
A.P. I/Ia	34/36,5	49	24	34,5/34	58	24,5
" II	65,5	—	—	64	—	—
Siedebeginn	32	30	110	53	45	105
% - 70°	20	57,7	—	4	47,5	—
- 100°	39	94	—	26,8	95,0	—
- 120°	53,8	—	3	43,8	—	5
- 150°	75	—	58,5	74,0	—	61,0
- 180°	93,8	—	92,0	94,5	—	92,0
Endpunkt	195/98	109/96,5	198/98	195/98,5	108/97	198/98
Gasverlust	1,0	2,5	0	0,5	-2,0	2,0
Jodzahl (aus Bromzahl)	57,0	86,4	40,6	0,26	0,39	0,20
A.P. -100/+100°	48/25	—	—	—	—	—
Zusammensetzung						
Paraffine	42,0	—	26,5	54,0	—	46,9
Naphthene	7,5	—	10,0	13,4	—	12,0
Aromaten	28,0	ca. 8,5	41,0	32,5	9	41,0
Ungesättigte n. Jodz.	22,5	25,5	22,5	0,1	0,1	0,1
Oktanzahlen:						
Res.-Meth.	—	—	—	—	—	—
Mot.- "	ca. 75 2)	—	70	—	—	68
+ 0,12 Blei	—	—	—	—	—	—
Ofen 308 II				28.7.		
Datum				20-24h		

1) Offensichtlich leichte Anteile verlorengegangen.

2) Mittel des O.Z. der Krackbenzine aus den einzelnen Fahrperioden (nach Angabe von Dr. Free). Eine Bestimmung der Oktanzahl des Sammelproduktes ergab nur 71. Es ist jedoch wahrscheinlich, daß es sich hierbei um eine Fehlbestimmung handelt.

Anlage 2. 000423

	Ausgangs-material Krackbi aus P 189-Dieselöl 85-170°	Zugehörige leichte Anteile -85°	Versuch-het: Krackbi -170°	Anfall-produkt	Benzin -165°	Rest-benzin	berechnet DHD-Fr. mit sämtl. leichten Anteilen	berechnet auf ca. 50 Vol.% Aromaten 4) gestellt
% vom Kracke bzw. Abstreifer	60 2)	40 2)	100	100	96 3)	32,2		
Bedingungen: Kontakt				7360 Pas 522-561				
Druck atü				20				
Temperatur °C				508				
Durchsatz kg/lxStd.				0,5				
Gas:Öl cbm/kg				1,0				
Versuchsdauer				8				
Ausbeute: % Anfall				81,4				
C_4-frei				18,0				
Gas C_1-C_4				0,6				
Koks								
% Gesamtanf./ E.P.				96,0				
Spez.Gew./20°	0,768	0,651	0,722	0,790	0,794	0,682		
A.P. I/Ia	30/30,8	58,1/-	---	-6,0 ber.	-4,4	64,8		
" II	63	67,9	---	66	65,8	66,3		
Siedebeginn °C	90	25	---	50	39	39		
% - 70°	---	79	---	5	7	26		
- 100°	3	---	42	25	27	71	52,5	39,5
- 120°	37	---	---	46	49	87		
- 150°	80	---	---	80	89,5	---		
- 180°	---	---	---	95,5	---	---		
Endpunkt	175/ 98,5	97/ 92,5	---	184/ 97,5	163/98	149/97		
% Gasverlust	0,5	6,0	2,5	1,0	0,7	---		
Jodzahl (aus Bromzahl)	20	45	30	30	ca.1	---		
A.P. -150/>150°	---	---	---	-50/46 ber.	---	---		
Zusammensetzung:								
% Paraffine	---	---	---	26	27,5	84	---	---
% Naphthene	---	---	---	4	4,5	13,5	---	---
% Aromaten	ca.30	ca.8 ca.21		69	67,5	2,0	46,6	55
Unges.(n.Jodz.)	10	13 II		1,0	0,5	0,5		
Oktanzahlen:								
Res.-Meth.	---	90,7 1)	---	---	---	---	---	---
Mot.- "	---	83,6 1)	---	---	---	63,7	---	---
+ 0,12Blei	---	---	---	---	---	---	---	---
O.Z.Mot.mit 0 % Arom.ger.	---	stab: 79,5 im I.G.Mot.	---	---	---	---	73,5	70,5
Ofen 308 II								
Datum				14.8.41				

Anlage 2a zu Anlage 2. 000424

Ofen 308 II Tag 14.8.41 11h - 17h Produkt Ges.-Produkt red. 165° = 96,0 %

3 x 100 % SO_2 1 x 100 % Propan Temp. - 78°

Restbenzin-Untersuchung

Produkt	Gesamtprodukt	Raffinat (Restbenzin)	Extrakt
Gewicht %		33,5	66,5
Spez. Gewicht	0,798/15	0,686/15	0,871/15
Anilinp. I	- 4,4	+ 64,8	
" II	+ 65,8	+ 66,3	
Jodzahl			
ASTM. Kurve	38°	39°	
- 40	-- %	-- %	
- 50	1,5 "	3,0 "	
- 60	3,2 "	12,5 "	
- 70	7,0 "	26,0 "	
- 80	12,0 "	43,5 "	
- 90	18,5 "	59,0 "	
- 100	27,0 "	71,0 "	
- 110	37,0 "	81,0 "	
- 120	49,0 "	87,0 "	
- 130	62,0 "	91,5 "	
- 140	77,5 "	95,0 "	
- 150	89,5 "	-- "	
- 160	96,0 "	-- "	
Endp. %	163/98,0	149/97,2 "	
Rückstand	1,3 %	1,2 %	
Verlust	0,7 "	1,6 "	
Paraffine	33,5	84,0	
Naphthene	4,5	13,5	
Aromaten	67,5	2,0	
Ung. kW	0,5	0,5	
Klopfwerte		(56934)	
Res.	--	--	
+ Pb	--	--	
Mot.		63,7	
+ Pb		--	

1) Nach C.F.R.-Motor für nicht stabilisiertes Produkt
O.Z. M. des stabilisierten Produktes im I.G.-Motor: 80,5 (berechn.

2) Vom unstabilisierten Produkt im Kleinversuch erhalten.
Bei trennscharfer Kolonne und stabilisiertem Produkt ist mit einem Verhältnis 70:30 zu rechnen.

3) Im Labor erhalten: bei trennscharfer Kolonne 98 %.

4) Von den vorhandenen 30 Teilen Leichtbenzin bleiben 13 Teile übrig.

Anlage 2 b zu Anlage 2.

Leichtbenzin - 85° aus Krackbenzin Dr. Free.

spez. Gewicht	0,655/15
Anilinpunkt I	+ 58,1
" II	+ 67,9
Jodzahl: 2282 H.	45,0
Bombentest:	Abfall von 12,2 - 11,9 (+ 0,12 % Pb)
Glasschale vor	1,2 mg
" nach	18,2/4,0 mg
Cu-Schale :	0,0 + Pb
ASTM-Kurve:	Beginn 25°
- 30	5,0 %
- 40	27,5 "
- 50	49,5 "
- 60	66,0 "
- 70	79,0 "
- 80	89,0 "
- 90	91,0 "
Endp./ %	97/92,5"
Rückstand	1,5 "
Verlust	6,0 "
Paraffine	78,5 %
Naphthene	6,0 "
Aromaten	12,0 "
Unges. kW	3,5 "
Klopfwerte (5642 H)	Res. 90,7) nach C.F.R.-Moto Mot. 83,6)

000427

Bag 2075

Item 53.

Dehydrogenation of Heavy Benzine from Mild Aromatization at 600 and 300 Atm.

HOCHDRUCKVERSUCHE
Lu 558

1 Frumkin

2/2075/53

16. September 1941 Rtz/l

000428

Dehydrierung von Schwerbenzinen aus der milden Aromatisierung bei 600 und 300 atm. (Versuche im 1 Ltr.-Ofen mit Kontakt 7360).x)

Zusammenfassung.

Die Schwerbenzinfraktionen von 110-165° aus verschiedenen Aromatisierungsbenzinen mit 30 bis 40 Gew.% Aromaten wurden mit folgendem Ergebnis dehydriert:

Ausgangsöl der Aromatisierung	Gew.% Aromaten im DHD-Abstreifer	Ausbeute
Braunkohleverflüssigung (540 atm)	68 - 75,5	93,8 - 89,5
Braunkohleverflüssigung über 165° (540 amt)	70 - 79	94 - 91,3
Steinkohleverflüssigung (540 atm)	75,5 - 83	93,5 - 89,5
Steinkohleverflüssigung über 165° (540 u. 250 atm)	76 - 82,5	93,2 - 87,3

Durch Zumischen der Leichtbenzine der Aromatisierung zum DHD-Anfall und Redestillation auf 165° Endpunkt wurden Hochleistungsbenzine mit etwa 50 Vol.% Aromaten erhalten. Die Bilanzen dieses Verarbeitungsganges werden für Endbenzine mit genau 50 % Aromaten unter Annahme der Rückführung der DHD-Rückstände in die Aromatisierungsstufe aufgestellt. Eine Gegenüberstellung mit Bilanzen des bisher üblichen Verarbeitungsganges Vorhydrierung-Benzinierung-Dehydrierung mit den gleichen Ausgangsstoffen, denen ebenfalls Kleinversuchszahlen zugrunde gelegt werden, ergibt folgendes für Braunkohle und Steinkohle verschiedenes Bild:

x) Vgl. a. Bericht 18698 Dr. Nonnenmacher v. 23. Mai 1941

000429

Verarbeitung	Milde Aromatis.-Dehydrierung				Vorhydr.-Benzinierung-DHD		
Ausgangsöl	Aromatisierungsbedingungen	Aus 1000kg Ausgangsöl werden erhalten DHD-Hoch-Leistungs-Benzin mit 50 Vol.% Arom.	Rest-Benzin OZ.Mot.	Butan (%Isobutan)	Aus 1000kg werden DHD-Hoch-Leistungsbenzin mit 50Vol.% Arom.	Ausgangsöl erhalten Restbenzin OZ.Mot.	Butan (%Isobutan)
1.Br.-Kohleverfl.Leuna (incl.S-Bi)	540 atm Gleicherdekontakte	754 kg	67,6	105kg (31)	808 kg	69	74kg(30)
2.Br.K-Verfl. M'öl Leuna		763 kg	71,5	82 kg (30)	797 kg	70	80kg(36)
3.St.-K.Verfl. Oberschlesien (incl.S-Bi)		865 kg	73,8	49 kg (31)	813 kg	74	72kg(57)
4.St.-K.Verfl. M'öl Scholven		863 kg	76,0	76 kg (38)			
5. " "	250atm Tonerdekontakt	836 kg	73,3	63 kg (24)	800 kg	74 u. darüber	72kg(57)

Hiernach werden aus Benzinen der milden Aromatisierung DHD-Hochleistungsbenzine mit etwa gleicher Restbenzinoktanzahl erhalten wie aus Vorhydrierung-Benzinierungsbenzinen. Gleichzeitig ist aber der Isogehalt des Butans erheblich niedriger als bei der normalen Verarbeitung, die anfallende Gesamtbutanmenge im Mittel aber nur wenig niedriger. Bei Braunkohle sind die Ausbeuten an DHD-Hochleistungsbenzin bei Dehydrierung von Aromatisierungsbenzinen, bezogen auf gleiche Mengen Sumpfprodukt, 4-7% schlechter, bei Steinkohle dagegen 4 % (250 atm Aromatisierung) bis 7 % (600 atm-Arom.)-besser als bei der normalen Verarbeitung. Dieser grosse Unterschied zwischen Braunkohle- und Steinkohleprodukten ergibt sich zum grössten Teil aus der hohen Vergasung der Braunkohleprodukte in der Aromatisierungsstufe, welche allerdings noch höher und eventuell mit anderen Kontakten nachgeprüft werden müsste.

Falls das aus dem geringerer Isobutananfall sich ergebende Defizit bei der Isooktan- und Alkylatherstellung anders überbrückt werden kann, wäre die milde Aromatisierung mit anschliessender Dehydierung bei Steinkohleverflüssigung nach obigen Ergebnissen dem bisher

000430

üblichen Herstellungsgang von DHD-Hochleistungsbenzinen wegen des beträchtlichen Ausbeutevorteils vorzuziehen.

Für grosstechnische Verhältnisse lässt sich aus obigen Zahlen unter Zugrundelegung der derzeit für Vorausschätzungen von DHD-Anlagen angenommenen Ausbeuten folgendes Bild gewinnen:

Verarbeitungsgang	Milde Aromatisierung → Dehydrierung		Vorhydrierung → Benzinierung → Dehydrierung	
Ausgangsöl	aus 1000 kg Ausgangsöl werden erhalten kg DHD-Hochleist. Benzin	kg Butan	kg DHD-Hochlstg. Benzin	kg Butan
1. Br. K-Verfl. Leuna (incl. S-Bi)	730 (540 atm)	110	750	90
2. Br. K-Verf. M'Öl Leuna	740 (")	90	745	95
3. St. K-Verfl. Oberschlesien (incl. S-Bi)	830 (")	60	760	85
4. St. K-Verfl. M'Öl Scholven	830 (")	85	755	90
5. " " "	800 (250 ")	70		

Im Falle von Steinkohleverflüssigung wird die Überlegenheit der Dehydrierung von Aromatisierungsbenzinen gegenüber der von Vorhydrierungs-Benzinierungsbenzinen noch grösser, während die Unterschiede zwischen beiden Verarbeitungsgängen im Fall von Braunkohleverflüssigung nunmehr fast verschwinden.

000431

Durchführung der Versuche.

Einige Schwerbenzine der milden Aromatisierung von Braunkohle- und Steinkohleverflüssigung (30-40 Gew.% Aromaten) wurden im 1 Ltr.-Ofen über Kontakt 7360 nach dem DHD-Verfahren verarbeitet. Durch Zumischen der Leichtbenzine der Aromatisierung zum DHD-Anfall und Redestillation auf 165° Endpunkt wurden Hochleistungsbenzine mit ca. 50 Vol.% Aromaten erhalten.

Tabelle 1 enthält die Aromatisierungsbenzine, von denen ausgegangen wurde, und zwar Angaben über die Fahrweise in der Aromatisierungsstufe, Eigenschaften der Aromatisierungsbenzine, die bei 165° abgeschnitten wurden, und ihrer Restbenzine, Benzinleistung, Vergasung, H_2-disponibel auf 100 C im Ausgangsöl und im Aromatisierungsbenzin, Anfall an Butan und iso-Butan bei der Aromatisierung, letztere zur Verwertung bei der späteren Bilanzierung abgerundet aufgrund allgemeiner Erfahrungen über Butan- und iso-Butangehalt der Vergasung bei der Aromatisierung (Vgl.z.B. Ber.190751 Dr.Reitz v.1.8.1941)

Es handelt sich um folgende Aromatisierungsbenzine.

1) Aus Braunkohleverflüssigung(einschl.Sumpfbenzin) bei 540 atm über Kontakt 7978 (Welheim-Kontakt), 31 Gew.% Aromaten.
2) Dasselbe aus Braunkohleverflüssigungsmittelöl >165°, 37 % Aromaten.
3) Aus Steinkohleverflüssigung (Benzin + Mittelöl im Anfallverhältnis der Heizölfahrweise = 35 % -165° aus oberschlesischer Kohle) bei 540 atm über den gleichen Kontakt 7978, 33% Aromaten.
4) Aus Steinkohleverflüssigungsmittelöl über 165° Scholven bei 540 atm über Kontakt 8239, 38 % Aromaten. Der Kontakt hatte eine ähnliche Zusammensetzung wie der Welheim-Kontakt, enthielt aber wesentlich mehr Molybdän (5statt 0,5%), sodass er eine günstige Fahrweise bei tieferer Temperatur (24 mV) mit guter Leistung, niedriger Vergasung und hohem Butan- und iso-Butangehalt der Vergasung gestattete (Vgl.Ber.190751 Dr.Reitz v.1.Aug.1941).
5) Ebenfalls aus Scholvener Mittelöl bei 250 atm über Kontakt 7360 unter Erhöhung der Spaltaktivität dieses Kontaktes durch Fluor, das während des Betriebes in Form von Xylolhexafluorid zugefahren wurde (vgl. Ber. 191841 Dr.Reitz v.1.Sept.1941), 30 Gew.%-Aromaten.

Tabelle 2 enthält die Schwer- und Leichtbenzine, in die die Aromatisierungsbenzine von Tabelle 1 zerlegt wurden, und zwar ihre Eigenschaften sowie das Verhältnis, in dem die Zerlegung vorgenommen wurde. Bei den Leichtbenzinen, deren Endpunkte zwischen 94 und 118° lagen,

000432

wurden auch die Restbenzine untersucht. Die Schwerbe: zine dieser Tabelle wurden nach dem DHD-Verfahren weiterverarbeitet (s.Tab.3), die Leichtbenzine wurden später den dabei erhaltenen DHD-Benzinen im ungefähren Anfallverhältnis zugemischt (vgl.Tab.4).

Tabelle 3 enthält die Ergebnisse der Dehydrierung der Schwerbenzine. Die Versuche wurden im 1-Ltr.-Ofen 308/II mit einem 7360-Kontakt aus der technischen Produktion (Pass 522-561) ausgeführt, der wie aus dem in der letzten Spalte der Tabelle angeführten Vergleichsversuch mit Erdölbenzin (P 1472>90°)zu erkennen ist, eine mittelgute Dehydrieraktivität besass. Eine genauere Beurteilung der Aktivität des Kontaktes erfolgt in anderem Zusammenhang. Mit jedem der 5 Schwerbenzine werden 2 Versuche ausgeführt, und zwar durchweg bei 25 atm H_2-Druck und bei 2 Temperaturen (26 und 27 mV), die im ganzen Ofen konstant (ohne Temperaturabfall) gehalten wurden. 2 Versuche mit extrem stark abfallender Temperatur (60 bzw.40° Abfall) wurden ausgeführt, um von den vorliegenden Kleinversuchen auf technische Verhältnisse schliessen zu können.

Die DHD-Abstreifer enthielten bei den Aromatisierungsbenzinen

aus Braunkohleverflüssigung	68-75,5 Gew.%	Aromaten bei 93,8-89,5% Ausbeute
aus Braunkohlemittelöl	70-79 "	Aromaten bei 94,0-91,3% Ausbeute
aus Steinkohleverflüssigung	75,5-83 "	93,5-89,5 Aromaten bei
aus Steinkohlemittelöl	78 "	93,2 % Ausbeute
aus Steinkohlemittelöl(25 atm)	76-82,5 "	Aromaten bei 92,4-87,3%Ausbeute

im übrigen 4-16% bis 100° und ca. 90% und darüber bis 165°.

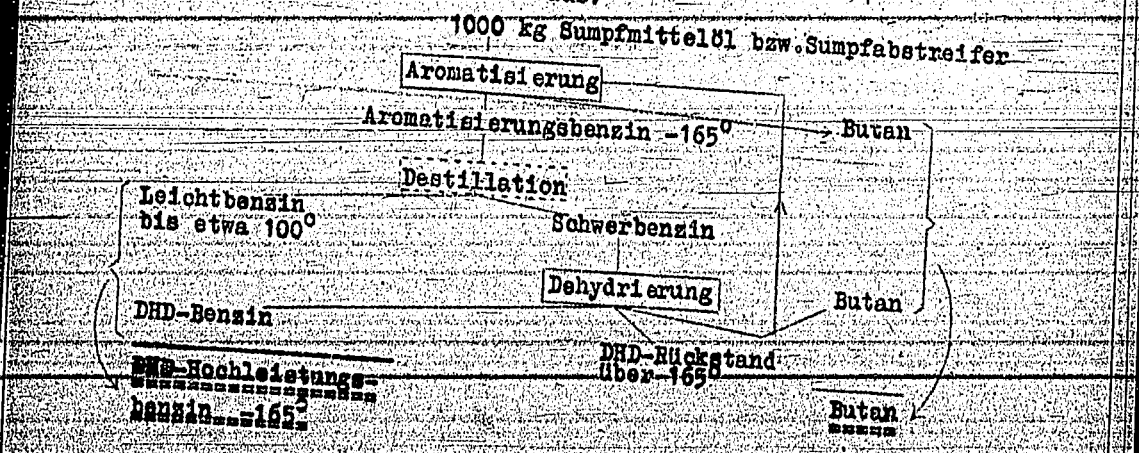
Die Ausbeuten sind also bei Braunkohle, insbesondere bei Braunkohleverflüssigung einschliesslich Sumpfbenzin, bezogen auf gleichen Aromatengehalt im Abstreifer erheblich schlechter als bei Steinkohle.

Tabelle 4 enthält die genauen Benzinuntersuchungen der Mischungen aus einer Auswahl der dehydrierten Schwerbenzine (vgl.Tab.3) und den zugehörigen Leichtbenzinen (vgl.Tab.2). Hierzu wurden die DHD-Abstreifer ungefähr in den aus den Ausbeuten der DHD-Stufe errechneten Anfallverhältnissen mit den Leichtbenzinen gemischt und die Mischungen auf Endpunkt 165° redestilliert. Der DHD-Rückstand >165° erscheint also in Tab.4 als Redestillationsrückstand. Die Benzinuntersuchungen enthielten auch Untersuchungen des Gesamtrestbenzins, des Restbenzins bis 100° und über 100°, Aromatenzerlegungen des Extraktes und Bombenteste. Die Bombenteste waren bei den Braunkohleprodukten in 2 Fällen und bei Steinkohle in einem Fall etwas ungenügend. Hierzu ist

000433

zu bemerken, dass die Dehydrierung ohne Nachraffination durchgeführt wurde und dass bei der technisch angewandten Nachraffination die Teste in Ordnung sein dürften.

Bei dem hier eingeschlagenen Verarbeitungsgang war die Herstellung von Hochleistungsbenzinen mit 50 Vol.% Aromaten angestrebt worden. Die erhaltenen Mischungen entsprechen nicht in allen Fällen genau dieser Forderung. Zur Beurteilung der Fahrweise und zum Vergleich der Produkte untereinander wurden daher die Ergebnisse auf 50 Vol.% Aromaten umgerechnet. Da in der Dehydrierungsstufe jeweils Versuche unter verschieden scharfen Fahrbedingungen ausgeführt wurden, war eine zuverlässige Umrechnung möglich. In Tabelle 5 sind die Ergebnisse der Umrechnung enthalten, und zwar jeweils ausgehend sowohl von 1000 kg Sumpfmittelöl bzw.-Abstreifer als auch von 1000 kg Aromatisierungsbenzin. Es sind die in den verschiedenen Stufen anfallenden Mengen an Schwer- und Leichtbenzin, DHD-Benzin + Leichtbenzin (=DHD-Hochleistungsbenzin) sowie an Butan und Isobutan im Gesamtverarbeitungsgang neben den wichtigsten Daten der einzelnen Produkte aufgeführt. Infolge der Umrechnung auf 50 Vol.% Aromaten weichen die Mischungsverhältnisse DHD-Benzin zu Leichtbenzin und als Folge davon auch die Restbenzinoktanzahlen etwas von den in Tabelle 4 untersuchten Mischungen ab. Es ist dabei angenommen worden, dass der DHD-Rückstand in die Aromatisierungsstufe zurückgeführt und dort mit etwa gleicher Ausbeute wie Sumpfmittelöl verarbeitet werden kann (Vgl. hierzu etwa Ber.180011 Dr.Reitz v.10.Jan.1941) Das Schema für die von 1000 kg Sumpfmittelöl bzw.-abstreifer ausgehende Bilanzierung sieht danach folgendermassen aus:



000434

Für die von 1000 kg Aromatisierungsbenzin ausgehende Bilanzierung gilt der unterhalb des roten Striches liegende Teil des Schemas; der DHD-Rückstand ist dabei als besonderes Anfallprodukt gerechnet, das zu Autobenzin oder Gasöl zugemischt werden könnte. In der Dehydrierungsstufe ist einheitlich mit einem aus früheren Versuchen folgenden Mittelwert von 26 % Butan in der Vergasung mit einem Iso-Gehalt von 33 % gerechnet.

Um die Bilanzergebnisse mit denen der bisher üblichen Erzeugung von Hochleistungsbenzinen über Vorhydrierung, Benzinierung, Dehydrierung vergleichen zu können, muss man folgende Punkte beachten:

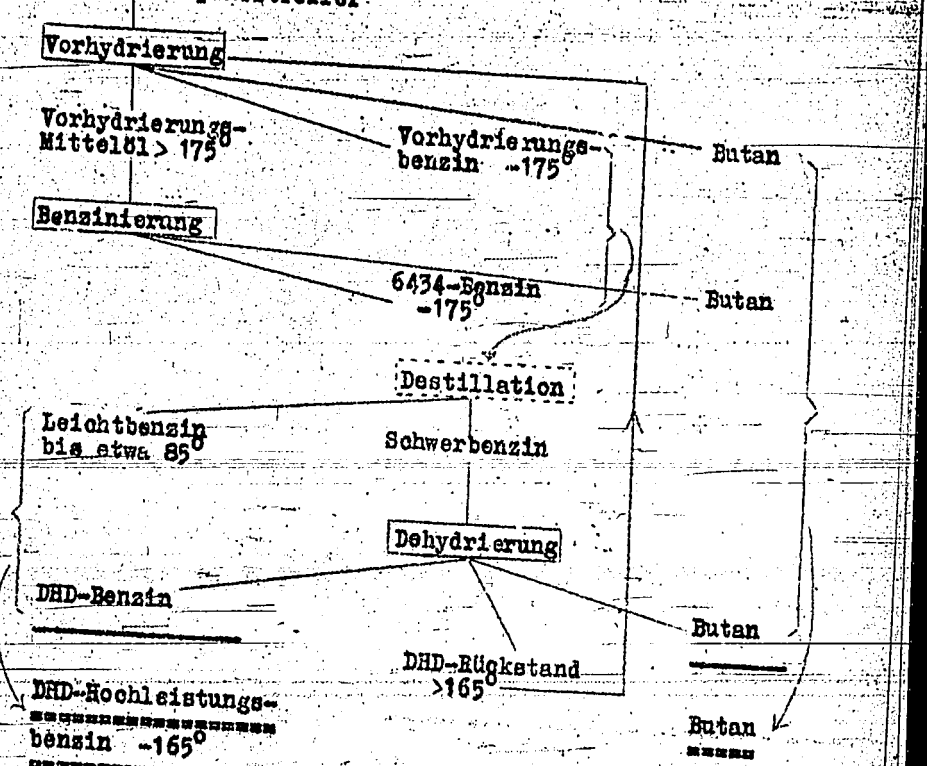
1) Zur Verarbeitung in der DHD-Stufe hätten die Aromatisierungsbenzine noch etwas höher, (bei 175 statt 165°) abgeschnitten werden können.

2) Es wäre wahrscheinlich günstiger, etwas weniger Leichtbenzin aus dem Aromatisierungsbenzin abzutrennen und das Schwerbenzin dann unter weniger scharfen Bedingungen mit besserer Ausbeute zu dehydrieren. Eine solche Zerlegung wurde im Fall der Braunkohleverflüssigung durchgerechnet (s. Tab. 5), da dort bei der tatsächlich ausgeführten Zerlegung 50 % Aromaten in der Endmischung nur mit untragbar hohen Vergasungsverlusten hätten erhalten werden können.

3) Die bei homogener Temperatur in der Dehydrierungsstufe erhaltenen Ausbeuten sind etwas günstiger als bei technischer Fahrweise mit abfallenden Temperaturen in den einzelnen Öfen.

Der Verarbeitungsgang Vorhydrierung - Benzinierung - Dehydrierung wurde daher aufgrund vorliegender Daten vollkommen parallel durchgerechnet mit niedrigerem Endpunkt des DHD-Einspritzproduktes als üblich und mit den in Kleinversuchen erhaltenen Ausbeuten der Dehydrierungsstufe (Vgl. Tabelle 6). Als Vorhydrierungskontakt wurde dabei ein Tonerde-Mo-(oder W)-Ni-Kontakt mit vorgeschaltetem 5058 angenommen, für den DHD-Rückstand Rückführung in die Vorhydrierungsstufe. Das Verarbeitungsschema sieht danach folgendermassen aus:

000435



Ergebnisse der Dehydrierung von Aromatisierungsschwerbenzinen.

Die Versuche ergeben einen grossen Unterschied zwischen der Verarbeitung von Braunkohle- und von Steinkohlearomatisierungsbenzinen; erstere ergeben mit erheblich schlechterer Ausbeute Mischbenzine von geringer Qualität. Die Ausbeute- und Qualitätsunterschiede rühren daher, beide sowohl von der Aromatisierungs- als auch von der Dehydrierungsstufe her. (Vgl. auch die aus den Restbenzinoktanzahlen der Mischungen und der Leichtbenzine rückwärts errechneten Restbenzinoktanzahlen der DHD-Abstreifer in Tab.3, zweitunterste Reihe). Erst in 2. Linie spielt es eine Rolle, ob das Ausgangsöl für die Aromatisierung Sumpfbenzin enthält oder nicht. Bei Braunkohle sinkt bei Mitverarbeitung von Sumpfbenzin die Ausbeute an Hochleistungsbenzin um etwa 1%, während der Butananfall etwas ansteigt. Bei Stein-

kohle wurden die entsprechenden Versuche mit verschiedenen Kontakten ausgeführt; dabei ergaben sich etwa gleiche Ausbeuten und etwas höherer Butananfall mit höherem Isolutangehalt bei S-Benzin-freiem Ausgangsmaterial, da in diesem Fall die Aromatisierung bei 40° tieferer Temperatur mit entsprechend höherem C_4- und iso-C_4-Gehalt der Vergasung durchgeführt wurde. Ohne S-Benzin wird in beiden Fällen eine höhere Restbenzinoktanzahl erhalten als bei Mitverarbeitung von S-Benzin, und zwar ist dieser Unterschied bei Braunkohle erheblich, bei Steinkohle allerdings geringer und daher nicht ganz sicher. Beim Vergleich der Steinkohlenversuche mit 600- und mit 250-atm-Aromatisierung ergibt sich die um 3 % schlechtere Ausbeute an Hochleistungsbenzin und der geringere Isogehalt des anfallenden Butans lediglich aus der Aromatisierungsstufe, da der bei 250 atm verwendete Tonerdekontakt höhere Vergasung und niedrigeren Isogehalt des Butans ergab als der bei 600 atm verwendete Bleicherdekontakt.

Vergleich mit der Verarbeitung über Vorhydrierung und Benzinierung (s.a. die Tabelle in der Zusammenfassung).

Das Ergebnis dieses Vergleichs sieht für Braunkohle und Steinkohle verschieden aus.

Braunkohle: Während bei dem normalen Verarbeitungsgang DHD-Mischbenzine von etwa VT 706 b-Qualität erhalten werden, liefert die Dehydrierung im Anschluss an eine 600 atm-Aromatisierung bei Mitverarbeitung von Sumpfbenzin nur ein Mischbenzin von etwas geringerer Qualität, ohne Sumpfbenzin dagegen ein solches von etwas besserer Qualität. Dabei ist die Ausbeute im 1. Fall etwa 7%, im 2. etwa 4% schlechter als bei dem normalen Verarbeitungsgang; ferner ist der Isogehalt des Butans (bei etwa gleichem Butananfall) ebenfalls erheblich niedriger als bei diesem. Für Braunkohleverflüssigung kommt danach eine Aromatisierung mit anschliessender Dehydrierung nicht in Frage, und zwar, wie man im einzelnen sehen kann, wegen des unbefriedigenden Verlaufes der Aromatisierung, insbesondere wegen der hohen Vergasung, die allerdings nochmals nachgeprüft werden muss.

Steinkohle: Bei Aromatisierung-Dehydrierung wird die Qualität normaler DHD-Hochleistungsbenzine aus Steinkohleverflüssigung mühelos erreicht. Bei 600 atm-Aromatisierung unter Verwendung von Bleicherdekontakten, die wesentlich mehr leichte Anteile im Benzin liefern wie 250-atm Kontakte, wurde bei Verarbeitung von Sumpfmittelöl allein dabei die beste Qualität erhalten (Restbenzin-Oktanzahl Motor Methode

000437

Gleichzeitig ist die Ausbeute an Hochleistungsbenzin beträchtlich höher als bei dem bisher üblichen Verarbeitungsgang, und zwar bei 600 atm-Aromatisierung etwa 7%, bei 250 atm-Aromatisierung etwa 4%. Als einziger Nachteil steht dem ein niedrigerer Isogehalt des gleichzeitig anfallenden Butans und möglicherweise eine etwas niedrigere Gesamtbutanmenge gegenüber. Falls das sich daraus ergebende geringe Defizit bei der Isooktan- und Alkylatherstellung anderweitig gedeckt werden könnte, könnte möglicherweise der hier eingeschlagene Verarbeitungsgang dem bisher üblichen vorziehen sein. Bei einer Kalkulation wäre noch zu berücksichtigen, dass auch eine 600 atm-Benzinierung mit anschliessender Dehydrierung vermutlich bessere Benzinausbeute bei geringerem Butananfall liefert.

Übertragung auf grosstechnische Verhältnisse.

Bei Übertragung auf grosstechnische Verhältnisse ist zu berücksichtigen, dass bei Vorhydrierung, Benzinierung und Aromatisierung zwar im grossen etwa die gleichen Ausbeuten erhalten werden wie in Kleinversuchen, das dagegen bei der Dehydrierung die technischen Ausbeuten zur Zeit noch erheblich hinter denen von Kleinversuchen, insbesondere von solchen mit homogener Ofentemperatur wie im vorliegenden Fall, zurückbleiben. Diese Differenz ist für die Dehydrierung von Aromatisierungsschwerbenzin und Schwerbenzin von Vorhydrierung, Benzinierung verschieden, da durch die Dehydrierung im 1. Fall nur etwa 60-70% des Gesamtbenzins von 30-40 auf 75 Gew.% Aromaten gebracht werden müssen, im 2. Fall aber über 80% des Gesamtbenzins von 10-15 auf 65 % Aromaten. Im 2. Fall, in dem man eine grössere Benzinmenge unter schärferen Bedingungen verarbeiten muss, ist die Differenz daher erheblich grösser, das Ausbeuteverhältnis an DHD-Hochleistungsbenzin verschiebt sich daher zu Gunsten des Verarbeitungsganges Aromatisierung-Dehydrierung. Unter Zugrundelegung der derzeitig für Vorausschätzung von DHD-Anlagen angenommenen Ausbeuten ergeben sich folgende Ausbeuten an DHD-Hochleistungsbenzin,

000438

Verarbeitungsgang	Milde Aromatisierung → Dehydrierung			Vorhydrierung → Benzinierung → Dehydrierung	
	atm	i.Kleinversuchen	grosstechnisch	i.Kleinversuchen	grosstechnisch
Braunkohleverfl. Leuna	540	754	730	808	750
Braunkohlemittelöl Leuna		763	740	797	745
Steinkohleverfl. Oberschlesien		865	830	813	760
Steinkohlemittelöl Scholven		863	830		
Steinkohlemittelöl Scholven	250	836	800	800	755

Im Falle von Steinkohleverflüssigung ergibt sich nunmehr eine erhebliche Überlegenheit der Dehydrierung von Aromatisierungsschwerbenzin, während im Falle von Braunkohleverflüssigung der Vorteil des bisherigen Verfahrens fast verschwunden ist. Der grosstechnisch zu erwartende Butananfall ist gleichzeitig gegenüber den Kleinversuchen etwas erhöht, und zwar sind die Zahlen der Tabelle 5 um etwa 6-9 kg, die der Tabelle 6 um 12.15 kg zu erhöhen (s.a.Tabelle der Zusammenfassung). Der Isobutangehalt würde sich nur in Tabelle 6, und zwar von 56-57 auf etwa 50-52% ändern.

gez. Reitz

Gemeinsam mit:

Dr.Nonnenmacher
" Fürst
" Lajus
" Meier
" Dehn

000439

Tabelle 1: Ausgangsbenzine

Ausgangsöl	P 1251	P 1251>165	K 1197-8 M'öl+8-Bi v.Ofen 45 (35%-165°)	P 1271 red.	
Ofen	308/III	308/III	308/III	308/III	410/IV
Kontakt	7978	7978	7978	8239 Oh.2	7360 Oh.6.
Datum	22.-25.4.	27.-29.4.	8.-13.5.	18.-23.6.	7.-20.6.
Nr.d.Verarb.Ganges	1	2	3	4	5
Ausgangsöl:					
spez.Gewicht δ C	0,900	0,943	0,882		0,960
A.P. °C	+11	+8,0	-1,5		-17
Siedebeginn °C	62	180	69		138
% - 165	17,5		36		
% - 200	28	3,5	49,5		13
% - 250	53,5	47,5	72		49
% - 325	95	98	-		-
Endpunkt °C	329/97,5	325	322		322/99
Phenole	~14	~17	17		~17
Druck atm H_2	540	540	540	540	250
Temp. mV	26,5	26,5	26,5	24,0	25,5
Durchsatz kg/Ltr./Std.	1,52	1,12	1,52	1,10	1,0
% Frischöl	60	60	60	65	50
cbm Gas /kg Öl	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0
% P 471	-	-	-	-	0,2
Benzinkonzentr.%	48	50	49	47	41
Leistung	0,60	0,48	0,67	0,49	0,36
Vergas./Bi+V	19	21	10	13	16
Benzin:					
spez.Gew. δ C	0,759	0,771	0,776	0,774	0,777
AP.I/II °C	+28,2/56	+20,7/55,2	+20,5/51	+17/51,8	+25,6/52,3
Siedebeginn	43	41	47	38	47
% - 70°	11	10	4	9	5
% - 100°	40	36	36	34	33
% - 150°	87	84	88	93,5	84
% - 160°	94	91	94	95,5	94
Endpunkt °C	164/97,4	166/97,4	165/97	162/97,5	163/98
Zus:Paraffine	36	31	24	24,5	28
Naphthene	31	30	41	37	40
Aromaten	31	37	32,5	37,5	30
Ungesättigte	2	2	2,5	1	2
Jodzahl	15,7	13,6	22,5	2,1	1,8
O.Z.1 Res.Mot.Meth.	80	84	83	86,8	78,4
M.M./M.M.+ 0,12 Pb	72,5/90	75/91,8	74/90	76,2/90	74/89,6
Restbenzin: %-100°C	47	45	42	42	33
Endpunkt °C	165	169	171	158	163
O.Z.Mot.	61,5/85,5	63,5/87,3	61,8/85	69,5/90	65,3/87,5
B.Test m.0,12 Pb					
Abfall atm	ohne	ohne		ohne	
Glassch.vorher	0,6	2,1		3,0	
" nachher mg	53,6/3,3	42,0/4,3		11,1/3,0	
C-Schale mg	43,4	40,0		4,3	
Ausgangsöl:H_2disp.auf 100°C					
Aromatisierungsbenzin"	11,9	11,2	12,4	10,1	10,1
% C_4 in C_1-C_4	14,3	14,2	14,3	14,2	14,3
% iso im C_4	40	35	35	45	30
	30	30	30	40	20
kg C_4 auf 1000-kg Ausgangsöl	78	71	36	61	50

Tabelle 2: Zerlegung der Ausgangsbenzine in Leicht- und Schwerbenzin

Ofen	308/III		308/III		308/III		308/III		410/IV	
Kontakt	7978		7978		7978		8239		7360	
Datum	22.-25.4.		27.-29.4.		8.-13.5.		18.-23.6.		7.-20.6.	
Nr.d.Verarb.-Ganges	1		2		3		4		5	
Zerlegung Gew.%	41%	59%	43%	57%	41%	59%	41,5%	58,5%	30%	70%
Benzin: Spez.Gew./20°C	0,713	0,798	0,728	0,804	0,746	0,802	0,735	0,810	0,732	0,795
A.P. I/II °C	+41/54,9	+135/57,5	+34,2/55	+10,3/56,5	+28,3/49,1	+1/53	+28,5/51,8	+10/52	+30/49,3	+22/52,5
Siedebeginn °C	38	108	42	110	52	110	39	110	40	103
% - 70	52	–	34	–	17	–	30,5	–	32	–
% - 100	–	–	91,8	–	89,5	–	90,5	–	91	–
% - 150	–	76,5	–	71	–	79	–	49	–	75,5
% - 160	–	89,5	–	85	–	91	–	67	–	88,5
Endpunkt °C	94	171	118	175	116	172	113	172	111	170
Zus.: Paraffine	41	34,4	37,5	28	24	23	29	22	24,5	27,5
Naphthene	41	24,6	37,5	22	52	31,5	43,5	33	52	38,5
Aromaten	26,5	40	24	47	24	43,5	26,5	43	22,5	32,5
Ungesättigte	1,5	0,5	1	(3)	1	(4)	1	(2)	1	(1,5)
Jodzahl (Bromzahl)	6,0(2,5)	16,0(4,1)	4,7(1,8)	12,3(4,8)	5,6	6,9	1,5	3,0	0,8	1,3
O.Z.:Res.-M.	79,5	68,5	76,7	80,7	82,9	77,3	88,5	80	87	74
M.M./M.M.+ 0,12 Pb	73,6/ 93,9	64,2/ 80,2	74,8/ 95,8	71,1/ 84	78,0/ 93,8	70,8/ 84	80,0/ 94,5	73,5/ 84,5	80,5/ 98,5	68,3/ 84,5
% - 70°C Restbi	54		42		5,6		36,8		41	
% - 100°C	–		–		78,2		92,4		94	
Endpunkt °C	94		113		118		118		108	
O.Z.Mot./Mot.+0,12Pb	75,8/ 96,8		73,6/ 96,2		75/ 93		78,5/ 96,1		78/ 95	

Tabelle 3 - Dehydrierung der Schwerbenzine.

Ausgangsmaterial	Schwerbenzin aus Kol.308/III vom 22.-24.6. aus P 1251			Schwerbenzin aus Kol. 308/III v.21.-29.4. aus P 1251		Schwerbi aus Kol. 308/III v.8.-13.5. a.K 1197 S-Mol+S-Bi		Schwerbi aus Kol. 308/III v.18.-23.6. aus P 1271		Schwerbi aus Kol. 410/IV v.7.-20.6. aus P 1271		P 1472 >90 z.Vgl.
Gew.-% Aromaten	40			47		43,5		43		32,5		
Ofen 308/II	22.6	23.6.	24.6.	25.6	26.6.	27.6.	28.6.	29.6.	30.6.	1.7.	2.7.	18.6.
Datum 1941	11-22h	12-23h	13-24h	13-23h	12-23h	11-22h	13-24h	13-24h	13-24h	14-1h	12-23h	13-20h
Druck atm	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25	25
Temperatur mV	26	27	29/27/26/25,5	26	27	26	27	26	28/26,5/26/25,5	26	27	27
Durchsatz kg/Ltr.Std.	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
cbm Gas: kg Öl	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Zyklusdauer Std.	12	12	12	12	10	12	12	12	12	12	12	8
Zahl der Regeneration	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	5
% Ausbeute an C_4-freiem Produkt	93,8	89,5	84,2	94,0	91,3	93,5	89,5	93,2	89,9	92,4	87,3	77,5
C_1-C_4	5,85	10,4	15,5	5,5	8,5	6,2	10,3	6,7	10,0	7,5	12,6	21,7
Koks	0,35	0,15	0,3	0,45	0,2	0,3	0,2	0,07	(0)	?	0,07	0,75
Produkteigenschaften												
spez.Gew. 20°C	0,812	0,816	0,814	0,820	0,824	0,824	0,831	0,832	0,834	0,823	0,825	0,776
A.P. I °C[1]	-6,5	-17,8	+23,8 M	+24,5 M	+19,5 M	+21,3 M	+18,8 M	+21,5 M	+18,5 M	+22,7 M	+18,8 M	-4,2
A.P. II °C[1]	+62,5	+62,0	+57 M	+57 M	+57 M	+57 M	+58,8 M	+58,5 M	+58,5 M	+58,5 M	+58,5 M	+64,6
Siedebeginn °C	78	48	63	79	58	69	62	58	53	52	49	38
% - 70	-	1	-	-	1,5	-	1	1,5	1,5	1,5	2	14
% - 100	4	10	11	4	8,5	6	7,5	11	9,5	14	16	38
% - 120	25,5	34	36	24	29,5	28	26,5	36,5	29,5	38,5	41	64
% - 150	77	80	82	70	87	78	79,5	75,5	73,5	73,5	77,5	91
% - 160	85,5	87	87	79	88,5	86,5	89,5	84,5	83,5	84	86	94
% - 180	95	94	94	91	96	94,5	95,5	95,5	94	94	94,5	-
Endpunkt °C	188/98	215/98	205/98	198/95	195/99	205/98,5	189/97,5	194/97,5	189/97,5	198/98	205/98	178/97
A.P. -100°	+24,5	+28	+25,5	+24	+20,5	+22,7	+15,8	-	+20,3	+20,5	+21,2	-
100-150°	-4	-18	-18	-11	+24	-20	-33	-	-30,4	-23,5	-32,6	-2,5
>150°	-28,5	-44	-41	-34,5	+46	-46	-52	-	-49,5	-40,0	-47,6	-
Gew.-% Aromaten	68	75,5	71	70	79	75,5	83	78	83	76	82,5	63
Jodzahl(Bromzahl)	9,9(1,5)	4,0(-)	- -	9,9(2,3)	11,0(-)	3,5(-)	3,0(-)	3,4(-)	11,3(-)	11,4(-)	12,2(-)	11,6(2,6)
Restbenzin OZ.Mot.ber.	55,8	55,1		62,8	63,5		68,9	69,0			67,7	
Nr.d.Verarb.Ganges	1			2		3		4		5		

1) M = in Mischung mit 50% Normalbenzin

Tabelle 4

DHD aus Schwerbenzin >100° von Ofen 308/II vom	AUS Braunkohle 22.6.	23.6.	25.6.	26.6.	28.6.	29.6.	Aus Steinkohle 2.7.
+Leichtbenzin -100° aus Sammelbenzin von	Kol.308/III v.22.-24.6. aus P1251	Kol.308/III v.22.-24.6. aus P1251	Kol.308/III v.27.-29.6. aus P1251 >165°	Kol.308/III v.27.-29.6. aus P1251 >165°	Kol.308/III v.8.-13.5. a.E1197	Kol.308/v.18.-23.6. aus P 1271	Kol.410/IV v.7.-20.6. aus P 1271
Mischungsverhältnis (Anfallverhältn.errechn.)	100:77 100:74	100:75 :79,5	100:77 :80	100:75 :83	100:80 :78	100:80 :76	100:50 :49
Benzin redest. -165° %	97	97	97	98	98	98	98,8
Redestillationsrückstand%	3	3	3	2	2	2	1,2
spez.Gew. 15°C	0,766	0,771	0,781	0,787	0,796	0,790	0,796
A.P. I	+ 13,9	+6,3	+6,1	-1,4	-1,8	-4,9	-4,4
A.P. II	+57	+56,9	+56,6	+56,2	+51,3 (2097H)	+53,8	+53,3
Jodzahl	8,5	9,1	8,4	9,2	-	-	6,9
Dampfdruck atm	0,445	0,466	0,420	0,494	-	-	0,466
Siedebeginn °C	44	42	45	49	54	46	47
% - 70	14,5	16,5	10	9	4,5	9,5	10
% - 100	54,5	45,5	47	47	43	45	46,5
% - 120	73	73	69,5	69	70	69	68
% - 150	93	92	92	90	93,5	92	91,5
% - 160	96,5	96	96	96	96,5	95,5	95
Endpunkt °C	166/98,5	165/98,2	165/98	168/98,5	168/98,5	165/97,8	166/97,8
Zusammensetzung Gew.%							
Paraffine	30	27	26,5	23,5	17,5	19,5	17
Naphthene	23	20	21	19	28,5	25	20
Aromaten (Vol.%)	45(39,6)	50,5(44,7)	50,5(45,3)	55,5(50)	52,5(48)	56(50,7)	61(55,7)
Ungesättigte	2	2,5	2	2	1,5	1,5	2
O.Z.Res.-Meth.	86,8	89,7	88,5	91,8	-	94,4	-
M.-M/M.-M.+0,12 Pb	78,3/94,5	80,9/95	79,2/94,6	80,8/95,6	81,5/94,5	82/98,5	84/97,5
Bombentest + Pb							
Druckabfall atm	1,4		0,9	0	0	gering	0,6
Glasschale vorher	1,5		0,9	0,7	1,8	1,8	2,0
" nachher	36,5/25,3		48,6/32,6	29,1/13,4	25,8/6,0	29,6/2,1	41,8/31,3
Cu-Schale + Pb	-		12,2	2,4	2,6	12,8	4,8
Restbenzin Gew.%	54,0	48,7	49,3	43,7	46	44,5	38,5
spez.Gew. 15°C	0,706	0,701	0,713	0,707	0,721	0,717	0,711
A.P. I/II °C	+56,5/57,5	+56,2/57,3	+55,3/56,8	+55,6/57,1	+50,1/52	+52,1/54,1	+52/53,4
Siedebeginn °C	42	40	40	42	49	40	41
% - 70	28	34,5	24	29,5	19,5	28	31,5
% - 100	76,5	83	71	80	83	78	84
% - 120	87	91,5	87	92	94	91	92,5
Endpunkt °C	152/97	150/97,2	154/97,8	147/98	136/97,8	148/97,8	146/97
O.Z.Mot.M./M.-M.+0,12Pb	69,2/91,2	70,0/-	70,0/-	70,8/-	73,6/-,91	76/94,5	74,8/94
Restbenzin >100° Gew.%	12,7		16,7	10,7	7,4	11,4	8,5
spez.Gew. 15°C	0,746	0,745	0,751	0,750	0,761	0,762	0,757
Ap. I/II °C	+59,2/63,4	+56,5/61,5	+55,5/60,2	+54,8/60,2	+46,7/53,2	+50,2/56,7	+49,4/57
Siedebeginn °C	105	100	104	103	>100	103	101
% - 120	37	68	45,5	61	44	58,5	67,5
% - 150	90,5	95	91	94	96	94	93
Endpunkt °C	162/98,5	160/98,5	162/98,2	160/98,5	162/98,8	159/98,5	163/98,2
O.Z.-Mot.-Meth.	42	46,5	49	51,5	-	-	-
Restbenzin -100°							
O.Z.M.-M./M.-M.+0,12 Pb	74/95,2	74,2/95	75,8/97	76,3/96	75,2/94	79/99	77,3/97
Extrakt Gew.%	46,0	51,3	50,7	56,3	54,0	55,5	61,5
% Benzol		16,3	16,3	16,1	15,0	18,0	16,5
% Toluol		33,6	31,8	33,4	35,3	32,2	35,3
% Xylol		31,9	33,5	32,1	33,4	29,4	30,2
% höhere Aromaten		17,8	18,2	19,0	15,1	19,4	17,2
Nr.des Verarbeitungsganges	1		2		3	4	5

000442

Tabelle 5 Bilanz der Herstellung von DHD-Hochleistungsbenzinen über Aromatisierung.

	aus Braunkohle		aus Steinkohle			
Aromatisierung Kontakt	7978	7978	7978	7978	8239	7360
Druck atm	540	540	540	540	540	250
Ofen	308/III	308/III	308/III	308/III	308/III	410/IV
Datum	22.-25.4. P 1251	22.-25.4. P 1251	27.-29.4. P 1251	8.-13.5. P 1251/165	18.-23.6. P 1271	7.-20.6. P 1271
Ausgangsöl 1000 kg				W 110 S-Mi+Bi		
Aromatisierungsbenzin kg	847 / 1000	847 / 1000	824 / 1000	931 / 1000	918 / 1000	880 / 1000
% -100°	40	40	36	36	34	33
Gew.% Aromaten	31	31	37	32,5	37,5	30
Restbenzin OZ.Mot.Meth.	61,5	61,5	63,5	61,8	69,5	65,3
Schwerbenzin kg	499 / 590	635 / 50	469 / 570	549 / 590	537 / 585	616 / 700
Gew.% Aromaten	40	39	47	43,5	43	32,5
Leichtbenzin kg	348 / 410	212 / 250	355 / 430	383 / 410	382 / 415	264 / 300
AP. °C	+ 41	-	+34,2	+28,3°	+28,5	+ 30
Endpunkt °C	94	~80	118	116	113	111
Gew.% Aromaten	16,5	8	24	24	26,5	22,5
O.Z.Motor-Meth.	73,6	75	74,8	78,0	80,0	80,5
Restbi OZ.Mot.Meth.	75,8		73,6	75	78,5	78
DHD-Abstreifer kg	447 / 528	565 / 668	425 / 515	500 / 537	490 / 543	581 / 658
% Ausbeute	89,5	89	90,4	91	92,8	94,0
Anfallverhältnis DHD-Abstr.:Leichtbi	100 : 78	100 : 38	100 : 83	100 : 76	100 : 76	100 : 45
DHD-Benzin -165° kg	424 / 501	542 / 641	410 / 496	483 / 518	481 / 524	571 / 647
% - 100°	10	10	8,5	7,5	11	15
Gew.% Aromaten	75,5	84,0	81	80	79	71
DHD-Rückstand kg	23 x) / 27	23 x) / 27	15 x) / 19	17 x) / 19	17 x) / 19	10 x) / 11
DHD-Hochleistungsbenzin kg	772 / 911	754 / 891	763 / 927	865 / 928	863 / 939	836 / 947
% -100°	45,5	-	47	43	45	46
Endpunkt °C	165	165	168	168	165	166
Vol.-% Aromaten	45	50	50	50	50	50
Jodzahl	9		9			6
Restbenzin OZ.M.-M.	70,3	~67,6	71,5	73,8	76,0	73,3
Überladung	i.Minim.wie VT 706 b	etwas besser als VT 706b	etwas besser als VT 706b	Wie DHD-Benzin aus Steinkohleverflüssigung		
Mischungsverhältnis DHD-Bi:Leichtbi	100 : 82	100 : 39	100 : 87	100 : 79	100 : 79	100 : 46
kg C_4	94 / 17	105 / 25	82 / 13	49 / 13	76 / 15	63 / 15
% iso im C_4	30 / 33	31 / 33	30 / 33	31 / 33	38 / 33	24 / 33
Hochleistungsbi + Rückst. + C_4	866 / 955	859 / 943	845 / 959	914 / 960	939 / 973	899 / 973

x) In die Aromatisierungsstufe zurückgeführt.

Tabelle 6: Bilanz der Herstellung von DHD-Hochleistungsbenzinen über Vorhydrierung-Benzinierung

Ausgangsmaterial 1000 kg		aus Braunkohle P 1251	P 1251 > 165	aus Steinkohle K 1197 S-Mi+Bi	aus Steinkohle P 1271
Vorhydrierung	Kontakt	5058/7846	5058/7846	5058/7846	5058/7846
	Druck atm	200	200	250	250
Benzin	kg	340	270	340	270
	%-100	35	5	35	5
	Endpunkt °C	175	175	175	175
	Gew.% Aromaten	15	20	20	25
Mittelöl	kg	640	710	640	710
	kg C_4	6	6	6	6
Benzinierung	kg Benzin	575	640	575	640
	kg C_4	45	50	45	50
	% iso im C_4	70	70	70	70
Leichtbenzin	kg	165	165	165	165
	Endpunkt °C	85	85	85	85
	Gew.%-Aromaten	9	6	12	8
	OZ.Mot.Meth.	74	76	75	77
Schwerbenzin	kg	750	745	750	745
DHD-Abstreifer	kg	663	652	668	655
	% Ausbeute	88,5	87,5	89	88
DHD-Benzin -165	kg	643	632	648	635
	Gew.%-Aromaten	67	68,5	66,5	68
DHD-Rückstand	kg	20 x)	20 x)	20 x)	20 x)
	kg C_4	23	24	21	23
	% iso im C_4	33	33	33	33
DHD-Hochleistungsbenzin	kg	808	797	813	800
Mischungsverhältnis	DHD-Leichtbi	100 : 26	100 : 26	100 : 25	100 : 26
	Vol.%-Aromaten	50	50	50	50
	Restbi OZ.Mot.Meth.	69	70	74	74
	kg C_4 / % iso im C_4	74(56)	80(56)	72(57)	79(57)
Hochleistungsbi + Rückst.+		882	877	885	879

x) In die Vorhydrierungsstufe zurückgeführt.

000444

000445

Bag 2075

Item 54.1

Composition of Clay and

MoO_3 Catalyst

Hochdruckversuche
Lu 558

28. August 1941. No/Pf.

2/20-75/854

000446

Prüfung von Dehydrierungskontakten der Zusammensetzung aktive Tonerde + 8% MoO_3 + Zusätze von 1 bis 2% ZnO + MgO.

Zusammenfassung.

In Fortführung von Versuchen in 100 ccm-Öfen wurden in 1 Ltr.-Öfen Dehydrierungskontakte folgender Zusammensetzung geprüft: aktive Tonerde + 8 % MoO_3 mit und ohne Zusätzen von ZnO und MgO [1]. Um die Wirkung der Zusätze genau feststellen zu können, wurde bei allen geprüften Kontakten die gleiche Oppauer Tonerde verwendet. Als Einspritzprodukte wurden neben Vorhydrierungsschwerbenzin aus Leuna 6719/6434-Schwerbenzin aus estnischem Schieferöl und rumänisches Schwerbenzin verwendet. Die Mehrzahl der Versuche wurde bei 25 atm, homogener Temperatur, 0,5 kg/Ltr. x Std. Durchsatz und einem Gas : Öl - Verhältnis von 1,0 cbm/kg in 8 Stunden-Zyklen durchgeführt. Dabei wurden nach mehrfacher Regeneration mit den obigen Einspritzprodukten die folgenden Resultate, berechnet auf ein Anfallprodukt mit 65 bezw. 60 % Aromaten, erhalten.

Kontakt [2]	Ausbeute	Temperatur	%-100° im Anfallprod.	Ausbeute	Temperatur	%-100° im Anfallprod.	Ausbeute	%-100° im Anfallprod.
Ausgangsmat.	5058-Benzin >90° aus Leuna			6719/6434-Benzin >90° a. estn. Schieferöl			Rum. Bi >90°	
% Aromaten im Anfallprodukt	65			65			60	
Kat. 7360 Faß 618-620 i.Betrieb od. Labor hergest.	88,1	ca. 507	21,5	85	(517)	32	81	40
K 8133	88,4	499	22	84(?)	510	30,5	81	—
K 8191	—	—	—	90,5	503	—	84	44,5
K 8211	—	—	—	89	505	16	85	36,5
K 8222	—	—	—	86,5	507	20	80,5	37
K 7360 Ch. 6 [3]	90	494	18,5	89	500	16	—	—

1) Als Formiate aufgetränkt.
2) Über die Kontaktzusammensetzung s. S. 1 oder Anlage 1.
3) Bisher beste von Oppau gelieferte Charge.

192 91

00447

Ein Zusatz von 2 % ZnO zum K 7360 (K 8211) bewirkt mithin eine Verbesserung der Ausbeute bezogen auf gleichen Aromatengehalt und eine Zurückdrängung der Spaltung. Bei einem Zusatz von 2 % MgO (K 8222) ist eine Ausbeutesteigerung nicht oder nur in geringem Maße festzustellen; dagegen ist bei diesem Kontakt die Spaltaktivität ebenso wie beim K 8211 geringer als beim K 7360. Unklar ist die Wirkung von 1 % ZnO + 1 % MgO. Beim K 8191, bei dem diese Zusätze nach der Mo-Tränkung erfolgten, ist die Ausbeute besser als beim K 7360; beim K 8133, bei dem die gleichen Zusätze vor der Mo-Tränkung aufgetränkt werden, ist keine Ausbeutesteigerung vorhanden. Dieser Unterschied ist wahrscheinlich nicht auf die Reihenfolge der Auftränkung der Zusätze, sondern auf eine verschiedene Kontaktpräparierung zurückzuführen.

Wird statt mit homogener Temperatur mit stark abfallend gestaffelter Temperatur im Ofen gefahren (60-70°C Temperaturabfall) so verwischen sich die Kontaktunterschiede völlig. Bezogen auf ein Anfallprodukt mit 60 % bezw. 65 % Aromaten, beträgt die Ausbeute beim Schwerbenzin aus estnischem Schieferöl 82 bezw. 80 %, beim rumänischen Schwerbenzin 79 bezw. 77 %.

000448

Versuchsergebnisse.

I. Zusammensetzung der geprüften Kontakte; Aktivität der Vergleichskontakte.

Eine Reihe von Versuchen in 100 ccm-Öfen hatte ergeben, daß ein Zusatz von 1 bis 2 % ZnO [1] zu einem Dehydrierkontakt der Zusammensetzung aktive Tonerde + 8 % MoO_3 eine Erhöhung der Dehydrieraktivität zur Folge hat, während ein Zusatz von 1 bis 2 % MgO [1] die Spaltung zurückdrängt, ohne die Dehydrieraktivität zu ändern.

Um festzustellen, ob die Anwendung von Zusätzen von ZnO und MgO (allein oder in Kombination miteinander) auch Vorteile hinsichtlich der Aromaten-Ausbeute-Relation bringt, d.h. eine geringere Vergasung bei gleicher Aromatenkonzentration im Abstreifer ergibt, wurde je ein Liter der folgenden Kontakte hergestellt (s.a. Anlage 1) und in 1000 ccm-Öfen mit Gasphase- und Erdölschwerbenzin geprüft:

Tabelle.

Kontakt-nummer	K 7360 Betrieb Faß 618-620	K 7360 Labor	K 8133	K 8191	K 8211	K 8222
Kontaktzusammensetzung	a.Tonerde Oppau + 8% MoO_3	a.Tonerde + 8% MoO_3	a.Tonerde Oppau + 1% MgO + 1% ZnO + 8% MoO_3	a.Tonerde Oppau + 8% MoO_3 + 1% MgO + 1% ZnO	a.Tonerde Oppau + 2% ZnO + 8% MoO_3	a.Tonerde Oppau + 2% MgO + 8% MoO_3

Bei sämtlichen Kontakten wurde die gleiche Oppauer Tonerde gewählt. Die beiden ersten Kontakte der Tabelle dienten als Vergleichskontakte [2]. Zur Feststellung der Aktivität im Vergleich zu anderen Chargen insbesondere zu Ch. 6 (Spitzenkontakt) wurden sie unter den üblichen Dehydrierbedingungen mit 5058-Schwerbenzin Leuna geprüft.

---

1) Als Formiat auf den Kontaktträger aufgetränkt.

2) Der Grund, warum sowohl die Betriebscharge als auch die Laborcharge geprüft wurden, besteht darin, daß die Kontaktherstellung im Betrieb und Labor etwas voneinander abweicht.

000449

Den Kurvenblättern 1a und 2 ist zu entnehmen, daß sie auf gleichen Aromatengehalt im Anfallprodukt bezogen [1] eine um etwa 8 bis 18°C höhere Temperatur benötigen als Ch. 6 und eine um etwa 1,5 bis 3% geringere Ausbeute ergeben als diese. Sie entsprechen in ihrer Aktivität mithin einer mittleren Charge 7360.

Die folgende Tabelle enthält mit Hilfe der Kurven 1a und 2 extrapolierte Werte bezogen auf ein Anfallprodukt mit 65 % Aromaten.

Tabelle.

Ausgangsmaterial: 5058-Benzin >90° aus Leuna			
Kontakt	7360 Betrieb Faß 618-620	7360 Labor	7360 Ch. 6 (zum Vergleich
Schüttgewicht	0,665	0,710	0,820
Temperatur °C	512	502	494
H_2-Druck atm	25	25	25
Durchsatz kg/Ltr.x Std.	0,5	0,5	0,5
Zyklusdauer	8	8	8
Zahl der Regen.	6	9	—
% Ausbeute an C_4-freiem Produkt	88	88,2	90
Anfall			
Spez. Gewicht	0,795	0,794	0,797
Anilinpunkt I	- 3,5 (in Mi.)	- 3,5 in Mi.	- 2,5 (in Mi.)
" II	62	62	63,5
% Aromaten	65	65	65
% - 100	21	22	18,5
% - 150	78	78	78
Ausgangsmaterial			
Spez. Gewicht	0,770		
Anilinpunkt I	43		
% Aromaten	19,5		
Siedebereich % - 150	102 - 174		

1) Dabei ist zu berücksichtigen, daß die jetzige Bestimmung des Aromatengehaltes eines Benzines etwa andere Werte ergibt als die früher übliche. Soweit zum Vergleich frühere Zusammenstellungen herangezogen wurden, wurden die angegebenen Aromatengehalte nach der neuen Bestimmungsmethode umgerechnet.

000450

II. Ergebnisse mit 6719/6434-Schwerbenzin aus estnischem Schieferöl als Ausgangsmaterial [1].

Die gesamten Versuchsergebnisse sind, nach Kontakten geordnet, in den Anlagen 2-7 enthalten. Auf den Kurvenblättern 1b, 3-6 sind in Abhängigkeit vom Aromatengehalt des Anfallproduktes die zugehörige Reaktionstemperatur, die Ausbeute an C_4-freiem Produkt und die Anteile - 100° aufgetragen und mit den entsprechenden Werten verglichen, die mit der besten Oppauer Kontaktcharge (7360 Ch. 6) erhalten wurden [2]. Aus den Anlagen und den Kurvenblättern ergeben sich folgende Resultate:

1) Aromaten - Temperatur - Relation.

Den Anlagen ist zu entnehmen, daß die untersuchten Kontakte u.a. nach nochmaliger Regeneration aktiver werden. Der Übersicht halber sind in Kurvenblatt 1b jeweils nur die besten Werte für jeden Kontakt eingetragen. Man sieht, daß die mit Zusätzen von ZnO und MgO versehenen Kontakte etwas aktiver als die Vergleichskontakte K 7360 Faß 618-620 (Betrieb und Labor) sind. K 8191 und K 8211 sind praktisch ebenso aktiv wie K 7360 Ch. 6. K 8133, der sich vom K 8191 nur dadurch unterscheidet, daß die Tränkung der a.Tonerde mit Mg- und Zn-Formiat vor der Tränkung mit Ammoniummolybdat erfolgte, besitzt eine Aktivität, die zwischen der der Vergleichskontakte und der von K 8191 liegt.

2) Aromaten-Ausbeute-Relation bei homogener Temperatur im Ofen.

Gegenüber den Vergleichskontakten ist eine deutliche Verbesserung der Ausbeute bezogen auf gleichen Aromatengehalt im Anfallprodukt nur bei den Kontakten 8191 und 8211 festzustellen (Kurvenblatt 2 bis 4). Während die Vergleichskontakte eine 2-5 % schlechtere Ausbeute als K 7360 Ch.6 ergeben, werden mit den oben

---

1) Das bei früheren Kontaktversuchen als Einspritzprodukt verwendete Vorhydrierungsbenzin >90° aus Leuna war für diese Versuchsreihe nicht mehr in genügender Menge vorhanden. Außer den Vergleichskontakten wurde lediglich K 8133 mit diesem Einspritzprodukt in einem 8-Stunden-Versuch geprüft. (S. Kurvenblatt 2).

2) S. Fußnote 1) S. 4.

000451

genannten Kontakten die Werte von K 7360 Ch. 6 erreicht.

3) Aromaten-Ausbeute-Relation bei einem Temperaturabfall von 60-70° im Ofen.

Bei dieser starken Temperaturstaffelung verwischen sich die Aktivitätsunterschiede der Kontakte völlig. Von einem etwas günstigeren Werte des K 8211 abgesehen, sind die Ausbeuten durchweg 10 bis 12 % schlechter als bei homogener Temperatur mit K 7360 Ch.6. Dieses schlechte Ausbeuteergebnis ist in erster Linie dadurch bedingt, daß bei der starken Temperaturstaffelung sehr hohe Ofeneintrittstemperaturen angewendet werden müssen, um auf einen bestimmten Aromatengehalt zu kommen.

4) % - 100° in Abhängigkeit vom Aromatengehalt.

Dem Kurvenblatt ist zu entnehmen, daß durch die gewählten Zusätze zum K 7360 das Verhältnis von Spaltaktivität zu Dehydrieraktivität kleiner wird. Besonders ausgeprägt ist dies Verhalten bei den Kontakten 8222 (Zusatz von 2% MgO) und 8211 (Zusatz von 2% ZnO). Bezogen auf 65 % Aromaten im Anfallprodukt erhält man mit den Vergleichskontakten 32 % - 100°, mit K 8222 dagegen nur 20 % und mit K 8211 nur etwa 16%.

5) Jodzahlen.

Die Jodzahlen der Anfallprodukte liegen zwischen 2 und 7. Sie zeigen keine Abhängigkeit vom gewählten Kontakt.

6) Übersicht.

Die folgende Tabelle gibt eine Übersicht über die Werte, die mit den einzelnen Kontakten bei homogener Temperatur (nach mehrmaliger Regeneration) erhalten wurden. Des besseren Vergleiches wegen sind die Versuchsergebnisse mit Hilfe der Kurven 1 bis 6 auf ein Anfallprodukt mit 65 % Aromaten extrapoliert.

000452

Tabelle.

Ausgangsmaterial	6719/6434 Schwerbenzin aus estnischem Schieferöl (P 1317 >90°C)					
Kontakt	7360 Betrieb od. Labor Faß 618-620	8113	8191	8211	8222	Z.Vergl. K 7360 Ch. 6
Schüttgewicht	0,67-0,71	0,72	0,73	0,695	0,705	0,82
Temperatur °C	(517)	510	503	505	507	500
H_2-Druck	25	25	25	25	25	25
Durchsatz kg/Ltr. x Std.	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Zyklusdauer	8	8	8	8	8	8
Zahl der Reg.	—	5	6	8	1	—
% Ausbeute an C_4-freiem Prod.	85	84 ?	90,5	89	86,5	89
Anfallprodukt						
Spez. Gewicht	0,796	0,797	—	0,810	0,808	0,810
Anilinpunkt I	-3 ber.	-2 ber.	-2,5 ber.	-2 ber.	-2 ber.	-3 ber.
" II	62	63,5	62,5	63	63	62
% Aromaten	65	65	65	65	65	65
% - 100	32	30,5	—	16	20	ca.16

Ausgangsmaterial	
Spez. Gewicht	0,788
Anilinpunkt	39,5
% Aromaten	21
Siedebereich	108-211
% - 150	45

000453

III. Ergebnisse mit rumänischem Schwerbenzin als Ausgangsmaterial.

Rumänisches Benzin (P 1472, KW 567-992) wurde in Leichtbenzin bis 90°C und Schwerbenzin >90°C zerlegt und das Schwerbenzin als Ausgangsmaterial für die Prüfung der Kontakte verwendet. Da die Versuche gleichzeitig als Parallelversuche zu den Versuchen im 30 Ltr.-Ofen 601 gedacht waren, wurden in den einzelnen Versuchsperioden jeweils die gleiche Destillationscharge wie im Ofen 601 verwendet. Dies hatte zur Folge, daß die verschiedenen Kontakte jeweils mit etwas verschiedenen Ausgangsprodukten geprüft wurden, wie folgende Tabelle zeigt:

Tabelle.

Partie P 1472 >90°	1a		1b		2	
Destillations-datum	24.4.41		24.4.41		14.5.41	
vom gesamten P 1472						
Gew.% Leichtbenzin	23,7		17,3		16,5	
" " Schwerbenzin	76,3		82,7		83,7	
Eigenschaften des	Leicht-benzins	Schwer-benzin	Leicht-benzin	Schwer-benzin	Leicht-benzin	Schwer-benzin
Spez. Gewicht	0,692	0,758	0,675	0,752	0,670	0,751
Anilinpunkt	48,5	45,6	50	46,5	54 (?)	44,5
Siedebeginn	35	110	35	103	35	92
% - 70°	ca.40	—	63,5	—	ca.73,5	—
% - 80°	94,5	—	94,5	—	88	—
% - 90°	—	—	—	—	—	—
% -100°	—	—	—	—	—	2
% -120°	—	31,5	—	49,8	—	54,5
% -150°	—	88	—	90,0	—	89,0
% -160°	—	95	—	94	—	94
Endpunkt	ca.85/97	173/98,4	ca.85/96	175/98	ca.85	172/98
% Aromaten		17,5		16		16,5
Schwerbenzin als Einspritzprodukt für Kontakt	—	7360 Betrieb	—	7360 Labor 8191	—	8133/ 8211 8222

000454

Zum genaueren Vergleich wurden die in den Anlagen enthaltenen Versuchsergebnisse auf die gleiche Charge des Ausgangsmaterials (Partie 2) umgerechnet. Dabei wurde angenommen, daß das Leichtbenzin in der gleichen Weise wie das Schwerbenzin an der Gasbildung teilnimmt, jedoch nicht merklich dehydriert wird (vgl. Anlage 8).

In den Kurvenblättern 7 bis 9 sind in Abhängigkeit vom Aromatengehalt des Anfallproduktes die Ausbeuten an C_4-freiem Produkt und die Anteile - 100° aufgetragen. Mit Hilfe dieser Kurven erhält man für die geprüften Kontakte bei homogener Temperatur folgende Werte für ein Anfallprodukt mit 60 % Aromaten:

Tabelle.

Ausgangsmaterial	Rumänisches Schwerbenzin P 1472 >90° Partie 2 vom 24.5.41						
Kontakt	K 7360	Labor[1]	8133	8191	8211	8222	
H_2-Druck	25	10	25	25	25	25	10
Durchsatz kg/Ltr. x Std.	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Zyklusdauer	8	8	8	8	8	8	8
% Ausbeute an C_4-freiem Prod.	81	83	(81)	84	85	ca.81	ca.85
Anfallprodukt % Aromaten	65	65	65	65	65	65	65
% - 100°	40	34	—	44,5	36,5	37	26,5
Ausgangsmaterial Spez. Gewicht	0,751						
Anilinpunkt	44,5						
% Aromaten	16,5						
% - 150	89						

1) Von K 7360 Betrieb liegt nur ein Wert bei 20 atm vor.

Trotzdem die in der Tabelle angegebenen Ausbeuten infolge der Kleinheit des vorliegenden Versuchsmaterials z.T. recht unsicher sind, kann man doch sagen, daß die Kontakte 8191 und 8211 in Übereinstimmung mit dem unter II gesagten eine etwas bessere Ausbeute ergeben als die Vergleichskontakte. Der unter II festgestellte Unterschied der Spaltaktivität der Kontakte 8211 und 8222 im Vergleich zu K 736 ist bei dem rumänischen Schwerbenzin als Ausgangsmaterial zwar auch vorhanden; jedoch ist er hier viel geringer.

Zu erwähnen wäre noch, daß bei dem rumänischen Schwerbenzin al Ausgangsmaterial die Ausbeuten druckabhängig sind. Sowohl beim K 7360 als auch beim K 8221 ist die Ausbeute bei 25 atm geringer al bei 10 atm.

Geht man von der homogenen zu einer um 60-70°C abfallend gestaffelten Temperatur über, so verwischen sich die Kontaktunterschiede wieder völlig. Bezogen auf ein Anfallprodukt mit 60 % Aromaten erzielt man eine Ausbeute von 78 bis 71 %.

Gemeinsam mit

Dr. Donath
" Reitz
" Fürst

gez. Nonnenmacher

Anlage 1.

Zusammensetzung und Herstellung der verwendeten Kontakte
(Als Basis für sämtliche Kontakte wurde die gleiche aktive Tonerde Oppau verwendet)

Kontaktnummer	K 7360 Faß 618-620	K 7360 Labor	K 8133	K 8191	K 8211	K 8222
Kontakt-Zusammensetzung	aktive Tonerde Oppau + 8 % MoO_3	aktive Tonerde Oppau + 8 % MoO_3	aktive Tonerde Oppau + 1% MgO + 1% ZnO + 8% MoO_3	aktive Tonerde Oppau + 8% MoO_3 + 1% MgO + 1 % ZnO	aktive Tonerde Oppau + 2% ZnO + 8% MoO_3	aktive Tonerde Oppau + 2% MgO + 8% MoO_3
Kontakt-Herstellung	a. Tonerde getränkt mit ammoniakalischer $(NH_4)_2MoO_4$-Lösung 8 Stunden bei 110° getrocknet, dann über Nacht auf 500°C erhitzt Tränkung und Erhitzung im Betrieb	a. Tonerde getränkt mit ammoniakalischer $(NH_4)_2MoO_4$-Lösung 8 Stunden bei 110° getrocknet, dann über Nacht auf 500°C erhitzt Tränkung und Erhitzung im Labor	a. Tonerde getränkt mit verdünnter neutraler Mg-Formiat-Lösung, 3 Std. auf 300°C erhitzt; dann getränkt mit ammoniakal. $(NH_4)_2MoO_4$-Lösung bei 110° getrocknet; über Nacht auf 500° erhitzt	a. Tonerde getränkt mit ammoniakal. $(NH_4)_2MoO_4$-Lösung, 4 Std. bei 110°C getrocknet; dann getränkt mit verd. neutral. Mg-Formiat- u. Zn-Formiatlösung, 8 Std. bei 110° getrocknet; über Nacht auf 500°C erhitzt	a. Tonerde getränkt mit verd. neutr. Zn-Formiatlösung, 3 Std. auf 300°C erhitzt; dann getränkt mit ammoniakal. $(NH_4)_2MoO_4$-Lösung, 8 Std. bei 110°C getrocknet; über Nacht auf 500° erhitzt	a. Tonerde getränkt mit verd. neutral. Mg-Formiatlösung, 3 Std. auf 300°C erhitzt, dann getränkt mit ammoniakal. $(NH_4)_2MoO_4$-Lösung 8 Std. bei 110°C getrocknet; über Nacht auf 500°C erhitzt.

000456

303 II Kontakt 7360 Betrieb Faß 618-620. Anlage 2.

Ofen 303 II	P 1424 >90° v.20.12.40	25.4. 10-17h	26.4. 9-16h	27.4. 15-22h	29.4. 12-19h	30.4. 11-19h	2.5. 12-19h	P 1317 >90° v.20.2.40	28.4. b	3.5. 12-19h	4.5. 11-18h	P 1472 >90° (v.29.4.41	5.5. 13-20h	6.5. 12-20h
Druck atm		25	25	25	25	25	25		25	25	25	Partie 1a	20	20
Temperatur °C		508	506	504	510	492	508		505	506	552/520		508	548/520
Durchsatz kg/Ltr. x Std.		0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5		0,5	0,5	500/485 0,5		0,5	500/485 0,5
Gas : Öl Ltr./kg x Std.		1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0		1,0	1,0	1,0		1,0	1,0
Zyklusdauer		8	8	8	8	8	8		8	8	8		8	8
Zahl der Regener.		0	1	2 1)	4	5	6		3	7	8		9	10
Ausbeute														
% C_4-freies Prod.		86,9	90,1	92,1	86,8	92,8	89,8		92,9	91	83,1		85,5	80,1
Gas C_1-C_4		12,9	9,8	7,8	13,1	7,0	10,0		7,0	8,6	16,3		14,4	19,6
Koks		0,2	0,1	0,1	0,1	0,2	(0,2)		0,1	(0,4)	(0,6)		0,1	0,3
% Gesamtanfall/ Einspr.		93	94	88	84	90	80		92	91	91		91	92
Produkteigenschaften														
Spez. Gewicht	0,768	0,800	0,792	0,785		0,786	0,796	0,781	0,793	0,792	0,794	0,758	0,787	0,785
Anilinpunkt I	42,5	-1,8 ber.	+ 2,0	5,0		5,2	-0,5 ber.	40,5	9	5	-3,5	45,6	-3	-1,5
" II	--	60,8	60,8	59		60,5	62	58,5	61,5	62	61,5	60,2	66	64,5
Siedebeginn °C	99	55	49	59		68	56	97	57	52	38	110	53	39
% - 70°	--	2,5	5	1,5		--	1,0	--	--	2	2,5	8	--	4,5
% - 100°	--	20,5	23	18,0		15	19,5	1,5	20	22,5	30,5	--	19,5	23
% - 120°	33,5	45,5	49	49,0		45	44,5	12	42	42	47,5	31,5	46,0	48,5
% - 150°	79,0	80,5	82	80,5		79	78,5	52	66,5	66	70,0	88	86,0	87,0
% - 180°	--	95,0	96,5	95,5		94,0	93,0	80,5	84,5	83	84,5	--	--	93
Endpunkt	172/98	194/98	191/98	194/95		199/98	197/97	210/98,5	226/27,5	233/96,5	227/95,5	173/98,4	183/96	187/95,5
Anilinpunkt - 150		-0,6	5	13		12	--	--	22,5	--	10,5	--	1,5	--
> 150		-31,5 ber.	-31 ber.	-20 ber.		-19,5 ber.	--	--	-16,5 ber.	--	-31,5 ber.	--	-36,5 ber.	--
% Aromaten		63,5	59	53		54	62,5		51,7	54,5	60	17,5	62	64,5
Jodzahl aus Bromz.				3,1		2,8	2,6		4,0	4,0	1,7	1,35	34	1,3

1) Vor dem Versuch wurden 2 Stunden lang 250 g H_2O/Std. unter den Versuchsbedingungen über den Kontakt gefahren.

303 II Kontakt 7360 Labor. Anlage 3.

Ofen 303 II	P 1317	8.5.	9.5.	10.5.	P 1471	11.5.	P 1472	12.5.	13.5.	14.5.	15.5.	16.5.	P 1424	17.5.
Datum	>90° 20.2.40	11-18h	11-18h	16-23h	v.5.3.41	13-20h	>90° Partie 1b	14-21h	13-20h	12-19h	12-19h	12-19h	>90 v.20.12. 40	14-21h
Druck atm		25	25	25		25		25	25	10	10	10		25
Temperatur ° C		509	510	552/524 504/484		510		510	552/520 500/485	548/520 500/485	510	492		510
Durchsatz kg/Ltr. x Std.		0,5	0,5	0,5		0,5		0,5	0,5	0,5	0,5	0,5		0,5
Zyklusdauer		8	8	8		8		8	8	8	8	8		8
Zahl der Regen.		0	1	2		3		4	5	6	7	8		9
Ausbeute														
% C_4-freies Prod.		87,9	86,2	80,3		84,0		81,4	77,8	78,9	81,9	86,3		86,1
Gas C_1 - C_4		11,5	13,4	18,8		15,0		18,2	21,6	20,4	17,1	13,2		12,9
Koks		0,6	0,4	0,9		1,0		0,4	0,6	0,7	1,0	(0,5)		1,0
% Gesamtanfall/ Einspritzung		97	89 !	95		93		93	91	95	88	93		93
Produkteigenschaften														
Spez. Gewicht	0,781	0,794	0,795	0,796	0,752	0,777	0,752	0,771	0,776	0,790	0,787	0,780	0,768	0,796
Anilinpunkt I	40,5	- 2	- 3	-1,5 ber.	52,0	-10	46,5	4,5	-3,5	1,0 ber.	-1,0 ber.	6,8	42,5	-8,0 ber.
" II	58,5	62,5	62	61,5	56,0	63,0	60,0	64,0	63,0	61,0	61,5	61,7	--	62,0
Siedebeginn °C	97	37	31	35	101	35	103	33	35	45	44	75	99	43
% - 70°	--	6	7,5	9,0	--	8,0	--	11,5	15,5	5,5	6,0	5,0	--	5,0
% - 100°	1,5	26,5	29,5	30,5	--	27,5	--	36,5	40,0	30,0	32,0	30,5	--	25,5
% - 120°	12	45,0	47,0	48,0	59	54,0	49,8	63,0	63,0	59,0	61,0	61,5	33,5	50,0
% - 150°	52	69,0	69,0	71,5	93	90,0	90,0	91,0	91,0	86,0	88,0	85,0	79	81,5
% - 180°	80,5	83,5	87,0	86,5	--	--	--	--	--	94,5	--	--	--	94,5
Endpunkt	210/98,5	233/92,5	235/94,5	236/96	175/97	180/97	175/98	180/97,5	184/97,5	201/97	185/97	189/97,5	172/98	205/97
Anilinpunkt -150°	--	--	13,7	4,5		0,5		5,5	-4,0	-3,0	-3,0	11,6		-3,0
>150	--	--	-32,5 ber.	-39,0 ber.		-45		-38,0 ber.	-43,0 ber.	-39,0 ber.	-40,0 ber.	-27 ber.		-46,0 ber.
% Aromaten		60	60,5	63		60		57	-61,5	61,5	63	53		69
Jodzahl aus Bromzahl		--	2,3	1,2		--		3,55	3,15	3,5	4,8	5,8		2,8

Anlage 4

308 I Kontakt 8133

Ofen 308 I											
Datum	P 1317 >90° v.20.2.40	15.5. 12-18h	16.5. 13-20h	17.5. 12-19h	20.5. 14-21h	P 1472 >80° Partie 2	18.5. 13-20h	19.5. 12-19h	P 1424 >90° v.20.2. 40	21.5. 13-20h
Druck atm										
Temperatur °C		25	25	25	25		25	25		25
Durchsatz kg/Ltr. x Std.		508	509	552/520	508		509	552/518		510
Gas : Öl Ltr./kg x Std.				500/484				500/484		
Zyklusdauer		0,5	0,5	0,5	0,5		0,5	0,5		0,5
Zahl der Regenerationen		1,0	1,0	1,0	1,0		1,0	1,0		1,0
		8	8	8	8		8	8		8
		0	1	2	5		3	4		6
Ausbeute:										
% C_4-freies Produkt		90,4	87,9	81,9	84,5		85	—		85,7
Gas $C_1 - C_4$		9,1	11,5	17,5	14,9		14,5	—		13,9
Koks		(0,5)	(0,6)	(0,6)	(0,6)		0,5	—		0,4
% Gesamtanfall/Einspritzung		100	100	100	89		100	—		91
Produkteigenschaften										
Spez. Gewicht/20°	0,781	0,804	0,800	0,802	0,797	0,751	0,770	0,770	0,768	0,804
Anilinpunkt I	40,5	5,5	- 2	- 1	- 5	44,5	12	4,5	42,5	-8 ber.
" II	58,5	62	63	62	63,5	58,5	62,5	62,5	—	63,5
Siedebeginn °C	97	48	50	44	49	92	40	45	99	41
% - 70°	—	3	3	5	5,0	—	9,5	6,0	—	5,5
% - 100°	1,5	18,5	22,5	26	28,5	2	40,0	37	—	24
% - 120°	12	38,0	40,5	45,5	47,0	54,5	69,0	66	33,5	50,5
% - 150°	52	62,0	64,0	66	70,5	89,0	92	91	79	83,5
% - 180°	80,5	80,0	84,0	84,5	85,5	--	97	--	—	95,5
Endpunkt	210/98,5	268/98	235/97	231/ 97,5	235/98	172/98	191/98	195/ 97,5	172/98	198/ 98,5
Anilinpunkt - 150°	—	20,5	12,5	13	12		12	8		-3ber.
> 150	—	-16ber.	-28ber.	-24 ber.	-36 ber.		-34 ber.	-30,7 ber.		-44 ber.
% Aromaten	—	55	60	57,5	63	16,5	50	56		69,5
Jodzahl aus Bromzahl	—	45	3,5	2,6	4,8		4,5	2,6		(2132)

000459

308 II Kontakt 8191. Anlage 5

Ofen 308 II Datum	P 1317 >90° v.20.2. 40	11.5. 12-19h	12.5. 12-19h	13.5. 12-19h	16.5. 12-19h	17.5. 15-22h	P 1472 >90 Partie 1b	14.5. 12-19h	15.5. 12-19h
Druck atm		25	25	25	25	25		25	25
Temperatur °C		510	510	552/523 500/484	508	510		541/513 500/480	510
Durchsatz kg/Ltr. x Std.		0,5	0,5	0,5	0,5	0,5		0,5	0,5
Gas : Öl Ltr./kg x Std.		1,0	1,0	1,0	1,0	1,0		1,0	1,0
Zyklusdauer		8	8	8	8	8		8	8
Zahl der Regenrationen		0,	1	2	5	6		3	4
Ausbeute									
% C_4-freies Produkt		91,4	92,0	80,1	87,8	88,2		83,2	87,3
Gas $C_1 - C_4$		8,1	8,5	19,1	11,6	11,0		16,2	12,0
Koks		0,5	0,5	(0,8)	(0,5)	(0,8)		0,6	0,7
% Gesamtanfall/ Einspritz.		92	87	92	91	90		87	90
Produkteigenschaften									
Spez. Gewicht	0,781	0,799	0,799	C,796	0,792	0,798	0,752	0,770	0,771
Anilinpunkt I	40,5	0,5	0	- 3	1	- 8	46,5	10,5	10
" II	58,5	62,5	63,5	60,5	62	ber.	60,0	62,5	64
Siedebeginn °C	97	53	63	42	46	63	103	42	41
% - 70°	—	2,5	1,5	8	5,5	42	—	6,5	5
% - 100°	1,5	23,5	23	30	28	3,5	—	38	37,5
% - 120°	12	44,0	42	45	47	24	49,8	65	66,5
% - 150°	52	69,0	66,5	73	70	49,5	90,0	89	92,5
% - 180°	80,5	86,5	84	87	87	81,5	—	—	—
Endpunkt	210/98,5	228/97,5	231/97	234/97,5	228/97,5	200/97	175/98	181/97	174/98
Anilinpunkt - 150°		16	17	11,5	15,5	-2 ber.		13,5	11,5
+ 150°		-26,5	-30	- 33	- 32	- 43		- 31	- 30
% Aromaten	21	ber.	ber.	ber.	ber.	ber.		ber.	ber.
Jodzahl aus Bromzahl		58	59,5	60	57,5	70		52	52,5
		5,2	4,2	(2021) 2,45		2,6		2,0	2,2

000460

308 II Kontakt 8211.

Anlage 6.

000461

Ofen 308 II	P 1317	20.5.	22.5.	23.5.	29.5.	P 1472	24.5.	25.5.	26.5.	27.5.	28.5.
Datum	>90° v.20.2.40	13-20h	5-12h	11-18h	13-20h	>90° Partie II	13-20h	10-17h	15-22h	13-20h	12-19h
Druck atm		25	25	25	25		25	25	10	10	10
Temperatur °C		510	510	552/520	510		549/520	510	508	549/520	493
Durchsatz-kg/Ltr.xStd.		0,5	0,5	500/484 0,5	0,5		500/484 0,5	0,5	0,5	500/484 0,5	0,5
Gas : Öl Ltr./kg x Std.		1,0	1,0	1,0	1,0		1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Zyklusdauer		8	8	8	8		8	8	8	8	8
Zahl der Regenerationen		0	1	2	8		3	4	5	6	7
Ausbeute											
% C_4-freies Produkt		89,2	87,4	84,0	87,5		79,9	85,8	--	--	--
Gas C_1 - C_4		10,5	12,0	15,2	11,9		19,6	13,7	--	--	--
Koks		0,3	(0,6)	(0,8)	0,6		0,5	(0,5)	--	--	--
% Gesamtanfall / Einspr.		86	85	87	86		86	86	--	--	--
Produkteigenschaften											
Spez. Gewicht	0,781	0,794	0,814	0,827	0,812	0,751	0.770	0,774	0,794	0,786	0,786
Anilinpunkt I	40,5	-1	4	6,5	- 4	44,5	5,5	3,5	- 4	- 1	3,8
" II	58,5	63	64	62	64,5	58,5	63,5	64	62,5	61	62
Siedebeginn °C	97	47	50	36	50	42	38	44	53	50	56
% - 70°	--	2	3	2	2,5	--	8,5	7	2,5	4	2,5
% - 100°	1,5	23,8	16,5	14	16,5	2	35,5	34,2	18	21	20
% - 120°	12	45	34,5	32	35	54,5	62,5	63,5	50	54	53
% - 150°	52	69	63,5	60	63,5	89,0	88	90	85	87,5	87
% - 180°	80,5	86	83,5	78,5	83	--	--	--	96	97	97
Endpunkt	210/98,5	240/98	245/97,5	240/95	235/97,5	172/98	180/95,5	197/97,5	191/98,5	212/98	208/98
Anilinpunkt - 150°	--	15,5	5,6	1,0	4,3		5,8	6	2	4,5	7,2
" > 150°	--	-30,5 ber.	-30 ber.	- 32,5 ber.	- 35 ber.		- 36 ber.	- 39 ber.	- 33 ber.	-29,8 ber.	- 27 ber.
% Aromaten		60	67,5	67,5	68	16,5	55,5	57,5	66	58	56
Jodzahl aus Bromzahl		2,6	5,7	2,6	(2223) 7,1			6,4	7,4	4,45	8,45

308 I Kontakt 8222. Anlage 7.

Ofen 308 I Datum	P 1317 > 90° v.20.2.40	25.5. 9-16h	26.5. 13-20h	27.5. 11-19h	P 1472 > 90° Partie II	29.5. 13-20h	30.5. 12-19h	31.5. 13-21h
Druck atm		25	25	25	20°/0,754	25	25	10
Temperatur °C		509	512	541/520		550/519	512	510
Durchsatz kg/Ltr x Std.				498/482		500/485		
Gas : Öl Ltr./kg x Std.		0,5	0,5	0,5		0,5	0,5	0,5
Zyklusdauer		1,0	1,0	1,0		1,0	1,0	1,0
Zahl der Regenerationen		8	8	8		8	8	8
—8		0	1	2		3	4	5
Ausbeute								
% C_4-freies Produkt		88,8	85,3	76,8		—	82,5	84,2
Gas C_1 - C_4		10,9	14,4	22,6		—	16,8	14,8
Koks		0,3	0,3	(0,6)		—	0,7	(1,0)
% Gesamtanfall / Einspr.		93	99	98		—	94	87
Produkteigenschaften								
Spez. Gewicht	0,781	0,808	0,810	0,809	0,751	0,772	0,772	0,792
Anilinpunkt I	40,5	-6,0	-6,0	-6,0	44,5	4,7	6,5	- 5,0
" II			ber.					
Siedebeginn °C	58,5	63,5	63,2	61,0	58,5	63	63,5	63,8
% - 70°	97	49	36	39	92	43	42	51
% - 100°	—	2	8	7	—	8,5	7	2,5
% - 120°	1,5	15	21	21	2	35,5	32,5	21,5
% - 150°	12	33,5	40,5	39	54,5	65	61,5	53
% - 180°	52	63,5	69	67	89	90	90	85,5
Endpunkt	80,5	82,5	88,5	85	—	96,5	—	96
Anilinpunkt - 150°	210/91,5	240/97,5	200/97,8	244/97,5	172/98	180/96,5	182/88,5	190/97,5
" >150		—	4	4,5		5,4	8,0	- 0,2
% Aromaten		—	-32 ber.	-33 ber.		-34,5 ber.	-31,0 ber.	-36 ber.
Jodzahl aus Bromzahl		63	68	62	16,5	56	55	63
		(2155)	(2175)	(2176)		(2224)	(2232)	(2258)
		4,3	6,4	6,35		8,85	3,8	16,5

0004

Anlage 8.

Umrechnung der mit P 1472 - Schwerbenzin, Partie 1a, 1b, 2 erhaltenen Versuchsergebnisse auf das gleiche Ausgangsprodukt (P 1472 - Schwerbenzin, Partie 2) 1)

Schwerbenzin Partie 2 = 91,2 % Schwerbenzin Partie 1a + 8,8 % Leichtbenzin (mit 9% Aromaten)
= 98,8 % Schwerbenzin Partie 1b + 1,2 % Leichtbenzin (" " ")
Schwerbenzin Partie 1b = 92,2 % Schwerbenzin Partie 1a + 7,8 % Leichtbenzin (" " "),

Ausgangsmaterial	P 1472 Schwerbenzin Partie 2 Spez. Gew. 0,751 A.P.I/II 44,5/58,5 Siedebeginn 92°C Endpunkt 172°C													
Kontakt	7360 FaS 618-620		7360 Labor					8191		8133	8211		8222	
Ofen	303 II		303 II	303 II	303 II	303 II	303 II	308 II		308 I	308 II		308 I	
Datum	5.5.	6.5.	12.5.	13.5.	14.5.	15.5.	16.5.	15.5.	14.5.	18.5.	25.5.	24.5.	29.5.	30.5.
Druck	20	20	25	25	10	10	10	25	25	25	25	25	25	10
Temperatur	508	548→485	510	552→485	548→485	510	492	510	541→480	509	510	549→484	512	510
Zahl der Regenerationen	9	10	4	5	6	7	8	4	3	3	4	3	4	5
% Ausbeute an C_4-freiem Produkt	85,5	80,1	81,4	77,8	78,9	81,9	86,3	87,3	83,2	85	85,8	79,9	82,5	84,2
Anfall:														
Spez. Gewicht/20°	0,776	0,775	0,770	0,775	0,789	0,786	0,779	0,770	0,769	0,770	0,774	0,770	0,772	0,792
% - 100°	(27)	(30)	37,3	40,8	30,9	32,8	31,3	38,3	38,8	40,0	34,2	35,5	32,5	21,5
% Aromaten	57,6	59,5	56,5	60,9	60,9	62,5	52,5	52,0	51,0	50,0	57,5	55,5	55	63
Jodzahl (aus Bromz.)	ca.31	ca.1,2	3,5	3,1	3,5	4,8	5,8	2,2	2,0	4,5	6,4	—	—	—

1) Dabei wurde angenommen, daß sich das Leichtbenzin hinsichtlich Gasbildung wie das Schwerbenzin verhält, jedoch keine Aromatenneubildung stattfindet.

000463

Hochdruckversuche
Lu 558

28. August 1941 Pf.

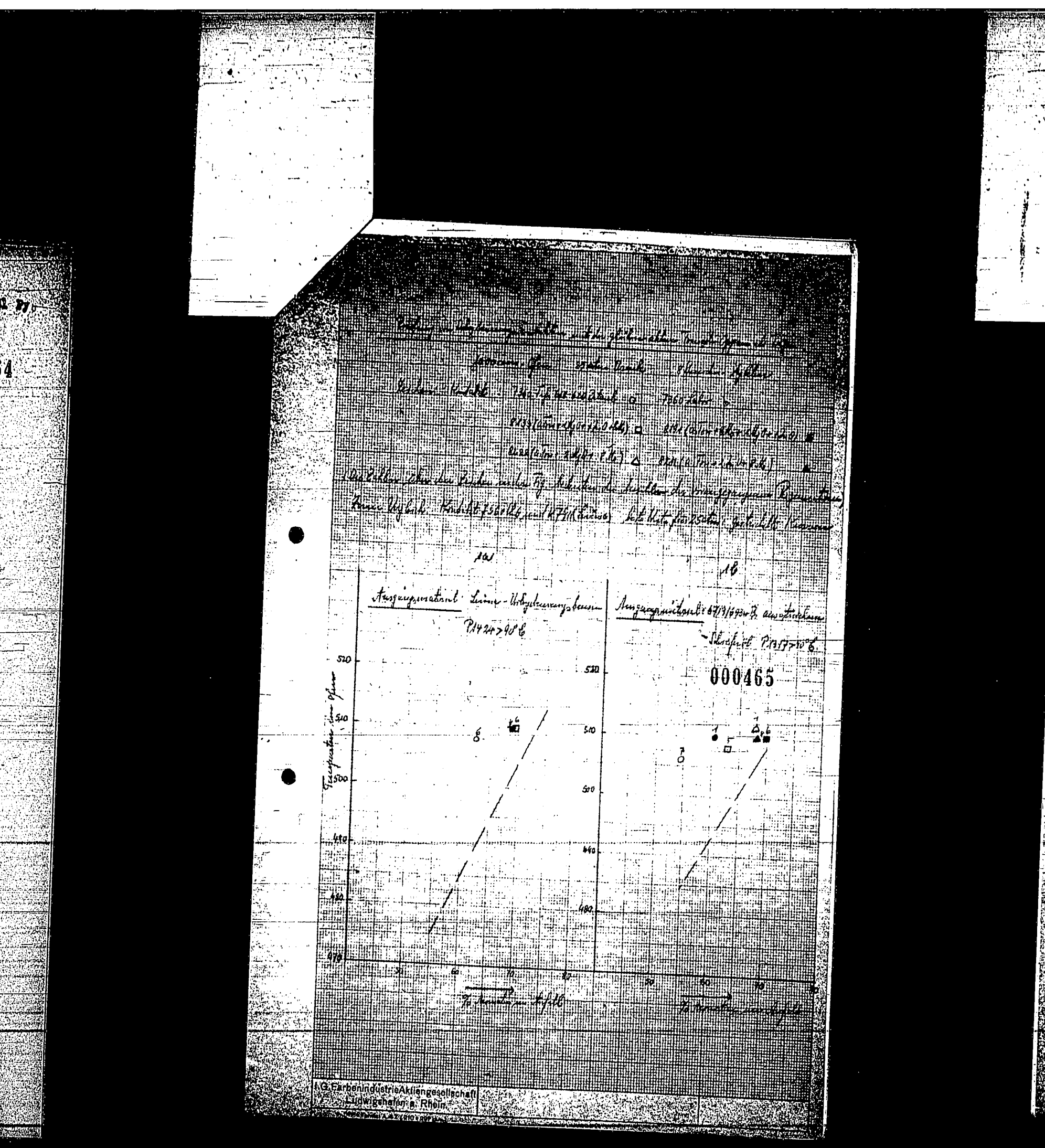
000464

Diese Kurven gehören zum Bericht von
Dr. Mannenmacher vom 28. August 1941, Nr. 19 209 1

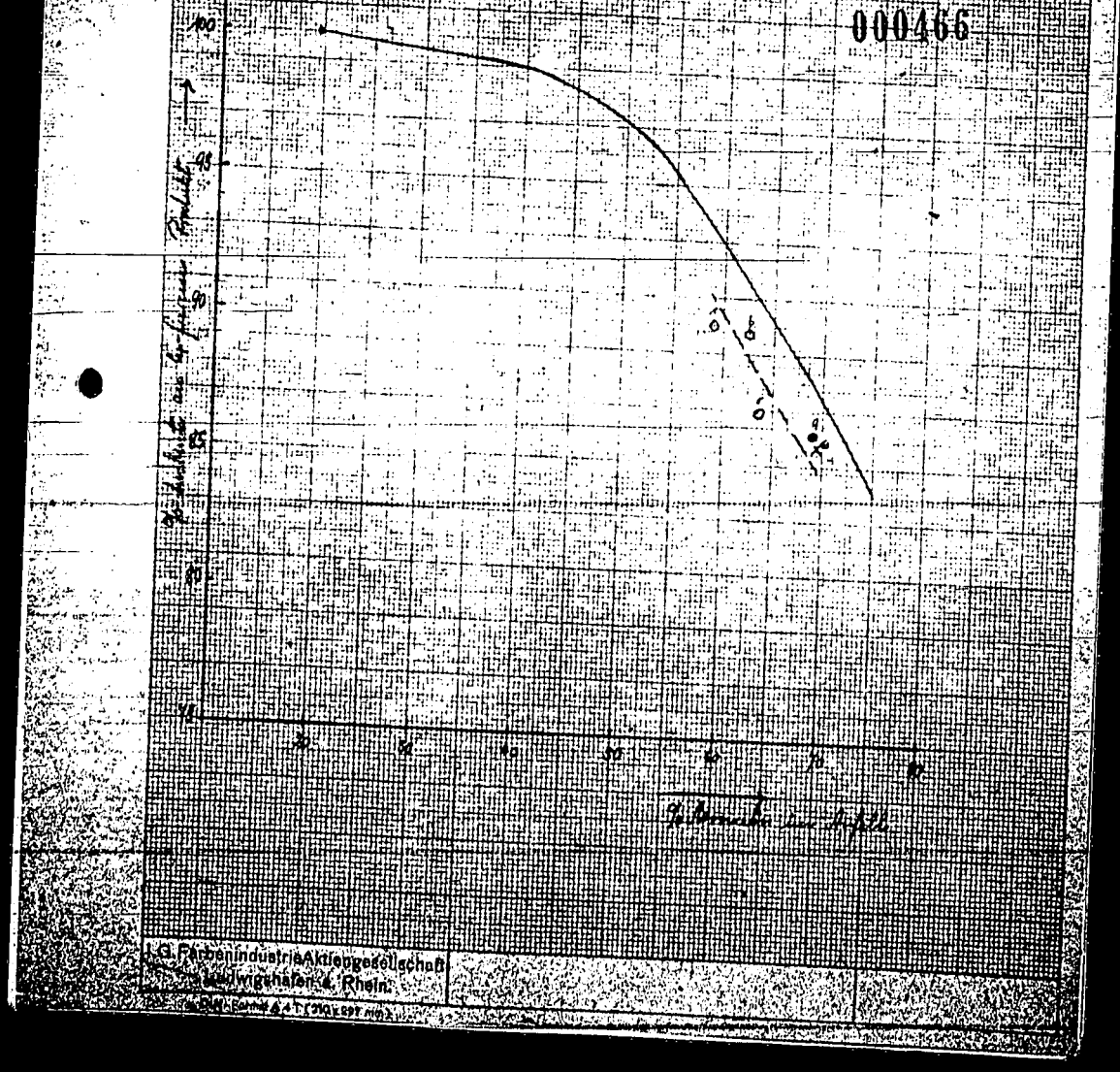
Prüfung von DHD-Katalysatoren der Zusammensetzung
aktive Tonerde + 8 % MoO_3 + ZnO + MgO.

VORZIMMER DR. PIER

19209


Temperatur im Ofen
520
500
480
460
440
420
50
60
70
80
90
100
000465
G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein

000466



I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein

000467

100

95

90

75

50

25

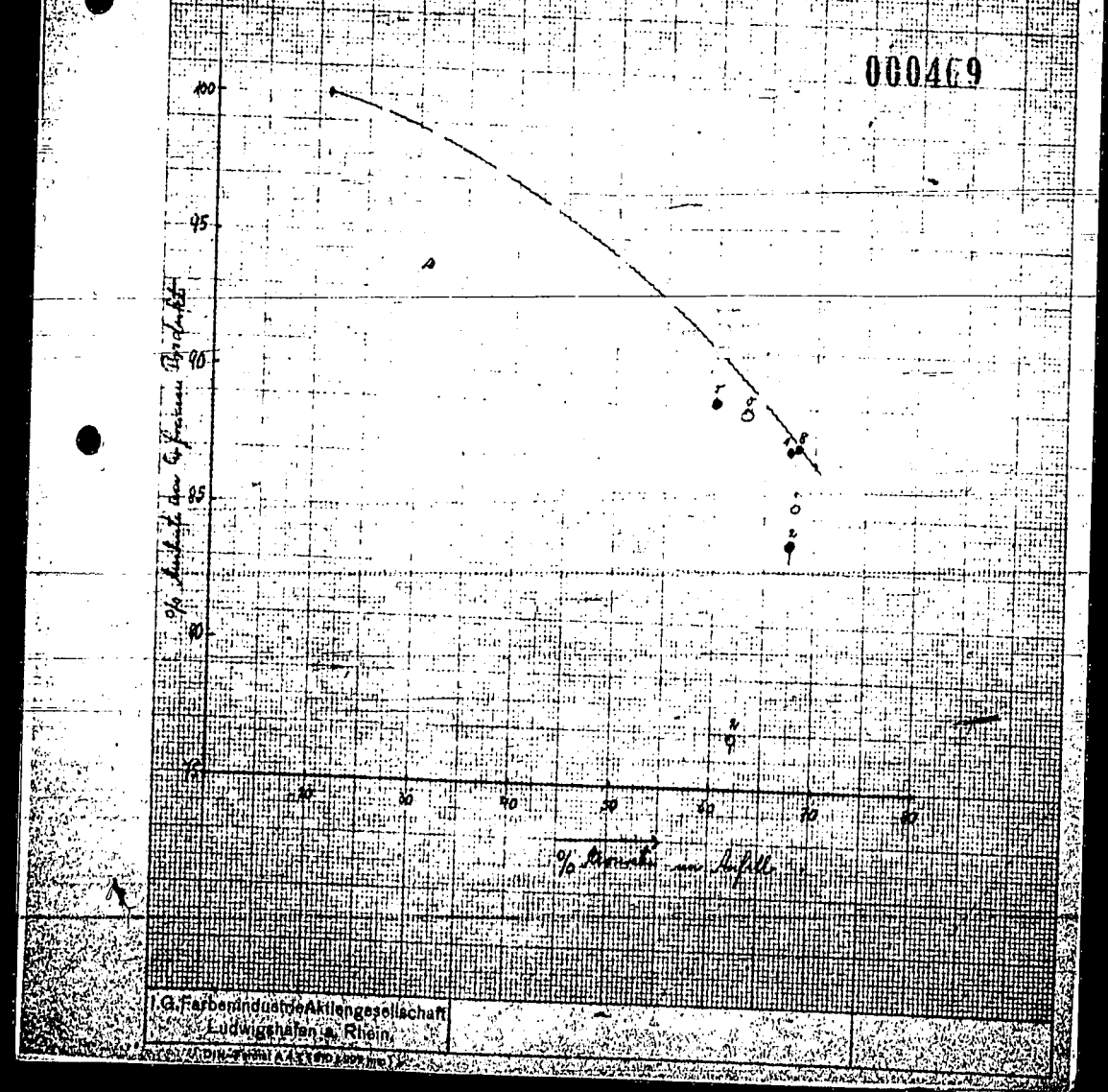
10

5

0

000468

000469



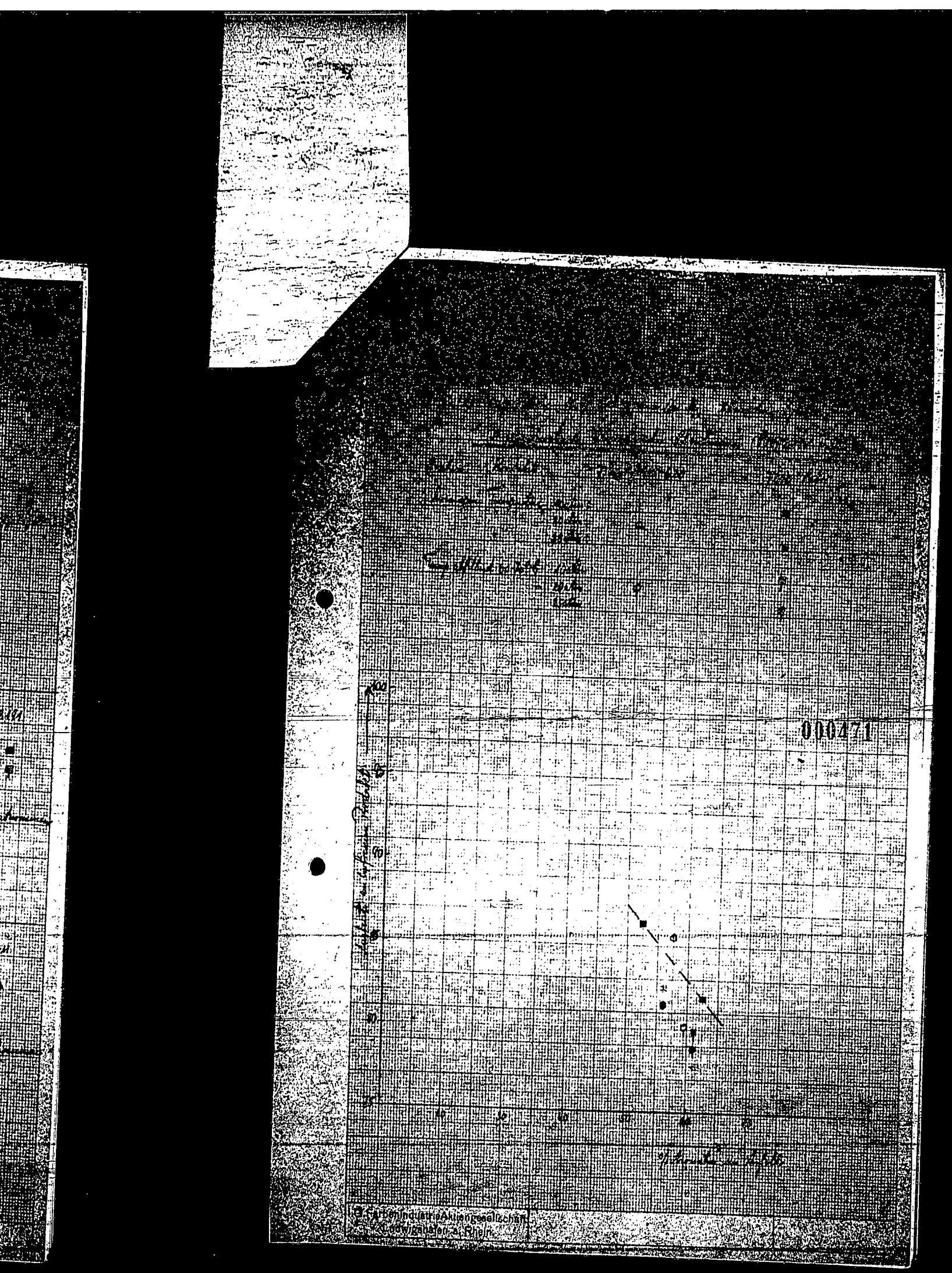
I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein

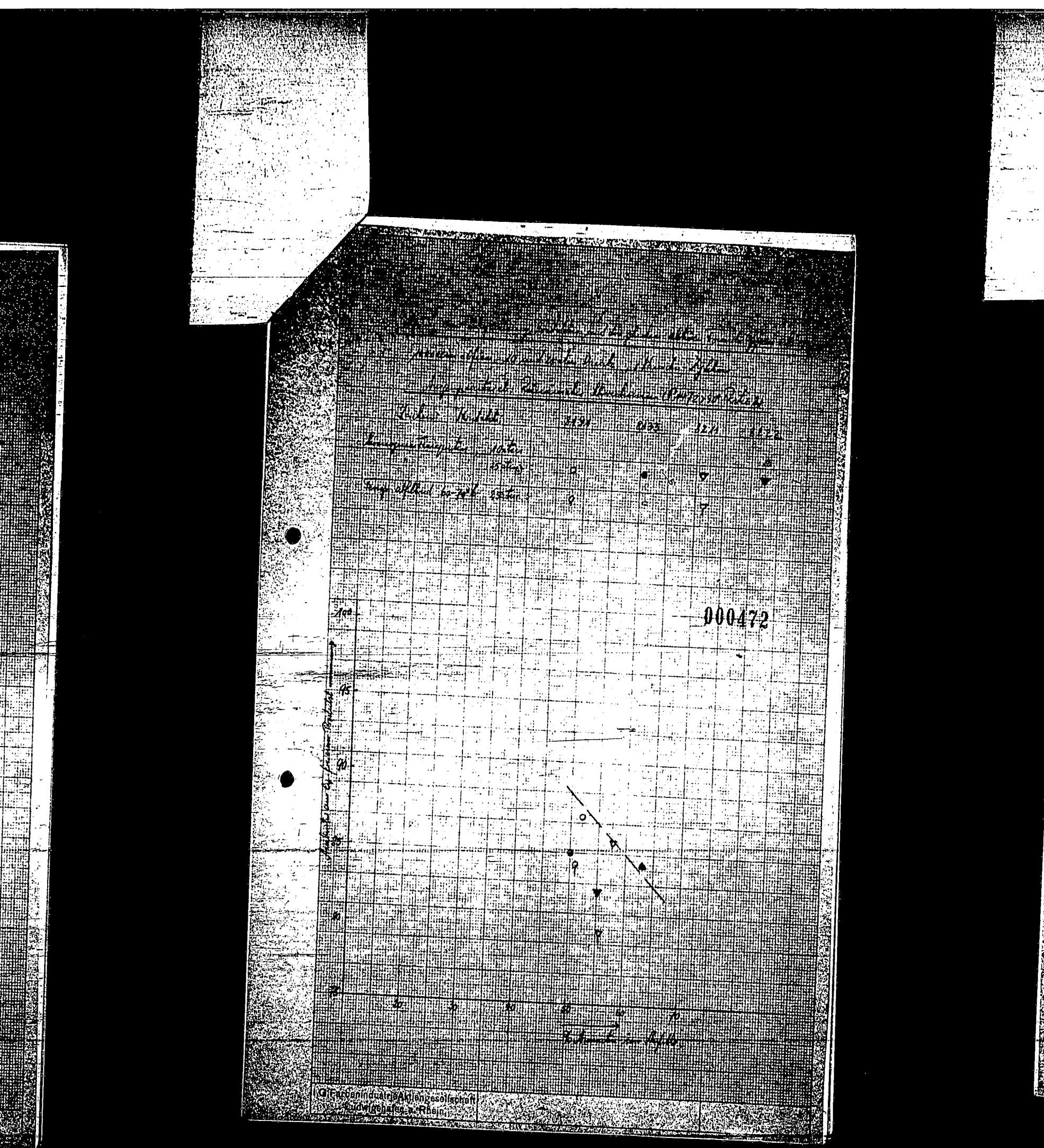
000470

Fig 2.

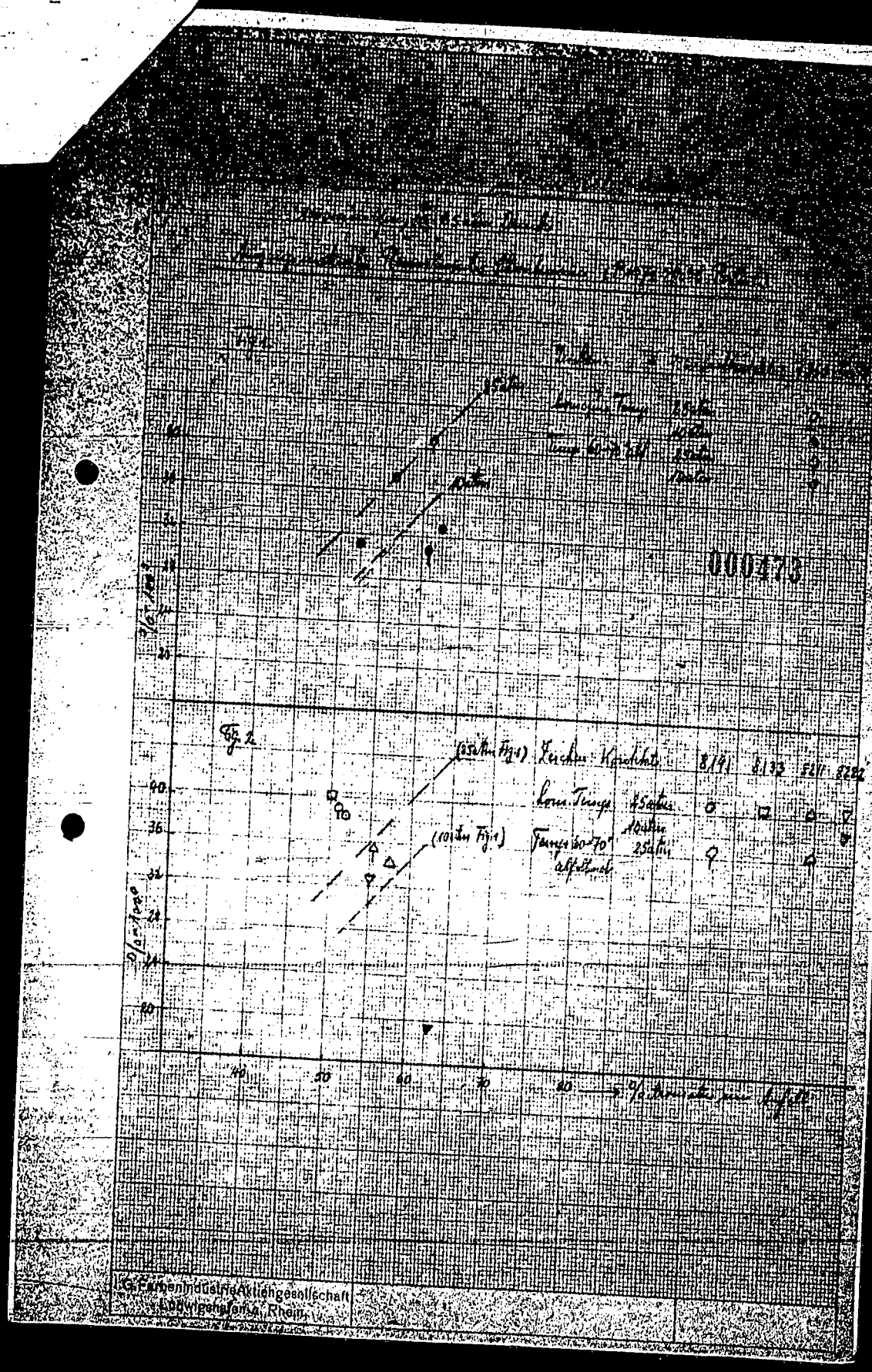
Fig 3.

Carl Zeiss Stiftung Aktiengesellschaft


00471
Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Leverkusen a. Rhein


000472
G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein

000473



I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Leverkusen a. Rhein

Bag 2075

Item 55

000474

Tests of DMD-Catalyst of Clay OP (K7316) and Tonsil Lo (K7935)

H. Dr. Lomath

Hochdruckversuche
Lu 558

26. August 1941 Fr/R

2/2075/55

Ab Pt.

000475

Prüfung von DHD-Katalysatoren aus Tonerde Op. (K 7360) und Tonerde Lu (K 7935).

Zusammenfassung.

Es wurden 3 Betriebschargen der normalen Produktion von K 7360 (Tonerde Op. + 55 g MoO_3/l) und 2 Partien K 7935 (in Lu 35 vor Dr. v. Füner hergestellte Tonerden + 55 g MoO_3/l) geprüft.

Sämtliche Chargen sind als DHD-Katalysatoren brauchbar, wenn auch, teilweise erhebliche, Aktivitätsunterschiede vorhanden sind. Die beiden Partien von K 7935 liefern mit P 1317 bei etwa gleichem Aromatengehalt im Benzin -165° bessere Ausbeuten als die 3 Chargen von K 7360. Bei Verarbeitung des Mittöl-haltigen P 1331 treten deutlichere Unterschiede im Aromatengehalt der Benzine auf. Auf gleichen Aromatengehalt bezogen ist die Benzinausbeute bei diesem Einspritzprodukt für alle Katalysatoren annähernd die gleiche. Die Aktivität der bisherigen Spitzencharge 6 von K 7360 wird von keinem Katalysator erreicht.

gez. Free

19166

000476

Ausführung.

Der Vergleich wurde mit dem bislang immer benutzten P 1317 (estnisches Schieferbenzin Prakt. 102-215°) und P 1381 (Irak-Schwerbenzin 115-270°) im 800 cc-Ofen durchgeführt.

Die Versuchsbedingungen waren;

Temperatur	515°C
Durchsatz	0,5 l/l/Std.
l Gas/l Öl	600
Druck	15 at
Dauer	6 Std.

Die Versuchsergebnisse sind nun mit K 7360 (Charge 6) erhaltenen Spitzenwerten gegenübergestellt.

Bei den Partien von K 7360 handelt es sich um normale Betriebschargen. Von K 7935 sind 2 in der halbtechnischen Versuchsanlage von Dr.v.Füner hergestellte Partien geprüft, von denen die eine aus Vers. 6 mit 10 in Kammer 504 mit eingebaut ist. (Der Einbau von Kammer 504 enthält die Partien aus Vers. 6 mit 11).

Geprüft wurden;

K 7360	Fass	482 - 521
K 7360	"	562 - 601
K 7360	"	602 - 681
K 7935	Vers. 1 mit 5	
K 7935	Vers. 6 mit 10 (in Ka 504 eingebaut).	

Es wurde willkürlich angenommen, dass Aktivität und Produkteigenschaften bei den Chargen von K 7360 aus Tonerde Op. in linearer Beziehung zueinander stehen. (vgl.Bericht 187041 vom 26.5.1941 Fr). In den Kurvenblättern 1 und 2 ist hierfür die ausgezogene Verbindungslinie der Werte bei K 7360 Ch.6 und K 7360 Fass 562 - 601 eingezeichnet. Die gestrichelte Linie verbindet die Werte von K 7360 Ch.6 mit denen einer früher geprüften Charge von K 7360 (Fass 287 - 331); (Vergleichsbasis der Zusammenstellung 187041).

000477

Nach der Zahlentafel und Kurvenblatt 1 ist für P 1317 die Ausbeute an flüssigem Produkt + C_5O_4 bei K 7360 Ch. 6, trotz des bisher höchsten Aromatengehaltes im Benzin -165° besser als die entsprechenden Ausbeuten der K 7360 Chargen Fass 562 - 601, Fass 482 - 521 und Fass 602 - 681 mit bedeutend weniger Aromaten. Für P 1381 gilt für Fass 562 - 601 und Fass 602 - 681 das gleiche, während bei Fass 482 - 521 sich hier das Verhältnis Aromaten: Ausbeute mehr der alten Kurve nähert. Die beiden Chargen K 7935 weichen kaum von der alten Kurve ab.

Die Aktivität der beiden Partien K 7935 ist als gut zu bezeichnen, die Partie Vers. 6 -10 ist vielleicht etwas besser als Vers. 1-5. Beide Partien K 7935 geben mit P 1317 ein günstigeres Ausbeute:Aromatenverhältnis als die 3 gleichzeitig angeführten Betriebschargen von K 7360. Die Aktivität der Ch. 6 wird aber von keinem der geprüften Katalysatoren erreicht.

Tabelle 1.

Katalysator	7935	7935	7935	7935	7935	7360	7360	7360	7360	7360	7360	7360	7360
Produkt	1-5	1-5	1-5	6-10	6-10	Ch.6	Ch.6	F.562-604	F.562-604	F.482-521	F.482-521	F.562-604	[illegible]
Schüttgew.	P1517	P1581	P1517	P1517	P1581	P1581	P1581	P1517	P1581	P1517	P1581	P1517	[illegible]
Zahl d. Reg.	0,53	0,53	0,53	0,59	0,59	0,92	0,92	0,69	0,69	0,74	0,74	0,69	[illegible],69
	0	1	3	0	1	2	3	0	1	0	1	0	[illegible]
% Bi -165°	53,9	43,4	53,1	54,3	58,9	53,7	42,0	52,8	38,9	47,3	38,5	45,3	[illegible]
% >165°	27,3	26,7	25,3	26,0	25,2	21,3	18,3	22,9	22,3	24,3	24,6	22,0	20,6
% C3,C4	0,4	1,9	0,5 [illegible]	0,9	2,8 [illegible]	2,1	5,5	1,0	[illegible]	1,5	4,0	1,4	[illegible]
% Gas + Koks	18,4	28,0	21,1	18,8	13,1	22,9	34,2	23,3	35,1	26,9	32,9	31,3	[illegible]
Bi -165°													
spez.Gew.	0,778	0,752	0,782	0,788	0,762	0,790	0,750	0,782	0,750	0,792	0,752	0,788	0,764
A.P.I. °C	5	22	1,5	0,5	18	-9	8,5	2,2	19,8	-3	22,5	1,6	12
A.P. II. °C	61,5	66	60,8	61,8	66,8	62,5	65,5	61,5	66,2	60,5	66,8	61,5	67
% Aromaten	54,5	45	56,8	58	49	68	54	56,5	47,5	59,5	45,5	57,0	55,5
% Olefine	2,5	2,8	2,8	3,5	3,5	2,5	2,5	4,0	6,5	4,0	3,0	4,5	4,5
% Naphthene	12,0	7,0	12,0	10,0	5,0	7,5	6,5	11,0	5,0	12,0	5,0	8,0	4,1
% Paraffine	31,0	45,2	28,7	28,5	42,5	22,0	36,5	28,5	41,0	24,5	46,5	30,5	37,9
Beginn °C	52	38	46	48	40	38	27	45	40	46	33	40	34
- 70°	5,5	16,5	7,0	5,5	11	11	27,5	7,0	19,0	5,5	17,0	8,0	18,5
- 100°	25,5	34,5	25,0	25,0	32,5	30	44,0	26,0	39,0	21,0	37,5	27,0	36,0
- 150°	94,5	90,0	92,0	93,0	91,5	94,5	91,5	92,0	91,5	94,5	90,0	92,0	91,0
Endpunkt °C	166	168	166	165	167	165	166	168	167	167	167	166	165
Jodzahl	7,8	8,5	6,0	9,3	10,9	1,12	1,[illegible]	6,7	6,2		11,9	7,4	6,2
OZ.(M)	77,4	74,7	79,3	77,4	77,1	81,8	78,[illegible]	78,8	67,8	78	74,1		
+ 0,12 Pb	89,6	86,8	90,1	89,6	87,9	94,0	94,5	89,5	90,6	90,6	88,4		
Bi > 165°													
spez.Gew.	0,902	0,880	0,908	0,908	0,876	0,936	0,912	0,912	0,884	0,906	0,872	0,914	0,896
AP. °C	-23	-9	-30	-20	-8	-46	-35	-26	-13,5	-20	-2	-25	-14
Beginn °C	173	175	175	173	174	178	174	175	172	168	170	180	174
- 180°	6,0	–	6,0	8,5	5,0	2,0	6,5	5,5	18,0	11,5	10,0	–	–
- 200°	61,0	51,0	63,5	58,0	53,5	48,5	48,5	57,0	54,0	61,0	56,0	57,0	45,0
- 250°	91,0	85,0	94,0	91,0	87,0	90,0	85,5	90,0	88,0	90,0	81,0	90,0	82,5
- 300°	97,0	95,0	–	97,5	97,0	95,0	94,5	96,5	–	96,5	94,0	96,5	95,0
Endpunkt °C	311	322	276	312	325	360	360	313	295	350	340	360	345
Vers. Nr.	204	205	206	209	210	108	109	207	208	202	203	215	216

000478

P 1347

000479

90 80 70 60 50 % Ausbeute flüssig

P 1381

%
Amm
im Bé

80
70
60
50
40
30
20
10

P 1317

P 1381

000480

% Anm. Bz

% Bz – 165°

Gas (C_1-C_2) + Koks

% C_3C_4

% – 100°

Frakt. > 165°

AP

- K 7360 Ch. 6
- K 7935 Vers. 6–10 (Kerbau-Ka 504)
- K 7935 Vers. 1–5
- K 7360 Fass 562–607
- K 7360 " 482–521
- K 7360 " 602–687

© Farbenindustrie Aktiengesellschaft

000481

Bag 2075

Item 56.

Iodine No. of DHD-

Benzine at Pölitz

Hochdruckversuche
Lu 558

24. Juni 1941 Do/R

000482

Jodzahl bei DHD-Benzin Pölitz.

Folgende Tabelle enthält J.Z. des Benzins aus Pölitzer DHD-Abstreifer. Danach ist die nach Hanus bestimmte Jodzahl, viel zu hoch da sie im wesentlichen durch Substitution und nicht Addition entsteht. Dies beweist die aus Bro... errechnete und nach einem besonderen Verfahren, bei dem keine Substitution eintritt ermittelte

Kontakt	Raff. Kat. Pölitz	Kleinversuchskont. mit guter Raff. Wirkung
Ausgangsmaterial:		
DHD-Abstreifer Pölitz		
J.Z. nach Hanus	8,9	
J.Z. aus Bromzahl	0,6	
Reine Addition J.Z.	0	
Im Kleinversuch		
raff. b. 14,5 MV		
J.Z. nach Hanus	10,7	8,2
J.Z. aus Bromzahl	0,8	0,1
Reine Addition J.Z.	0	0
b. 17 MV		
J.Z. nach Hanus	10,5	
J.Z. aus Bromzahl	–	
Reine Addition J.Z.	0	

Jodzahl. Ein weiterer Beweis ist, dass es durch Raffination im Kleinversuch nicht gelang die Jodzahl nach Hanus zu erniedrigen. Die Jodzahl nach Hanus ist demnach für DHD-Benzin nicht brauchbar, da sie anscheinend bei den dann enthaltenen verzweigten Kohlenwasserstoffen zu starke Substitution gibt.

000483

Bag 2075

Item 57

Testing of Dehydrogenation Catalysts in 100 cc Oven

(Catalyst 7935)

Hoogdruckversuche
Lu 558

1/57

000484/Donny

13. Mai 1941 Ho/A

Prüfung von Dehydrierungskontakten in den 100 ccm-Öfen 408 1-8.

Zusammenfassung.

In 100 ccm-Öfen wurde eine Reihe von Kontakten unter den üblichen Dehydrierungsbedingungen hinsichtlich ihrer Eignung für die Dehydrierung von wasserstoffreichen Schwerbenzinen mit dem Kontakt K 7935 [1] verglichen.

Bei früheren Versuchen (Zusatz IV. Dr.Ho v. 6.3.41) wurde fest gestellt, dass ein Zusatz von 5 % AlF_3 oder 10 % CrF_3 zum Träger eines Kontaktes vom Typus des K 7935 die Spaltaktivität dieses Kontaktes erhöhen, ohne die Dehydrieraktivität zu schädigen. In Fortsetzung dieser Versuche wurde fest gestellt, dass der gleiche Effekt durch Tränkung des Trägers mit (einer AlF_3 entsprechenden Menge) Flusssäure erzielt wird. Größere Mengen AlF_3 (10%) oder CrF_3 (20%) schädigen die Dehydrieraktivität des Kontaktes schon merklich, ohne die Spaltung über den schon mit kleineren Mengen AlF_3 bzw CrF_3 erreichten Betrag zu erhöhen.

Kleine Zusätze von CaO, ZnO, MgO+ZnO und ThO_2 zum Träger des K 7935 und des K 7300 techn. erhöhen die Aktivität dieser Kontakte.

Der spaltungsfördernde Einfluss des MgO-Zusatzes konnte bei einigen Einbauten nicht reproduziert werden. Weitere Versuche hierüber sind im Gange.

1/57

000484

Hochdruckversuche
Lu 558

1/57

000484/Donny

13. Mai 1941 Ho/R

Prüfung von Dehydrierungskontakten in den 100 ccm-Öfen 408 1-8.

Zusammenfassung

In 100 ccm-Öfen wurde eine Reihe von Kontakten für den üblichen Dehydrierungsbedingungen hinsichtlich ihrer Eignung für die Dehydrierung von wasserstoffreichen Schwerbenzinen mit dem Kontakt K 7935 [1] verglichen.

Bei früheren Versuchen (Zusatz IV. Dr.Wo v. [illegible] 41) wurde fest gestellt, dass ein Zusatz von 5 % AlF_3 oder 10 % CrF_3 zum Träger eines Kontaktes vom Typus des 7935 die Spaltaktivität [illegible] Prozent erhöhen, ohne die Dehydrieraktivität zu schädigen. In Fortsetzung dieser Versuche wurde fest gestellt, dass der gleiche Effekt durch Tränkung des Trägers mit einer AlF_3 entsprechenden Menge Flusssäure erzielt wird. Größere Mengen AlF_3 (10%) oder CrF_3 (20%) schädigen die Dehydrieraktivität des Kontaktes schon merklich, ohne die Spaltung über den schon mit kleineren Mengen AlF_3 bzw CrF_3 erreichten Betrag zu erhöhen.

Kleine Zusätze von CaO, ZnO + CuO, MgO + ZnO und Th_2 zum Träger des K 7935 und des K 7960 technerhöhen die Aktivität dieser Kontakte.

Der spaltungshemmende Einfluss des Ag_2O-Zusatzes konnte bei einigen Einbauten nicht reproduziert werden. Weitere Versuche hierüber sind im Gange.

1) leichte [illegible]

000486

Prüfung von Dehydrierungskontakten in den 100 ccm-Öfen 408 1-8.

In den acht 100 ccm-Öfen 408 wurden in sechs Versuchsreihen Dehydrierkontakte mit Mid-Continent-Schwerbenzin als Einspritzprodukt unter den folgenden Versuchsbedingungen geprüft: 15 atm H_2-Druck, 490-510°C, 0,5 kg/Ltr. x Std. Durchsatz. Die Versuchsergebnisse sind in den Anlagen 1-6 zusammengestellt (Note > 100 bedeutet bzw.: mehr Aromaten, mehr %-100°, weniger %>200° als der Vergleichskontakt).

Einbau vom 19.3.41. (Anlage 1)

Vergleichskontakt K 7935 Ch 15

1) Wird K 7935 vor der Tränkung mit $(NH_4)_2MoO_4$ mit einer 5% AlF_3 entsprechenden Menge Flußsäure behandelt, so tritt die gleiche Wirkung wie durch Zumischung von 5% AlF_3 [1] zum K 7935 ein: erhebliche Steigerung der Spaltung bei nur geringer Abnahme der Dehydrieraktivität. Wird jedoch die HF-Behandlung nach der $(NH_4)_2MoO_4$-Tränkung durchgeführt, so nimmt die Spaltung zwar ebenfalls zu, jedoch wird die Dehydrieraktivität des K 7935 merklich geschädigt.

2) Ein Zusatz von 2 % CuO zum K 7935 bewirkt eine geringe Aktivitätssteigerung; dagegen bleibt ein Zusatz von 5% TiO_2 wirkungslos.

3) Wird Chrom in Form von Chromfluorid auf aktive Tonerde aufgebracht, so erhält man einen Kontakt, der eine größere Spaltaktivität, aber eine geringere Dehydrieraktivität hat als ein Kontakt, auf dem die gleiche Menge Chrom in Form von Chromsäure aufgebracht wurde.

4) Wird an Stelle von aktiver Tonerde TiO_2 (Leverkusen) als Träger eines Kontaktes mit 6 % MoO_3 benützt, so erhält man nur etwa 40 % der Aktivität des 7360.

---

1) Vergl. Zusammenstellung Dr. Nonnenmacher vom 26.4.41

000487

000487

Einbau vom 25.2.41 (Anlage 2)
Vergleichskontakt K 7935 Ch 16

1) Wird aktive Tonerde Oppau vor der $(NH_4)_2MoO_4$-Tränkung mit 10%iger Ameisensäure oder Oxalsäure getränkt, so tritt bei gleichbleibender nur wenig verbesserter Dehydrieraktivität eine Erhöhung der Spaltaktivität ein. Dieser Effekt bleibt aus, wenn die Tränkung mit Säure erst nach der $(NH_4)_2MoO_4$-Tränkung erfolgt oder wenn die Tonerde nach der Säurebehandlung mit NH_3 gewaschen wird.

2) Ein nach dem amerikanischen Patent P 2212034 nachgearbeiteter Aluminium-Sn-Kontakt besaß eine geringe Aktivität.

Einbau vom 30.3.41 (Anlage 3)
Vergleichskontakt K 7935 Ch 16

1) Ein Zusatz von 2% ThO_2 zum K 7935 bringt eine geringe Verbesserung des K 7935; dagegen nützen Zusätze von 1% ReO_2 und 1% CdO nichts (Zusätze vor der $(NH_4)_2MoO_4$-Tränkung aufgebracht).

2) Aluminiumoxyd, aus Aluminiumacetat durch Zersetzung bei 300°C im Wasserstoffstrom hergestellt, und MgO, aus $MgCO_3$ durch Zersetzung bei 800°C hergestellt, scheinen sich nicht als Träger für Dehydrierkontakte zu eignen.

3) Eine Durchschnittsprobe von K 7360 Pass 337-401 (Schüttgewicht) aus der laufenden Produktion erwies sich dem Vergleichskontakt als gleichwertig.

Einbau vom 5.4.41 (Anlage 4)
Vergleichskontakt K 7935 Ch 17

1) Größere Zusätze von Aluminiumfluorid (10%) oder Chromfluorid (20%) zum K 7935 (vor der $(NH_4)_2MoO_4$-Tränkung dem Träger zugemischt) bewirken zwar eine starke Erhöhung der Spaltung, jedoch nimmt die Dehydrieraktivität im Gegensatz zur Wirkung kleinerer Mengen von Aluminium- oder Chromfluorid merklich ab.

2) Kleine Zusätze von MgO, ZnO+CuO, MgO+ZnO und Ag_2O zum K 7935 brachten nur eine geringe Verbesserung des K 7935. Dies steht z.T. im Widerspruch zu früheren Ergebnissen und deutet darauf hin, dass die Kontaktpräparierung noch verbessert werden muss.

000488

Einbau vom 11.4.41 (Anlage 5)

Als Vergleichskontakt wurde bei diesem Einbau aktive Tonerde Oppau (967) + 8% MoO_3 verwendet.

Aus Anlage 5 ergibt sich:

1) Kleine Zusätze von MgO+ZnO, CdO oder SiO_2 (als Äthylester) verbessern den Kontakt nur wenig.[1] Ein Zusatz von 1% CaO hat eine deutliche Schädigung bezüglich der Dehydrier- und Spaltaktivität zur Folge.

2) Ein Kontakt der Zusammensetzung leichte aus $Al_2(SO_4)_3$ hergestellte Tonerde + 16 % MoO_3 [2] (Schüttgewicht 0,35) zeigt eine stark schwankende Aktivität, die im Mittel etwas unter der des Vergleichskontaktes liegt.

Einbau vom 16.4.41 (Anlage 6)

Vergleichskontakt 7935 Oh 18

1) Eine Behandlung der leichten Tonerde mit 1%iger NH_3-Lösung vor der Tränkung mit Mg-Formiat und Ammoniummolybdat bzw. mit Ammoniummolybdat allein hat auf die Aktivität des Kontaktes keinen merklichen Einfluß.

2) SO_4-haltige Tonerde (Lausitz) ist als Träger erheblich schlechter als der Träger des Vergleichskontaktes; dagegen erreicht ein Kontakt vom Typus des Vergleichskontaktes mit aktiver Tonerde von Leverkusen 90% der Dehydrieraktivität und 70 % der Spaltaktivität des Vergleichskontaktes.

Gemeinsam mit:
Dr. Donath
Dr. v. Füner
Dr. Reitz
Dr. Fürst

ges. Nonnenmacher

---

1) Ein Kontakt der Zusammensetzung aktive Tonerde Oppau + 1% ZnO + 1% Ag_2O fällt aus dem Rahmen der übrigen Ergebnisse heraus (Aromatennote: 50 %-100°-Note: 54). Der Kontakt soll neu hergestellt und nochmal geprüft werden.

2) Die Mo-Menge, auf den Ltr.-Kontakt bezogen ist die gleiche wie beim Vergleichskontakt.

Anlage 1.

000489

Ausgangsstoff 2.1386 (Midkontinent - Schwerbenzin)

Kontakt Nr.	Kontakt Zusammensetzg.	Kontakt Herstellg.	Temp. (MV)	Gas cbm/kg	% Arom. 1.Anfall	Jodzahl	Note (Vergleichsk.=100) % Arom.	Note (Vergleichsk.=100) % -100	Note (Vergleichsk.=100) >200	Ofen Nr.	Datum
7925/Oh 15/T.P.	Vergleichskontakt: leichte Tonerde von Pu +12% MoO_3	Tonerde aus $Al(NO_3)_3$ bei P_H = 7 gefällt		0,6						1/5	
8083 T.P.	Leichte Tonerde von Pu + HF (entsprechend 5% AlF_3) + 12 % MoO_3	HF-Behandlung vor MoO_3-Tränkung	26,0	0,6	51,5		104	162	-	2	20.3.41 b
" "			26,0	0,6	52,8		93	140	-		21.3.41 b
" "			26,0	0,6	48,5	7,7	100	125	123		22.3.41 b
" "			26,5	0,6	55,3		91	112	-		23.3.41 b
			26,5	0,6	54,5		97	123	-		24.3.41 b
8084 T.P.	K-7935 + HF (entsprechend 5% AlF_3)	HF-Behandlung nach MoO_3-Tränkung	26,0	0,6	38,0		77	100	-	3	20.3.41 b
" "			26,0	0,6	48,2		85	106	-		21.3.41 b
" "			26,0	0,6	42,0	12,5	87	121	100		22.3.41 b
" "			26,5	0,6	50,0		83	112	-		23.3.41 b
			26,5	0,6	51,0		90	94	-		24.3.41 b
8085 T.P.	Leichte Tonerde von Pu+15%CrF_3	CrF_3 zugemischt	26,0	0,6	24,0		48	69	-	4	20.3.41 b
" "			26,0	0,6	27,0		47	62	-		21.3.41 b
" "			26,0	0,6	23,5	10,4	48	57	100		22.3.41 b
" "			26,5	0,6	46,5		77	100	-		23.3.41 b
			26,5	0,6	28,0		50	59	-		24.3.41 b
8086 T.P.	K-7935+5%TiO_2		26,0	0,6	50,0		96	-	-	6	20.3.41 b
" "			26,0	0,6	57,0	12,0	96	92	105		22.3.41 b
" "			26,5	0,6	-	-	-	-	-		23.3.41 b
			26,5	0,6	59,0		104	86	-		24.3.41 b
7526 T.P.	TiO_2 Leverkusen +6%MoO_3		26,0	0,6	24,0		46	-	-	7	20.3.41 b
" "			26,0	0,6	24,0	18,3	40	20	116		22.3.41 b
" "			26,5	0,6	28,0		46	10	-		23.3.41 b
			26,5	0,6	26,8		47	24	-		24.3.41 b
8087 T.P.	K 7935+2%CuO	CuO als Format	26,0	0,6	54,0		104	-	-	8	20.3.41 b
" "			26,0	0,6	63,0	7,6	106	112	96		22.3.41 b
" "			26,5	0,6	58,5		97	105	-		23.3.41 b
			26,5	0,6	59,8		106	109	-		24.3.41 b

Anlage 2.

Dehydrierkontakte

100 ccm - Ofen 1-8 15 atm Durchsatz 0,5/Ltr. x Std

Kontakt Nr.	Zusammensetzg.	Herstellg.	Temp. (MV)	Gas cbm/kg	%Arom. i. Jod Anfall	Zahl
8093/K Vergleichskont.	aktive Tonerde Oppau 967 + 8 % MoO_3			0,6	-	
8094 T.P.	Aluminiumoxyd + 8 % MoO_3	Al-acetat bei 450°C im Luftstrom zersetzt	26,0	0,6	26,5	
" "			26,0	0,6	30,5	14
" "			26,5	0,6	33,8	6
" "			26,5	0,6	31,3	
8095 T.P.	Aluminium-Sn nach A.P. 2812034		26,0	0,6	13,3	
" "			26,0	0,6	17,8	10
" "			26,5	0,6	14,2	14
			26,5	0,6	11,5	
8096 T.P.	aktive Tonerde 967 + 10%iger HCOOH + 8% MoO_3	Nach HCOOH-Tränkung auf 350°C erhitzt	26,0	0,6	44,0	
" "			26,0	0,6	58,5	7
" "			26,5	0,6	63,2	4
" "			26,5	0,6	55,8	7
8097 T.P.	aktive Tonerde 967 + 8% MoO_3 + 10%igeHCOOH	Nach Tränkung mit $(NH_4)_2MoO_4$ auf 350°C erhitzt	26,0	0,6	48,5	
" "			26,0	0,6	50,5	8
" "			26,5	0,6	59,0	9
" "			26,5	0,6	55,0	
" "			26,5	0,6	58,0	11
8098 T.P.	aktive Tonerde 967 +10%ige HCOOH mit NH_3 gewaschen + 8 % MoO_3	Nach Waschung mit NH auf 350°C erhitzt	26,0	0,6	42,0	
" "			26,0	0,6	-	-
			26,5	0,6	55,7	13
8099 T.P.	aktive Tonerde 967 + 10%ige H_2O_2 + 8% MoO_3	nach Tränkung mit H_2O_2 auf 350°C erhitzt	26,0	0,6	51,0	
" "			26,0	0,6	56,5	8
			26,5	0,6	63,2	8
			26,5	0,6	59,0	
			26,5	0,6	60,8	7

Anlage 2.

Ausgangsstoff P 1386 (Midkontinent - Schwerbenzin)

Note (Vergleichsk.=100)			Ofen Nr.	Datum
% Arom.	% -100	>200		
			1/8	
62	57	-	2	25.3.42 + 26.3.41 a1
62	56	147		26.3.41 o
53	57	189		27.3.41 o
65	90	-		28.3.41 o
31	76	-	3	25.3.o2. + 26.3.41 a1
35	33	141		26.3.41 o
22	18	200		27.3.41 o
24	10	-		28.3.41 o
102	124	-	4	25.3.o2 + 26.3.41 a1
119	178	97		26.3.41 o
100	103	116		27.3.41 o
115	180	-		28.3.41 o
98	83	-	6	25.3. o2 + 26.3.41 a1
108	77	130		26.3.41 o
100	93	87		27.3.41 o
108	115	-		28.3.41 o
98	84	93		29.3.41 b2 + o1
85	96	-	7	25.3.o2 + 26.3.41 a1
-	-	-		26.3.41 o
91	80	93		27.3.41 o
103	105	-	8	25.3.o2 + 26.3.41 a1
121	100	100		26.3.41 o
107	107	93		27.3.41 o
116	115	-		28.3.41 o
103	88	144		29.3.41 b2 + o1

Anlage 3.

Dehydrierkontakte

100 cbm - Ökan 1 - 8 - 15 atm - Durchsatz 0,5/Ltr. x Std.

Ausgangsstoff P 1386 (Midkontinent - Schwerbenzin)

Kontakt			Temp. (MV)	Gas cbm/kg	% Aromat. Anfall	Jod	Zahl	Note (Vergleichskont.=100)			Ofen Nr.	Datum
Kontakt-Nr.	Zusammensetzg.	Herstellung						% Arom.	-100	>200		
(935/Oh16/T.P. Vergleichskont.)				0,6							1/5	
8/10 T.P.	Aluminiumoxyd + 8 % MoO_3	Aluminiumacetat bei 300° langsam im H_2-Strom zersetzt	26,0	0,6	20,9			41	48	-		30.3.41 o
" "			26,5	0,6	19,2	1		27	27	144	2	2.4.41 o
" "			26,5	0,6	19,8			34	-	-		3.4.41 o
" "			26,5	0,6	19,0			32	33	-		4.4.41 o
8/11 T.P.	Leichte tonerde von Pd(Oh16) +2 % ThO_2 +12 % MoO_3	ThO_2 als Oxalat	26,0	0,6	24,0			40	-	-		5.4.41 o
" "			26,0	0,6	58,0			113	143	-	3	30.3.41 o
" "			26,5	0,6	54,4			109	112	-		1.4.-2.4.41 o2 + a1
" "			26,5	0,6	62,1	7,2		93	120	108		2.4.41 o
" "			26,5	0,6	68,0			119	-	-		3.4.41 o
" "			26,5	0,6	57,5			96	-	-		5.4.41 o
460/R337-40 T.P.	Betriebsprobe technisch getränkt		26,0	0,6	63,6			124	162	-	4	30.3.41 o
" "			26,5	0,6	62,6			125	120	-		1.4.-2.4.41 o2 + a1
" "			26,5	0,6	61,3	6,3		88	123	81		2.4.41 o
" "			26,5	0,6	59,4			99	117	-		4.4.41 o
" "			26,5	0,6	62,0			103	-	-		5.4.41 o
8/12 T.P.	MgO + 10 % MoO_3	MgO aus $MgCO_3$ bei 800° C hergest.	26,0	0,6	23,8			40	30	-	6	30.3.41 o
" "			26,0	0,6	25,7	1,1		43	31	132		31.3.-1.4.41 24^{00} - 8^{00} Uhr
" "			26,5	0,6	24,7			37	53	-		1.4.-2.4.41 o2 + a1
" "			26,5	0,6	22,8	8,3		33	33	120		2.4.41 o
" "			26,5	0,6	25,2			39	50	-		3.4.41 o
" "			26,5	0,6	25,5			41	-	-		5.4.41 o
8/13 T.P.	Bionte-Tonerde von Pd(Oh16) +1 % CeO + 12 % MoO_3		26,0	0,6	51,8			87	93	-	7	30.3.41 o
" "			26,0	0,6	62,6	1,9		104	100	94		31.3.-1.4.41 24^{00} - 8^{00} Uhr
" "			26,5	0,6	55,1			82	106	-		1.4.-2.4.41 o2 + a1
" "			26,5	0,6	66,4	3,8		96	91	100		2.4.41 o
" "			26,5	0,6	55,5			87	-			3.4.41 o
" "			26,5	0,6	64,2			111	94	-		4.4.41 o
" "			26,5	0,6	61,5			99	-	-		5.4.41 o
8/14 T.P.	Bionte-Ton. v. Pd(Oh16) +1 % CeO + 12 % MoO_3	CeO als Acetat	26,0	0,6	54,1			91	80	-	8	30.3.41 o
" "			26,0	0,6	46,5	1,9		78	67	81		31.3.-1.4. 24^{00}-8^{00} Uhr
" "			26,5	0,6	58,5			87	115	-		1.4.-2.4.41 o2 + a1
" "			26,5	0,6	68,4			107	-	-		3.4.41 o
" "			26,5	0,6	52,0			94	-	-		5.4.41 o

Ausgangsstoff P 1386 (Midkontinent - Bohrerbenzin)

Katalysator: 0,5 /Ltr. x Std.

Katalysator	Herstellung	Temp. (MV)	Gas ohm/kg	% Arom. i. Anfall	Jodzahl	Note (Vergleichskont.=100) % Arom.	=100	>200	Ofen Nr.	Datum
Vergleichskont.	Tonerde aus Al(NO3)3		0,6						1/5	
Nr. 1	Leichte Tonerde (Oh17) + 10% Al_2O_3 + 12% MoO_3	Al_2O_3 zur Tonerde zugemischt, dann auf 350° C erhitzt	26,0	0,6	60,8		111	164		
"	"	"	26,0	0,6	52,0		113	200	-	2
"	"	"	26,5	0,6	36,8	6,8	66	93	97	
"	"	"	26,5	0,6	39,7		71	119	-	
"	"	"	26,0	0,6	47,0		85	175	114	
Nr. 2	Leichte Tonerde (Oh17) + 20% Cr_2O_3 + 12% MoO_3	Cr_2O_3 zur Tonerde zugemischt, dann auf 350° C erhitzt	26,0	0,6	50,5		92	169	-	
"	"	"	26,0	0,6	36,0		79	129	-	5
"	"	"	26,5	0,6	46,5	8,2	83	147	97	
"	"	"	26,5	0,6	36,0		64	125	-	
Nr. 3	Leichte Tonerde (Oh17) + 2% MgO + 12% MoO_3	MgO als Formiat (ohne HCOOH-Überschuss)	26,0	0,6	49,0		88	146	123	
"	"	"	26,0	0,6	52,2		96	89	-	
"	"	"	26,0	0,6	52,0		113	125	-	4
"	"	"	26,5	0,6	60,2	6,4	107	127	110	
"	"	"	26,5	0,6	59,0		105	100	-	
"	"	"	26,0	0,6	56,3		101	100	123	
Nr. 4	Leichte Tonerde (Oh17) + 1% ZnO + 12% MoO_3 + 1% CuO_2	ZnO und CuO als Formiat (ohne HCOOH-Überschuss)	26,0	0,6	57,5		105	103	-	
"	"	"	26,0	0,6	56,8		107	101	-	6
"	"	"	26,5	0,6	62,0	7,0	101	79	118	
"	"	"	26,5	0,6	46,3		77	103	-	
"	"	"	26,0	0,6	44,3		78	91	115	
Nr. 5	Leichte Tonerde (Oh17) + 1% MgO + 1% ZnO + 12% MoO_3	MgO und ZnO als Formiat (ohne HCOOH-Überschuss)	26,0	0,6	60,2		110	97	-	
"	"	"	26,0	0,6	52,0		97	96	-	7
"	"	"	26,5	0,6	59,8	5,0	97	92	104	
"	"	"	26,5	0,6	62,0		102	92	-	
"	"	"	26,0	0,6	46,0		81	100	110	
Nr. 6	Leichte Tonerde (Oh17) + 2% Ag_2O + 12% MoO_3	Ag_2O als Acetat (mit wenig NH_3-Zusatz gelöst	26,0	0,6	60		110	89	-	
"	"	"	26,0	0,6	54,5		102	97	-	8
"	"	"	26,5	0,6	61,0	2,4	99	110	93	
"	"	"	26,5	0,6	57,5		95	103	-	
"	"	"	26,0	0,6	54,5		96	100	104	

Datum	
6.4.41	o
7.4.41	o
8.4.41	b
9.4.41	b2 + o1
10.4.41	o
6.4.41	o
7.4.41	o
8.4.41	b
9.4.41	b2 + o1
10.4.41	o
6.4.41	o zu wenig Produkt
7.4.41	o "
8.4.41	b "
9.4.41	b2 + o1 "
10.4.41	o
6.4.41	o
7.4.41	o
8.4.41	b
9.4.41	b2 + o1
10.4.41	o
6.4.41	o
7.4.41	o
8.4.41	b
9.4.41	b2 + o1
10.4.41	o
6.4.41	o
7.4.41	o
8.4.41	b
9.4.41	b2 + o1
10.4.41	o

Anlage 5. Ausgangsstoff P 1386 (Midkontinent - Schwerbenzin)

100 atm, 20m, 1-8 mm, 15 atm, Durchsatz 0,5/Ltr. x Std.

Kontakt			Temp. (MV)	Gas cbm/kg	% Arom. i. Anfall	Jodzahl	Note (Vergleichskont.=100)			Ofen Nr.	Datum
Nr. Art	Zusammensetzung	Herstellung					% Arom.	-100	>200		
8093 T.P. Vergleichskont.	aktive Tonerde Oppau 967 +8% MoO_3			0,6						1/5	
8133 T.P.	aktive Tonerde 1% MgO+1% ZnO+ 8% MoO_3	MgO und ZnO als Formiat (ohne HCOOH-Überschuss)	26,0	0,6	51,0	5,1	86	-	115	2	12.4.-13.4.41 o2 + a1
" "			26,5	0,6	60,0		107	75	-		12.4.41 a
" "			26,5	0,6	64,0		106	125	86		13.4.41 o
" "		21.4.41	26,5	0,6	51,5		104	100	-		14.4.41 b2 + o1
8134 T.P.	aktive Tonerde 1% CdO+8% MoO_3	CdO als Acetat	26,0	0,6	55,0		94	121	-		15.4.41 b2 + o1
" "			26,0	0,6	49,5	7,7	83	-	125	3	12.4.-13.4.41 o2 + a1
" "			26,5	0,6	56,0		100	79	-		12.4.41 a
" "		12.4.-19	26,5	0,6	55,0		91	105	75		13.4.41 o
" "		21.4.41	26,5	0,6	60,5		122	128	-		14.4.41 b2 + o1
" "		2.4.41	26,5	0,6	56,5		97	158	-		15.4.41 b2 + o1
8135 T.P.	Leichte Tonerde von Pu +55g MoO_3/ltr. Tonerde	Tonerde aus $Al_2(SO_4)_3$	26,0	0,6	57,5	8,2	97	-	115	4	12.4.-13.4.41 o2 + a1
" "			26,5	0,6	57,5		95	90	92		12.4.41 a
" "		20.4.41	26,5	0,6	65,5		132	79	-		13.4.41 o
" "		21.4.41	26,5	0,6	44,5		76	63	-		14.4.41 b2 + o1
8135 T.P.	aktive Tonerde 967 +0,1% CaO+8% MoO_3	CaO als Acetat	26,0	0,6	60,5		98	76	136	6	15.4.41 b2 + o1
" "		17.4.41	26,5	0,6	41,5		70	111	-		12.4.-13.4.41 o2 + a1
" "		18.4.41	26,5	0,6	63,5		104	94	72		12.4.41 a
" "		19.4.-15	26,5	0,6	42,5		74	56	-		13.4.41 o
8136 T.P.	aktive Tonerde 967 +1% ZnO+1% Ag_2O+8% MoO_3	Ag_2O als Acetat	26,0	0,6	27,0		44	52	120	7	14.4.41 b2 + o1
" "		13.4.41	26,5	0,6	29,5		50	46	-		12.4.-13.4.41 o2 + a1
" "			26,5	0,6	29,0		48	47	130		12.4.41 a
" "		18.4.41	26,5	0,6	32,0		56	69	-		13.4.41 o
8137 T.P.	aktive Tonerde 967 +2% SiO_2+ 8% MoO_3	SiO_2 als Kieselsäureäthylester	26,0	0,6	59,5		97	139	150	8	14.4.41 b2 + o1
" "			26,5	0,6	50,0		84	118	-		12.4.-13.4.41 o2 + a1
" "			26,5	0,6	68,0		111	141	87		12.4.41 a
" "			26,5	0,6	59,0		102	128	-		13.4.41 o
" "			26,5	0,6	69,0		104	92	-		14.4.41 b2 + o1
											15.4.41 b2 + o1

Dehydrierkontakte

Anlage 8.

000494

100 ccm - Öfen 1 - 8 15 atm Durchsatz 0,5/Ltr. x Std. Ausgangsstoff P 1386 (Midkontinent - Schwerbenzin)

Kontakt			Temp. (MV)	Gas obm/kg	%Arom.i. Anfall	Jodzahl	Note (Vergleichskont.=100)			Ofen Nr.	Datum
Kontakt Nr.	Zusammensetzg.	Herstellung					% Arom.	-100	>200		
7935/Ch18/T.P. Vergleichskont.	Leichte Ton. (Ch18)+12% MoO_3	Tonerde aus Al $(NO_3)_3$		0,6						1/5	
8140 T.P.	Leichte Tonerde(CH18)mit 1% NH_3 behandelt + 12% MoO_3	mdth. NH_3-Behandlung auf 350°C erhitzt	26,0	0,6	59,5		120	115	-	2	17.4.41 a
" "			26,5	0,6	-		-	-	-		18.4.41 a
" "			26,5	0,6	56,0	8,0	103	114	87		18.4.-19.4.41 c2 +a1
" "			26,5	0,6	55,0		100	94	-		20.4.41 c
" "			26,5	0,6	61,0		100	86	-		21.4.41 c
" "			26,0	0,6	60,5		121	179	92		22.4.41 b2 + c1
8119/Ch2/T.P.	Leichte Tonerde +2%MgO+12% MoO_3	MgO als Formiat ohne HCOOH-Überschuss	26,0	0,6	58,5		118	69	-	3	17.4.41 a
" " "			26,5	0,6	-		-	-	-		18.4.41 a
" " "			26,5	0,6	56,7	8,3	104	127	87		18.4.-19.4.41 c2 + a1
" " "			26,5	0,6	56,5		93	105	-		21.4.41 c
" " "			26,0	0,6	51,0		102	125	100		22.4.41 b2 + c1
8141 T.P.	Leichte Tonerde(Ch18)mit1% NH_3 behandelt +2% MgO+12% MoO_3	als MgO/Formiat ohne HCOOH-Überschuss	26,5	0,6	-		-	-	-	4	18.4.41 a
" "			26,5	0,6	55,0	11,3	101	127	93		18.4.-19.4.41 c2 +a1
" "			26,5	0,6	58,5		106	100	-		20.4.41 c
" "			26,5	0,6	60,5		99	89	-		21.4.41 c
" "			26,0	0,6	59,5		119	125	80		22.4.41 b2 + c1
8142 T.P.	Tonerde(SO_4-haltig) Lausits+55gr MoO_3/ltr.		26,0	0,6	24,5		46	43	-	6	17.4.41 a
" "			26,5	0,6	36,0		73	72	-		18.4.41 a
" "			26,5	0,6	42,5	18,5	77	72	140		18.4.-19.4.41 c2 + a1
" "			26,5	0,6	48,0		80	75	-		20.4.41 c
" "			26,0	0,6	43,5		77	59	144		22.4.41 b2 + c1
8143 T.P.	Tonerde(SO_4 haltig)Lausits mit 1% NH_3 behandelt + 8% MoO_3		26,0	0,6	23,0		43	28	-	7	17.4.41 a
" "			26,5	0,6	33,5		68	68	-		18.4.41 a
" "			26,5	0,6	35,7	17,2	65	56	117		18.4.-19.4.41 c2 + a1
" "			26,5	0,6	38,0		63	58	-		20.4.41 c
" "			26,0	0,6	40,5		72	59	130		22.4.41 b2 + c1
8144 T.P.	aktive Tonerde v.Leverkusen +55gr MoO_3/ltr.		26,0	0,6	41,3		78	88	-	8	17.4.41 a
" "			26,5	0,6	39,5		80	72	-		18.4.41 a
" "			26,5	0,6	49,5	10,5	90	64	117		18.4.-19.4.41 c2 + a1
" "			26,5	0,6	55,5		92	75	-		20.4.41 c
" "			26,5	0,6	50,5		90	64	-		21.4.41 c
			26,0	0,6	45,7		81	53	130		22.4.41 b2 + c1

Anlage 3. 000495

Betr. DHD-Raffinationskatalysator.

1.) Versuche im 1 Ltr.-Ofen mit Dehydrierungsbenzin aus Steinkohle mit 57 % Aromaten und Jodzahl 12.

Kontakt	7360			7360+Bleicherde 1:1		
Temp. °C	253	296	339	253	296	339
(MV)	12,0	14,5	17	12,0	14,5	17
Durchsatz kg/l/Std.	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
H_2-Druck atm	24	24	24	24	24	24
% Aromaten	58	57,5	56,5	57	59	58
Jodzahl	1,7	0,65	0,38	3,2	0,6	0,6

Rie. Z. Kly 1861 Si v. 12.5.41.

2.) Versuche im 100 Ltr.-Ofen mit und ohne Raffinationsofen.

Ofenvolum: Hauptofen 100 Ltr.
Raff. Ofen 33 Ltr. (bzw.ohne)

a) Wirkung des Raff.Kontaktes.

Raffinationsofen	Ausgangsmat.	mit		ohne
Temp.Raff.Ofen	Schwerbi aus Braunkohle	324°	289°	-
H_2-Druck atm		24	25	26
Cyklusdauer Std.		28	32	8
Durchsatz kg/l u.Std (auf Hauptofen)		0,5	0,5	0,5
Jodzahl	6,5	1,5	1,7	4,4 (steigt bei längerem Betrieb an)

b) Dauerversuch mit Raff. Ofen.

Betr.St.i.Cyklus	Ausgangsmaterial	1-13	14-29	30-45	46-67	68-83	84-97
Temp.Raff.Ofen	Schwer-	295	305	295	305	314	330
H_2-Druck	benzin	18,8	18,8	20,3	18,7	18,5	18,0
D'satz kg/l.u.Std (auf Hauptofen)	aus Br. Kohle	0,37	0,37	0,42	0,37	0,37	0,37
% Aromaten		64,5	68	69	72	68	64
Jodzahl		-	1,3	1,6	1,5	2,1	2,8

Gesamtdurchsatz je Ltr. Kat. 37 kg im Cyklus
Neubildungan Aromaten 17 kg " "

Anlage 5. 000497

Zur Menge des Redest. Rückstandes beim DHD-Verfahren.

1) ASTM Destillation von Ausgangsmaterial und DHD Destillat.

	Ausgangsmaterial	Endprodukt
Spez. Gew.	0,770	0,793
S.-Beginn	102	28
% - 100	-	31
- 150	78	81
- 180		90,5
Endpunkt	174	210

2) Laborkolonne des DHD Rückstandes durch kontin. Destillation ~~verlegt~~ (mit leichten Anteilen 5 : 1 gemischt)

		berechn. ohne leichte Anteile
Destillat	96,0	95,2
Rückstand	4,0	4,8
Destilla. SK.		
% - 100°	44,0	-
% - 150°	92,0	-
% - 160°	96,0	-
Endpunkt	166°	-
Redest. Rückstand		-
Siedebeginn	175°	
- 180°	20 %	
- 200°	55 %	
Endpunkt	330°	

Demgegenüber gab die Dest. mit Laborkolonne ohne leichte Anteile 9,9 % Rückstand also das doppelte des obigen Wertes.

Bei den Pölitzer Analysen ist nach den Siedekurven die Menge Redest. Rückstand viel zu hoch, etwa wie bei unserer Dest. mit Laborkolonne.

Aus Stelg 1561/i v. 12.5.41

000498

Bag 2075

Item-58.-

Burning-off of Gaskets under Regenerative Conditions

Hochdruckversuche
Lu 558

4. April 1941 No/Pf.

000499

Abbrennen von Gaskoks unter Regenerationsbedingungen.

Da in Pölitz beim Einbau der DHD-Umbaukammer als Kontaktunterlage versehentlich Hochtemperaturkoks verwendet wurde, mußte die Frage geprüft werden, ob und wie rasch ein solcher Koks unter den beim DHD-Verfahren angewendten Regenerationsbedingungen abbrennt.

Zu diesem Zwecke wurde in einem 100 ccm-Ofen Gaskoks eingebaut und ein Stickstoff-Luftgemisch mit einem Gehalt von 2% O_2 bei 50 atm 2 Stunden bei 391°C, 2 weitere Stunden bei 510°C hindurchgeleitet (Gasmenge 300 Ltr./Std.) und das gebildete CO und CO_2 analytisch bestimmt. Dann wurde der Ofen ausgebaut, neu eingebaut und ein weiterer Versuch 2 x zwei Stunden bei 560°C unter sonst gleichen Bedingungen durchgeführt. Danach brennt der Gaskoks bei 391°C zunächst rasch ab (in zwei Stunden 5,1 gr), dann aber trotz einer Temperatursteigerung von 391° auf 510°C nur noch langsam (in zwei Stunden 0,3 gr). Bei 560°C wird der Koks rasch weggebrannt. Nach den Analysenergebnissen beträgt der Koksverlust in den ersten zwei Stunden 4 gr, in den nächsten zwei Stunden sogar 6,9 gr. Der Ausbaubefund stimmt damit praktisch überein. Aus der Beschaffenheit des Ausbaues ist zu schließen, daß die Asche des Kokses beim Abbrennen in ein feines Pulver zerfällt.

Zusammenfassend ergibt sich, daß damit gerechnet werden muß, daß die Kontaktunterlage in den Öfen der Umbaukammer Pölitz nach einigen Regenerationen wegbrennt und die Koksasche auf die nachfolgenden Koktaktschichten geblasen wird.

Gemeinsam mit:
Dr. Donath,
" Oettinger
" Reitz.

gez. Nonnenmacher

Anlage.

000500

Einbau vom	24.2.41		28.2.41	
Ofen	410 K		410 K	
Datum	26.2. 16-18h	26.2. 20-22h	1.3. 13-15h	1.3. 15-17h
Versuchsdauer	2	2	2	2
Druck	50	50	50	50
Temperatur °C	391	510	560	560
Gas Ltr./Std.	300	300	300	300
Eingangsgas				
% N_2	97,5	97,5	97,5	97,5
% O_2	ca. 2,5	ca. 2,5	ca. 2,5	ca. 2,5
Ausgangsgas				
% N_2	97,5	97,5	97,5	--
% O_2	ca. 1	ca. 2,4	ca. 1,3	--
% CO_2	1,55	0,09	1,22	2,1
% CO	Spuren	--	Spuren	--
Einbau ccm	50		50	
gr	24		24	
Gew.% H_2O	--		Spuren	
Gew.% Asche	--		8	
Ausbau ccm	--		--	
gr	18,5		10	
Gew.% H_2O	--		0	
Gew.% Asche			13,4	
Beschaffenheit des Ausbaues	brökelig		brökelig	
nach CO_2-Bestimmung Koksverlust gr	5,1	0,3	4	6,9
nach Ausbauergebnis				
H_2O-Verlust gr	5,5		13,0	
Koks- " "			0,6	
Asche " "				

000501

Bag 2075

Item 59

Dehydrogenation of

Russian L-Benzine

Hochdruckversuche
Do/Lu 558

3/2075/59

1. März 1941/Pr.

000502

Dehydrierung von russischem L-Benzin.

(Qualität der Produkte).

In den folgenden Tabellen sind Analysendaten und Versuchsergebnisse mit russischem L-Benzin aufgeführt.

Tabelle 1 enthält zunächst die Daten für das gesamte russische L-Benzin (schwer vom 18.10.40) im Vergleich zu VT 705. Das russische Benzin ist ärmer an Naphthenen und Aromaten. Auf gleiche Siedekurve bezogen ist die Oktanzahl Motormethode praktisch gleich, während die Oktanzahl Research-Methode tiefer liegen dürfte. Weiter sind darin die Angaben für die Leichtbenzine daraus enthalten. Die Oktanzahl des russischen Leichtbenzins liegt nach Umrechnung auf gleiche Siedekurve um etwa drei Punkte tiefer als bei VT 705. Dementsprechend ist (vgl. Tab. 2) das Schwerbenzin aus russischem Benzin klopffester als das aus VT 705.

Das neu (Februar 41, für Kammer 504) nach Ludwigshafen gesandte Schwerbenzin aus russischem L-Benzin liegt im Vergleich zu dem früher in Ludwigshafen hergestellten und dehydrierten in der Siedekurve höher, im Naphthengehalt tiefer und hat demgemäß die Oktanzahl 65 (statt 68), liegt aber immer noch über der Oktanzahl aus VT 705 mit 63. Der Anilinpunkt des russischen Schwerbenzins ist dabei aber höher als der des VT 705-Schwerbenzins.

Entsprechend dem höheren Anilinpunkt ist die Ausbeute beim Russenbenzin für gleichen Aromatengehalt um etwa 5 % schlechter als beim 5058/6434-Benzin Scholven. Insgesamt ergeben sich, für großtechnisches Arbeiten berechnet, folgende Ausbeuten: [1] (vgl. Tab. 3)

[1] Die Ausbeute ist um 2,5 % kleiner als in der Zusammenstellung vom 26.11.40 angegeben, da dort ohne Temperaturabfall gearbeitet worden war.

Pfg, Dr, Stoffk Lö, Fr Gm, Mü, Pl Kl Lu, am, Mekri

000503

83,5 Teile russisches Schwerbenzin → DHD → 59,5 Teile Benzin mit 70 Gew.% Aromaten (= 71 % auf Schwerbenzin)

16,5 Teile Leichtbenzin

59,5 Teile Benzin mit 70 Gew.% Aromaten (= 71 % auf Schwerbenzin) + 16,5 Teile Leichtbenzin

→ 76 Teile Hochleistungsbenzin mit 50 Vol.% Aromaten
+ 2,5 " Redestillations-Rückstand.

Die Qualität des dehydrierten russischen Schwerbenzins lässt sich an Hand des Restbenzins abschätzen, das wahrscheinlich Oktanzahl 74 gegenüber etwa 75 bei 5058/6434-Benzin aus Steinkohle hat und etwas wasserstoffreicher ist (vgl. Anilinpunkt Tab. 3). Bei Zumischung eines guten Leichtbenzins ist demnach an Hand der Restbenzin-Oktanzahl mit einer Überladekurve ähnlich wie DHD-Benzin aus Steinkohle zu rechnen.

gez. Donath.

Anlagen:
3 Tab.

Tabelle 1.

000504

	Gesamtbenzin		Leichtbenzin	
	Russisches L-Benzin schwer v.18.10.40	Zum Vergleich VT 705	-90°C aus russ.L-Bi schwer v.18.10.40	aus 5058/6434 Benzin Scholven
Spez. Gewicht	0,738	0,730	0,682	0,666
Anilinpunkt °C	52,6	47	56,2	50
Siedebeginn °C	63	43	44	
% -70°C	1	16	55,5	71
-100	43	57		
-120	83,5			
-140	95			
Endpunkt °C/%	147	153	99/96,8	110/92
% Paraffine	49,0	40	-	
% Naphthene	46,5	52	-	
% Aromaten	3,0	7	-	4
% Olefine	1,5	1	-	1
Oktanzahlen				
Res.-Methode	70	75	78,5	81
Mot.-Methode	70	73	76,0	82
M.M. + 0,12 Pb	88	90	94,5	96
Umgerechnet:	für 7 % Aromaten 1)		für 96,8% Ausbeute 3):	
O.Z. Mot.Meth.	70,8	73	76	80
	für 7% Aromaten und 16 % -70°C 2):		für 96,8% Ausbeute und 55% -70° 2)	
O.Z. Mot.Meth.	73	73	76	79

1) Aromaten Misch-O.Z. 92 Mot.-Meth.
2) Pentan " " " 85 " "
3) Butan " " " 95 " "

Tabelle 2.

	Russisches Schwerbenzin		Zum Vergleich	
	v.18.10.40 im 1 Ltr.-DHD-Ofen gefahren	Februar 1941 für Kammer 504	Schwerbenzin VT 705	aus Steink. Scholven 5058/6434 Schwerbenzin 95-180 °C
Spez. Gewicht	0,744	0,755	0,766	0,786
Anilinpunkt °C	52,2	53,3		40
Siedebeginn °C	95	102	100	110
% -100°C	4,5	-110° 30,5	-	-
-120	75	68	-	-
-140	91,5	93	-	-
-150	-	-	-	73,8
Endpunkt °C/%	156/97,8	162/98	165	180
% Paraffine	49,0	53,5	ca.36	ca.35
% Naphthene	46,5	40,5	ca.53	ca.52
% Aromaten	3,0	1,5	ca.10	ca.12
% Olefine	1,5	4,5	1	1
Oktan-Zahlen Res.-Meth.	67,2	-		
Mot.-Meth.	68	65	63	64,5
M.M. + 0,12 Pb	84	84		60
				84,5

Tabelle 3.

000506

Dehydrierung von	(1 Ltr.-Ofen)		(100 Ltr.-Ofen)
Anilinpunkt °C	Russ. Schwerbenzin 52,2		5058/6434+Schwerbenzin 40
Temperatur °C	510		506 Mittel
Durchsatz	0,5		0,5
H_2-Druck atm	25		28
Ofengrösse	1 Ltr.	100 Ltr. geschätzt	100 Ltr.
Ausbeute:			
Anfall C_4-frei	77,3	74	79
Gas + Koks	22,7	26	21
Anfall			
Spez.Gewicht	0,786		interpoliert 0,795
Anilinpunkt °C	-10		-10,5
Siedebeginn °C	31		35
% -70°C	1[illegible]		6
-100	30		29
-150	87		84
Endpunkt °C	240		220
% Aromaten	69		69
Anilinpunkt -150°C	-9,4		-5,6
>150°C	-54		-39
Benzin -165°C			
Spez. Gewicht	0,780		0,790
% -100°C	32		35
% -150°C	93,5		92
Endpunkt °C	162		165
% Paraffine	20		20,5
% Naphthene	6		10
% Aromaten	69		69
% Olefine	5 [1]		0,5
O.Z. Res.Meth.	96		97
Mot.Meth.	83		84
M.M.+ 0,12 Pb	(gesch.93)		92
Restbenzin			(aus Mischung mit Leichtbenzin 5:1) / Leichtbenzin
Spez. Gewicht	0,677		0,703 / 0,698
Anilinpunkt °C	62,3		55 / 49
% -70°C	40		31 / 53
-100	80		80 / 91,5
Endpunkt °C	137		147 / 110
O.Z. Mot.-Meth.	} geschätzt		76,5 / 79
O.Z. berechnet ohne Leichtbenzin	} 74 [2]		75

[1]) Ohne Raffinationsofen aus Kleinversuch

[2]) Geschätzt nach russischem Leichtbenzin mit Korrektur der Siedekurve.

000507

Bag 2075
Item 60

Testing of DHD Catalysts

Hydrierversuche
Lu 558

24. Februar 1941 Do/Pf.

Prüfung von DHD-Katalysatoren
(Umbaukammer Pölitz).

000508

Die anliegenden 2 Zusammenstellungen über Versuche in 0,8 bezw. 1,0 Ltr.-Öfen zur Prüfung von 7360 - Kontaktchargen ergaben, daß die Chargen Faß 1 - 216 nach mehrmaliger Regeneration eine normale, mittlere Aktivität hatten. Faß 217 - 256 waren in der Aktivität sehr viel schlechter, es war nicht möglich, einen hohen Aromatengehalt zu erzielen. Faß 257 - 286 war etwas besser, aber noch unter der Aktivität von Faß 1 - 216. Faß 217 - 256 konnte nur mit großen Bedenken wegen der Zeitnot in Pölitz umgebaut werden und auch nur in Ofen 1, in dem hauptsächlich die leicht vor sich gehende Naphthendehydrierung erfolgt.

Es ergeben sich folgende Schlußfolgerungen für die Kontaktherstellung.

1) Die jeweils einlaufenden Tonerdesendungen sollten nach der Äthanol-Methode auf Aktivität geprüft werden. Es sind über 95 % Äthanolumsatz (vgl. Ber. Nonnenmacher v. 28.1.41 No. 18 1701) nach der von Dr. Stöwener eingeführten Bestimmungsmethode zu fordern.

2) Da Kontakte mit Schüttgewicht unter 0,7 nur geringe Aktivität hatten, sollte bei der Oppauer Tonerde auf hohes Schüttgewicht geachtet werden, falls nicht besondere Versuche die Brauchbarkeit der leichten Tonerde erweisen.

3) Da bei Oppauer Tonerden mit kleinem Schüttgewicht durch Erhöhung des Molybdän-Zusatzes eine Verbesserung der Aktivität d... 7360 eintrat, sollte bei leichten Tonerden (Schüttgewicht z.B. 0,6)

000509

der Molybdänzusatz je Kontaktgewicht erhöht werden.

4) Da die Kontakte erst nach mehrmaliger Regeneration die volle Aktivität erreichten, sollte geprüft werden, ob eine Verbesserung der thermischen Nachbehandlung des K 7360 möglich ist.

gez. Donath

gez.

Hochdruckversuche
Lu 558

24. Februar 1941 Ho/Pz.

000510

Prüfung von Kontaktchargen 7360 für Pölitz in 1 Ltr.-Öfen.

Zusammenfassung.

Für die DHD-Umbaukammer Pölitz wurden verschiedene Chargen K 7360 in 1 Ltr.-Öfen geprüft. Die Versuche mit B.K.-Schwerbenzin gaben nach mehrfacher Regeneration [1] ungefähr folgende Ausbeuten berechnet auf ein Anfallprodukt mit 60 % Aromaten, wobei die ebenfalls angegebenen Temperaturen erforderlich waren.

Kat. 7360 Charge:	Ausbeute	Temperatur	Bemerkungen
Ch. 6	94	477°	Vergleichskat. mit Spitzenaktivität
Faß 1-56	~92	49	gut; als Raff.-Kat. für Scholven eingesetzt
" 57-172	92	490	gut (normale Aktivität)
"137-216	93	475	" " "
"217-256	90	510!	schlecht; nur 70 % des normalen Durchsatzes
"257-286	91	505	Aktivität nicht ganz normal, noch brauchbar.

Die Chargen Faß 57 - 216 haben normale Aktivität, sie werden in Pölitz insbesondere zur Füllung des 2, 3. und 4. Ofens eingesetzt. Faß 258 - 286 kommen z. T. in Ofen 4 aber hauptsächlich in Ofen 2. Faß 217 - 256 kommen in Ofen 1, in dem hauptsächlich dehydriert und nur wenig zyklisiert werden soll, wofür der am

1) Vor der Regeneration ist die Aktivität deutlich kleiner.

000511

wenigsten aktive Kontakt noch am besten brauchbar ist.

Versuchsergebnisse.

Die für die Umbaukammer Pölitz hergestellten Chargen von Kontakt 7360 wurden in 1 Ltr.-Öfen auf ihre Aktivität geprüft und mit der bisher besten Charge von Kontakt 7360 (Ch. 6) verglichen. Als Einspritzprodukt wurden Hydrierbenzine aus Braunkohle, Steinkohle, estnischem Schieferöl, ferner Kogasin und straight-run-Benzine verwendet.

1.) Prüfung einer Durchschnittsprobe 7360 Faß 1-56 8/10 mm.

Die Versuchsergebnisse sind in Anlage 1 und der Kurvenblätter 1 und 2 enthalten. Es sind dabei Werte mitaufgeführt, die mit einem Kontakt erhalten wurden, der aus der obigen Charge durch Nachtränkung mit 1 % [1] $Cr(NO_3)_3$ hergestellt wurden. Die mit dem Vergleichskontakt (7360 Ch. 6 und 7911 Kontakt Leuna) erhaltenen Ergebnisse enthält Anlage 7.

Zunächst ergibt sich, daß die Charge durch mehrmalige Regeneration aktiver wird. Als Folge davon wird die Ausbeute bezogen auf gleichen Aromatengehalt besser. Jedoch ist der Kontakt auch nach zweimaliger Regeneration inaktiver als 7360 Ch. 6. In der folgenden Tabelle sind Werte einander gegenübergestellt, die bei Verwendung von 6719/6434 - Benzin aus estnischem Schieferöl als Einspritzprodukt für ein Ausfallprodukt von 70 % Aromaten nach den Kurven der Kurvenblätter 1 und 2 mit der Charge Faß 1-56 mit und ohne Nachtränkung von $Cr(NO_3)_3$ und mit der Charge 6 erhalten werden.

1) bezogen auf Cr_2O_3.

000512

Tabelle 1.

Ausgangsmaterial: 6719/6434-Benzin aus estnischem Schieferöl				
Kontakt	7360 Faß 1-56	7360 Faß 1-56 + 1% Cr(NO$_3$)	7360 Oh. 6	
Schüttgewicht			0,820	
Temperatur °C	507	512	496	Ausgangs-
H_2-Druck atm	25	25	10	material:
Durchsatz kg/lxStd.	0,5	0,5	0,5	
Zyklusdauer	8	8	8	
Zahl der Regen.	2	neu 1)	28-30	
% Ausbeute an O_4-freiem Produkt	84,4	82,5	88,3	
Anfall:				
Spez. Gew.	0,810	0,806	0,788	0,788
Anilinpunkt I	- 11	- 11	- 8,5	39,5
" II	63	63	65	58,5
% Aromaten	70	70	70	18
Anilinpunkt -150	ca. 5	ca. 5	9,5	--
" -150	ca.-39	ca.-40	-34	--
% - 100°	18,5	19	14,8	--
% - 150°	63	64	60	45

1) Der Kontakt wurde mit 6719/6434-Bi aus estn. Schieferöl nur im frischen Zustand geprüft. Da jedoch die Nachtrocknung und Nacherhitzung im Labor vorgenommen wurde, ist anzunehmen, daß seine Aktivität durch mehrmalige Regeneration nicht mehr viel zunimmt.

000513

Demnach benötigt die Charge Faß 1-56 bezogen auf gleichen Aromatengehalt des Anfallproduktes eine um etwa 11° höhere Temperatur als Charge 6; der damit verbundene Ausbeuteverlust beträgt etwa 4 %. Eine Nachtränkung von $Cr(NO_3)_3$ (1 % bezogen auf Cr_2O_3) bringt zumindest keine Verbesserung in der Aktivität des Kontaktes 1). Wird ein wasserstoffreicheres Schwerbenzin als 5018/6434-Benzin aus estnischem Schieferöl als Einspritzprodukt verwendet, so treten die Unterschiede in der Aktivität von Charge Faß 1-56 und Charge 6 noch stärker hervor.

2.) Prüfung der Durchschnittsproben 7360, Faß 57-172, Faß 137-216, Faß 210-216, Faß 217-256 und Faß 257-286. (Vgl. Anlage 2-7 und Kurvenblatt 3 und 4.)

Als Ausgangsmaterial wurde hauptsächlich 5058-Benzin >90° aus Leuna verwendet. Den Kurvenblättern 3 und 4 ist zu entnehmen, daß die Chargen durchweg nach mehrmaliger Regeneration besser werden, ein Verhalten, das bei den Chargen Faß 57-172 und Faß 137-216 besonders ausgeprägt ist.

Die folgende Tabelle enthält mit Hilfe der Kurven 3 und 4 extrapolierte Werte bezogen auf ein Anfallprodukt mit 60 % Aromaten für die verschiedenen Chargen bei Verwendung von 5058-Benzin >90° aus Leuna als Einspritzprodukt. Die angegebenen Temperaturen sind ziemlich unsicher, da z.T. über einen zu großen Bereich extrapoliert werden mußte.

1) S. Fußnote 1) S.3.

000514

Tabelle 2.

Ausgangsmaterial: 5058-Benzin >90° aus Leuna							
Kontakt	Fa8 57-172		137-216	210-216	217-256	257-286	Charge 6
Schüttgewicht	0,72		0,72	0,74	0,575	0,625	0,820
Temperatur °C	(503)	(488)	(475)[1]	494	(510)	(503)	477
H_2-Druck atm	10	25	25	10	25	25	25
Durchsatz kg/lxStd.	0,5	0,5	0,5	0,5	0,35	0,5	0,5
Zyklusdauer	8	8	8	8	8	8	8
Zahl der Regen.	2	3	4	4	4	1	31-36
% Ausbeute an C_4-freiem Produkt	(91,8?)	--	(93)	91	(90,5)	(90,7)	94
Anfall:							
Spez.Gew.	0,802	0,793	0,794	0,798	--	0,791	0,794
Anilinpunkt I	- 4	0	0	- 3	--	- 4	0
" II	59	63	63	60	--	59	63
% Aromaten	60	60	60	60	60	60	
Anilinpunkt -150°	4	3	3	4	--	4	3
>150	ca.30	ca.25	ca.25	ca.30	--	ca.30	ca.25
% - 200°	13	ca.17	ca.14,5	14	--	ca.20	14,5
% - 150°	70	80	80	76	--	80	6

Ausgangsmaterial:	
Spez. Gew.	0,770
Anilinpunkt I	43
% Aromaten	11,5
Siedebereich	102-174
% - 150	79

1) extrapoliert aus dem Mittel der Temperaturen des 5. und 6. Versuches (4. u. 5. Regeneration.)

000515

Demnach ist nach nochmaliger Regeneration von den obigen Chargen Charge 137 - 216 am besten. Sie benötigt bezogen auf gleichen Aromatengehalt des Anfallproduktes etwa die gleiche Temperatur wie Charge 6 und gibt fast die gleiche Ausbeute. Etwas geringere Aktivität hat die Charge Faß 57-172, die eine um etwa 12° höhere Temperatur benötigt als Charge 6 und ca. 2 % geringere Ausbeute liefert. Noch brauchbar ist die Charge Faß 210-216 (17°C höhere Temperatur, 3 % geringere Ausbeute). Ausgesprochen schlecht sind die Chargen Faß 217-256 und 257-268. Um auf den gleichen Aromatengehalt des Anfallproduktes von Charge 6 zu kommen, benötigt die Charge Faß 217-256 bei einem um 30 % geringeren Durchsatz eine um 33°C höhere Temperatur. Es erscheint danach unmöglich, Schwerbenzine, wie sie in Pölitz als Ausgangsmaterial zur Verfügung stehen, mit dieser Kontaktcharge bei einem Durchsatz von 0,5 kg/l x Std. und innerhalb der Temperaturen, bei denen die Vergasung noch erträglich ist, auf den geforderten Aromatengehalt von 65-70 % zu dehydrieren.

Außer mit 5058-Benzin >90° Leuna wurden die obigen Kontaktchargen z.T. noch mit den folgenden Benzinen geprüft: 5058/6434-Benzin aus Teermittelöl 130-180°, 5058/6434-Benzin aus Steinkohlenverflüssigung Mittelöl 95-195°C, Mid kontinentschwerbenzin, Nienhagener Benzin - 185° und Kogasin 100-200°. Wenn die Versuchsunterlagen zu einem genauen Vergleich für diese Benzin auch nicht ausreichen, so kann man doch aus ihnen ersehen, daß die Unterschiede in der Aktivität um so deutlicher hervortreten, je wasserstoffreicher das Einspritzprodukt ist.

Gemeinsam mit

Dr.v.Füner ..... gez. Nonnenmacher
" Oettinger ..... " Donath
" Fürst
" Reitz

Anlage 1.

Kontakt:	7360 Faß 1-56 8/10 mm 1000 ccm = 740 gr																	
Temperatur °C	P 1317-	493	500	516	P 1393-	513	P 1317-	510	P 1393	504	516	P 1454	510					
H2-Druck atm	Bi >90°	25	25	25	Bi KW	25	Bi>90°	25	Bi>90°	25	25	KW	25					
Durchsatz kg/lx.St.		0,5	0,5	0,5	540	0,5	aus	0,5	KW	0,5	0,5	539/51	0,5					
Zyklusdauer	Tankll	8	8	8	961	8	Tankll	8	540961	8	8		8					
Zahl der Regen.	(6719/	0	1	2	Bi	3		0		1	2		2					
Ausbeute:	6434-	Bi aus			aus													
% Produkt C5-frei		estn.	—	82,8	82,8	Niemha-	74,0		83,1		84,0	80,9	Kögasin					
% Gas C1 - C4		Schie-	—	16,5	16,5	gener	25,0		16,2		15,0	18,1						
% Koks 1)		fer61)	—	(0,7)	(1,0)	Rohöl	(1,0)		(0,7)		(1,0)	(1,0)						
% Gesamtanfall/ Einspritzung			—	98	99		95		97		87!	89						
Anfall:																		
Spez.Gewicht	0,788	0,804	0,806	0,814	0,740	0,751		0,804		0,750	0,742	0,697	0,752					
Anilinpunkt I	39,5	1,2	-8,0	-15	55	19,5		-8,9		87,2	24	63,5	23,2					
" II	58,5	61,8	61,6	64,5	64	65,0		63,0		65,5	65	72,5	68,5					
% Aromaten	18	57,5	66	75	8,5	43,2		68,0		36,5	39	63 ?	43					
Anilinpkt.-150°	—	16	5,8	0,5	—	28,7		7,5		34,8	32,5	—	—					
" >150	—	14,8	-38,8	-43,6	—	-13,0		ca.-45		0	-9,2	—	—					
Jodzahl	—	—	—	0,85	4,63	-165°5,2		—		2,4	4,0	38,7	15,7					
Siedebeginn	108	68	45	43	62	33		35		39	28	98	45					
- 100°	—	10	18,5	19	18	34,5		19		32,5	37,8	—	33					
- 150°	45	58	63,0	63	62	73,0		64		76,2	74,0	90,5	87,1					
- 180°	80	79	81,0	80	93	84,0		82		91,2	87,8	96,5	96,5					
Endpunkt	211/99	240/	238/	250/	187/	270/		259/		213/	226/	189/	254					
O.Z. Res.- 165°		96,5	96	93	17,5	95		97,5		97,2	93	98,5	96					
Ofen						81												
Datum 1940		308 II	308 II	308 II		308 I		308 II		308 II	308 II		308					
		17.10	18.10	19.10		20.10		25.10		26.10	27.10		26/					

1) Kokswerte (z.T. nach den Ergebnissen des 100 Ltr.-Ofens) geschätzt.

000516

Kontakt: 7360 Faß 57 - 172 1000 ccm = 720 gr

Anlage 2

Temperatur °C	P 1424	493 1)	491	509	510	535/505/	P 1393-	510	510	P 1400	494	474
2-Druck atm	≯ 90°					93/481	Bi			95-195		
Durchsatz kg/lxStd.	17.12.0	10	10	25	10	25	KW	25	10	5058/	25	25
Nm Gas/kg Öl	(5058-	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	540961	0,5	0,5	6434-	0,5	1,0
Zyklusdauer	Bi ≯90°	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6		0,6	0,6	Bi	0,6	0,6
Zahl der Regenerationen	aus	8		8	8	8		8	8	Schol-	8	8
	Leuna)	0	2	3	4	5		7	8	ven	10	11
Ausbeute												
% Produkt C_4-frei		88,6	95,1			86,5		(75,4)	74,4		91,9	96,1
Gas $C_1 - C_4$		10,9	4,5			12,3		(23,6)	24,6		7,8	3,6
Koks 2)		(0,5)	0,4			(0,2)		(1,0)	1,0		(0,5)	(0,1)
Gesamtschwefel/												
Einspritzung		90	91	84 !	84!	87!		84!	93		92	97
Anfall:												
Spez. Gewicht	0,770	0,800	0,798*	0,798	0,812	0,780		0,746	0,764	0,780	0,818	0,802
Anilinpunkt I	43	-1,8	2	3,4	-14,2	2		18	13,5	43	-12,9	12
" II	55	57,2	59	63	60,5	59		64	65		59	56
% Aromaten	11,5	56	54	68	71	54		43	48,7		68	42
Anilinpunkt -150°	--	8	11,8	-3	0	8		26	25,5		2	23,8
" >150	--	21	-25	-44	-41	-34,5		-34	-27		40,5	-2,5
Jodzahl		14,5	2,2	1,4	1,7	1,55		1,5	2,2		2,1	8,4
Siedebeginn °C	102	48	55	35	38	41		27	44	97	55	7
- 100°	--	11	11,8	24	16	26		46	32		14,5	6
- 150°	79	76	76,5	78	75	80		80	71	61,8	66	63
- 160°	89	84	84	82,8	83	83		84	79		74,2	70,8
- 180°	--	93	95	92,2	95	90		89,5	89	92,2	85	86,5
Endpunkt / %	174/	237/	198/	207/	204/	206/		225/94	277/	195/98	237/	223/
	98	97,5	98	96,5	98,5	94			98		97,5	98
Ofen 303 II												
Datum 1940		15.12.	20.12.	21.12.	22.12.	23.12.		25.12.	26.12.		28.12.	29.12.
		14-21		14-21h	11-18h	14-21h		15-22h	11-18h		11-18h	12-19h

1) schlechte Temperaturverteilung. 2) eingeklammerte Kokswerte geschätzt (z.T. nach Ergebnissen des 100 Ltr.-Ofens.

000517

Kontakt: 7560 Fass 137-216 (4/6 mm) 100 ccm = 720 Anlage 3.

Temperatur:	Vorhydrierungsbenzin Leuna >90°	509	510	506	Politz Bi 130-180° Fass 310, 361,480	506	490
H_2-Druck atm		25	25	25		25	25
Durchsatz kg/l x Std.		0,5	0,5	0,5		0,5	0,5
cbm Gas/kg Öl		0,6	0,6	0,6		0,6	0,6
Zyklusdauer		8	8	8		8	8
Zahl der Regenerationen		1	4	5		2	3
Ausbeute:							
% Produkt C_4-frei		—	81,8	85,5		86,5	89,5
% Gas C_1-C_4		—	17,5	14,0	—	13,0	10,0
% Koks 1)		—	(0,7)	(0,5)		(0,5)	(0,5)
% Gesamtanfall/ Einspritzung		--	91	85		88	89
Anfall:							
Spez. Gew.		0,800	0,806	0,804	0,784+	0,817	0,822
Anilinpunkt I		-6,6	-17,0	-15,2	50,5	-16,8	-18,8
" II		61,0	63,5	62,8	54,5	61,0	61
% Aromaten		64	76,5	72,0	ca. 4	75	76
Anilinpunkt -150°		-5,5	-8,5	-5,0	—	-3,5	2,0
" >150°		-45	-49,0	-44,0	—	-44	-39
Jodzahl		3,3	1,2	(1010)	Unges. 0,5 %	1,9	7,9
Siedebeginn ° C		44	35	57	131	30	57
- 100°		26,5	25,5	18,8	—	14	9
- 150°/160°		81/87	79/86,5	77/84	60,8/87,6	60/73	53/69
- 180°		—	92	93	—	88	90
Endpunkt / %		225/97,5	210/97	210/98,5	173/99	218/97	211/97
Ofen 303 II							
Datum 1940		20/21.1. 4-11h	24.1. 11-18h	25.1. 13-20h		22.1. 8-15h	23.1. 8-15h

1) geschätzt mit 100 Ltr.-Ofen.

Kontakt 7360 Faß 210-216 (5/8 mm) Anlage 4.

1000 ccm = 742

Temperatur	P 1424	510	506	527	508	506	P 1356	511
H_2-Druck atm	>90°	25	25	25	25	10	v. 27.4.39	25
Durchsatz kg/lxStd.		0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	(Midkonti-	0,5
ccm Gas/kg Öl		0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	nentbenzin	0,6
Zyklusdauer		8	8	8	8	8		8
Zahl der Regeneration		0	1	2	3	4		5
Ausbeute:								
% Produkt C_4-frei		—	92,8	91,1	—	87,4		83,1
Gas C_1-C_3		—	7,0	8,6	—	11,9		16,5
Koks 1)		—	0,2	(0,3)	—	0,7		(0,6)
% Gesamtanfall/ Einspritzung		—	99	91	—	94		101
Anfall:								
Spez. Gewicht		0,780	0,784	0,792	0,796	0,802	0,776	0,782
Anilinpunkt I		20	11,5	-1,0	-5,0	-9,6	59,2	88
" II		57	59	59,5	58,5	60,5	68,4	65,5
% Aromaten		35	46	57,5	60,5	66,5	9	54
Anilinpunkt - 150°		24,5	18	7	2	-2	—	24
" >150°		3	-13	-30	-28	-37	—	-15
Jodzahl		7,1	4,8	5,25	5,6	6,9	—	-2,1
Siedebeginn °C		61	48	45	39	56	139	38
- 100°		14	18	22,5	22,5	15	—	23
- 150°		76	78	82	79	77	5	58
- 160°		82,5	86	87	86	81	19	69
- 180°		91	93,5	—	93	93	66	86
Endpunkt / %		243/97,5	212/97	202/98	219/97	203/98	210/98,9	248/98,5
Ofen 308 II								21.1.
Datum		16.1. 10-17h	17.1. 14-21h	18.1. 14-21h	19.1. 12-19h	20.1. 12-19h		11-18h

1) Die eingeklammerten Werte geschätzt (z.B. nach 100 Ltr.-Ofen).

CIOOO

Anlage 5.

Kontakt 7360 Faß 217-256 8/10 mm 1000 ccm = 575 gr

Temperatur °C	P 1424 >90°	500 [1]		504	520	495	500
H_2-Druck atm		25		25	10	25	25
Durchsatz kg/l x Std.		0,5		0,5	0,5	0,5	0,35
cbm Gas/kg Öl		0,6		0,6	0,6	0,6	0,65
Zyklusdauer		8		8	8	8	8
Zahl der Regenerationen		0		1	2	3	4
Ausbeute:							
% Produkt C_4-frei		91,6		—	95,0	95,3	94,1
% Gas $C_1 - C_4$		8,3		—	4,8	4,6	5,8
% Koks 2)		(0,1)		—	(0,2)	0,1	0,1
% Gesamtanfall/ Einspritzg.		94		—	89	91	93
Anfall:							
Spez. Gewicht		0,788		0,786	0,794	0,792	0,788
Anilinpunkt I		8		10	7,2	10	4
" II		60		59,5	57	59,5	59
% Aromaten		49,5		47	47,5	47	52,3
Anilinpunkt -1 0°		14		16	13	15,5	12
" >150°		-12		-12	-7	-14	-18
Jodzahl		4		3,9	8,5	3,4	2,9
Siedebeginn °C		50		62	73	75	62
- 100°		13		12,5	12	10	15
- 150°		79		80	77	78	81
- 160°		86		97	88	85	89
- 180°		95		—	96	95	96
Endpunkt / %		194/98		193/98,5	198/98	192/98	203/98
Ofen 308 I		23.1. 12-19h		24.1. 11-18h	25.1. 11-18h	26.1. 11-18h	27.1. 12-19h
Datum 1940							
Temp. ungleichmässig							

2) eingeklammerte Kokswerte geschätzt nach 100-Ltr.-Ofen.

000520

Kontakt 7360 Paß 256-266 8/12 mm 1000 ccm = 625 gr — Anlage 6.

Temperatur °C	P 1424 >90°	510	512	508	P 1386 v. 27.4.39	510
H_2-Druck atm		25	25	10		25
Durchsatz kg/l x Std.		0,5	0,5	0,5		0,5
Ccm Gas/kg Öl		0,6	0,6	0,6		0,6
Zyklusdauer		8	8	8		8
Zahl der Regenerationen		0	1	2		3
Ausbeute:						
% Produkt C_4-frei		86,0	88,7	89,0		
% Gas C_1 - C_4		13,7	11,0	10,6		
% Koks		0,3	0,3	0,4		
% Gesamtanfall/ Einspritzung		93	95	93		
Anfall:						
Spez. Gew.		0,793	0,794	0,802		0,780
Anilinpunkt I		- 8,4	-7,5	-2,0		10,5
" II		57,5	59	(59)		66,5
% Aromaten		62,5	63	58		53
Anilinpunkt -150°		-4,7	0,5	1,0		26,5
" >150		-40,6	-34	-29		-14,5
Jodzahl		4,1	4,5	4,4		-7,5
Siedebeginn °C		34	43	40		30
- 100°		26	22	20		21
- 150°		80	81	78		51
- 180°		85	87	85		59,5
Endpunkt / %		91	95	92		78
Ofen 303 II		225/96,5	213/98,5	228/97		238/95
Datum		31.1. 10-17h	1.2. 9-16h	2.2. 20-3h		3.2. 16-23h

00521

Anlage 7.

Kontakt:	Kontakt	7360 Wh. 6 1000 ccm = 820 gr					7911 (Leuna) 1000 ccm = gr			7360 Ch. 6			
Temperatur	P 1517 >90°	507	498	506	492	492	494	490	493	493	P 1424 >90°	490	P 1595
H_2-Druck atm		25	10	10	10	10	10 -	10	10	25		25 -	Bi
Durchsatz kg/l x Std.		0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5		0,5	K 540961
cbm Gas/kg Öl		0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6	0,6		0,6	
Zyklusdauer		8	8	8	8	8	8	8	8	8		8	
Zahl der Reg.		0	4	27	28	29	30	0	1	2		21-36	
Ausbeute:													
% Produkt C_4-frei		80,3	80,8	84,3	90,5	89,6	87,5	89,7	91,8	90,8		91	
Gas C_1 -C_4		18,9	18,4	14,7	8,1	9,3	11,7	9,5	7,4	8,4		8,6	
Koks 1)		(0,8)	(0,8)	(1,0)	(1,4)	(1,1	(0,8)	(0,8)	(0,8)	(0,8)		(0,4)	
% Gesamtanfall/ Einspritzung		92	100	99	92	95	99	89	95	94		93	
Anfall:													
Spez. Gew.		0,818	0,822	0,822	0,825	0,818	0,814	0,821	0,818	0,806		0,797	
Anilinpunkt I		-10,7	-11,3	-7,5	-10	-7,5	-8,5	-2,7	1,5	-1,0		-6	
" II		62	63	61	62,5	62	65	62	62	63,8		63	
% Aromaten		69	70,5	65	69	66	70	61,5	58	61,5		65,5	
Anilinpunkt -150°		-0,2	1,5	7	6	11	9,5	12	10	14		-2	
" >150°		-52,6	-40	-24	38	-21	-34	-18	-19,5	-18,2		-40	
Jodrahl				-165°	-165°	6,4	10	9,2				9,5	
Siedebeginn °C				11,9	4,3								
- 100°		36	40	46	62	30	48	62	53	40		41	
- 150°		15,5	18	11,8	10	10	14,8	10	9,5	11,5		20,5	
- 160°		62,8	65	56,5	55	58	60	57	56,5	61		78	
- 180°		70,5	69	65,5	64	64,5	68,8						
Endpunkt / %		79,5	87	78,5	79	78,5	81,2	82	79	82		93	
Ofen		308 I	308 I	308 I	308 I	308 I	308 I	308 I	308 I	308 I		308 I	
Datum		2.10.	4.10.	14.11.	17.11.	18.11.	19.11.	15.11.	16.11.	17.11.		20.-	
								245/ 97,5	265/ 97,5	245/99		209 - 24.11	

1) Kokswert geschätzt nach Ergebnisse des 100 Ltr.-Ofens.

000522

Prüfung von Kontaktkörper 7360 für Fabrik ... Kontakt ...

Zusammensetzung: 67 Mo / 6 W 26 – Bauart 280 mm Lichtweite ... Lochzahl

(6 Bündeln – 7 Lagen)

Farbe:

Druck:

Kontakt: 7360 Tfl 1–5 b: neu 1. Regen
(vorderer = Frisch) 2. Regen

Kontakt: 7360 Tfl 1–5 b neu
+ 1% Cu_2O (als CuO)

Zum Vergleich: Kontakt: 7360 Kö (Kontakt Köln)
" 7911 (Leuna)

00523

10 atm – 25 atm

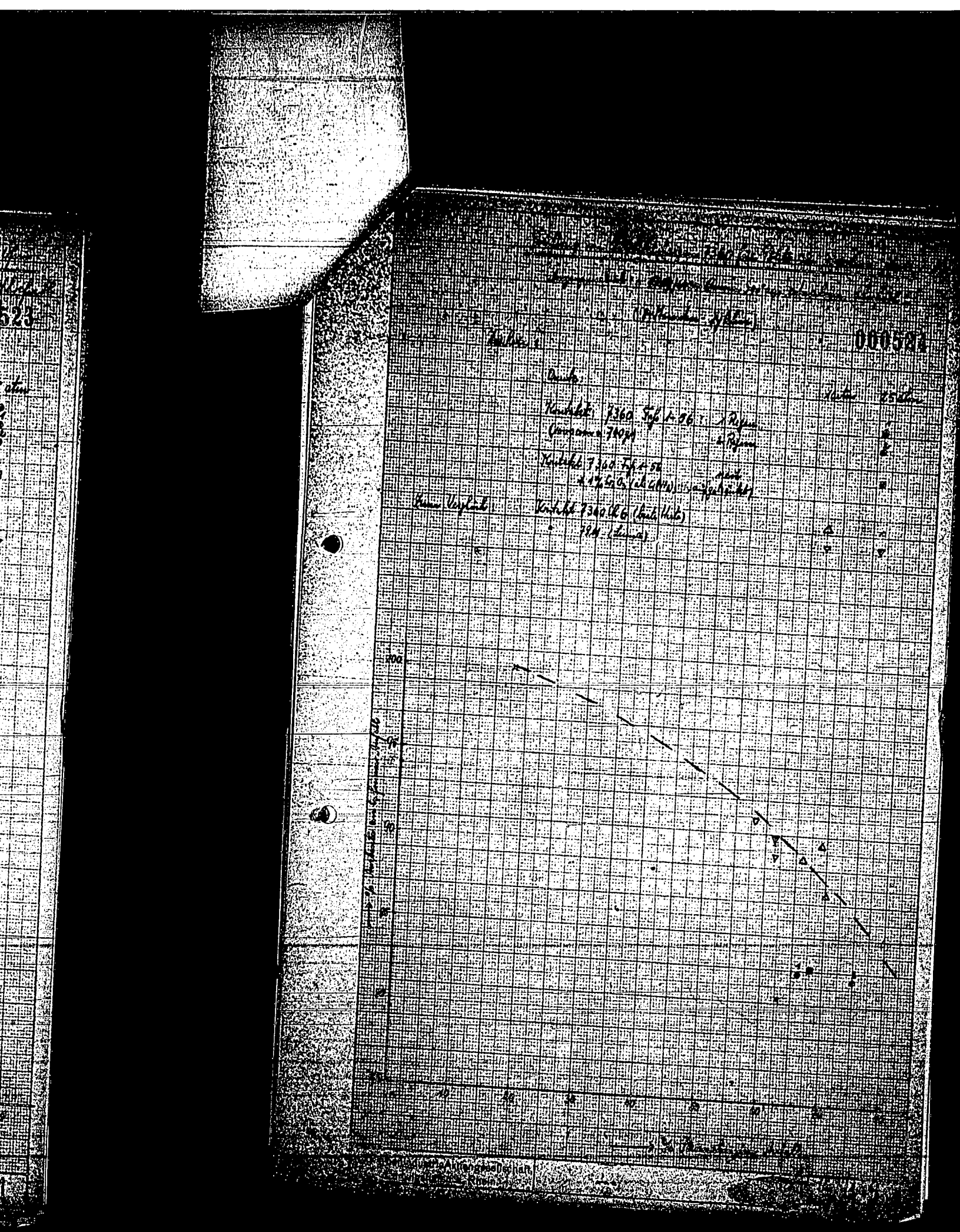
520
510
500
490
480
470
460

Temperatur °C

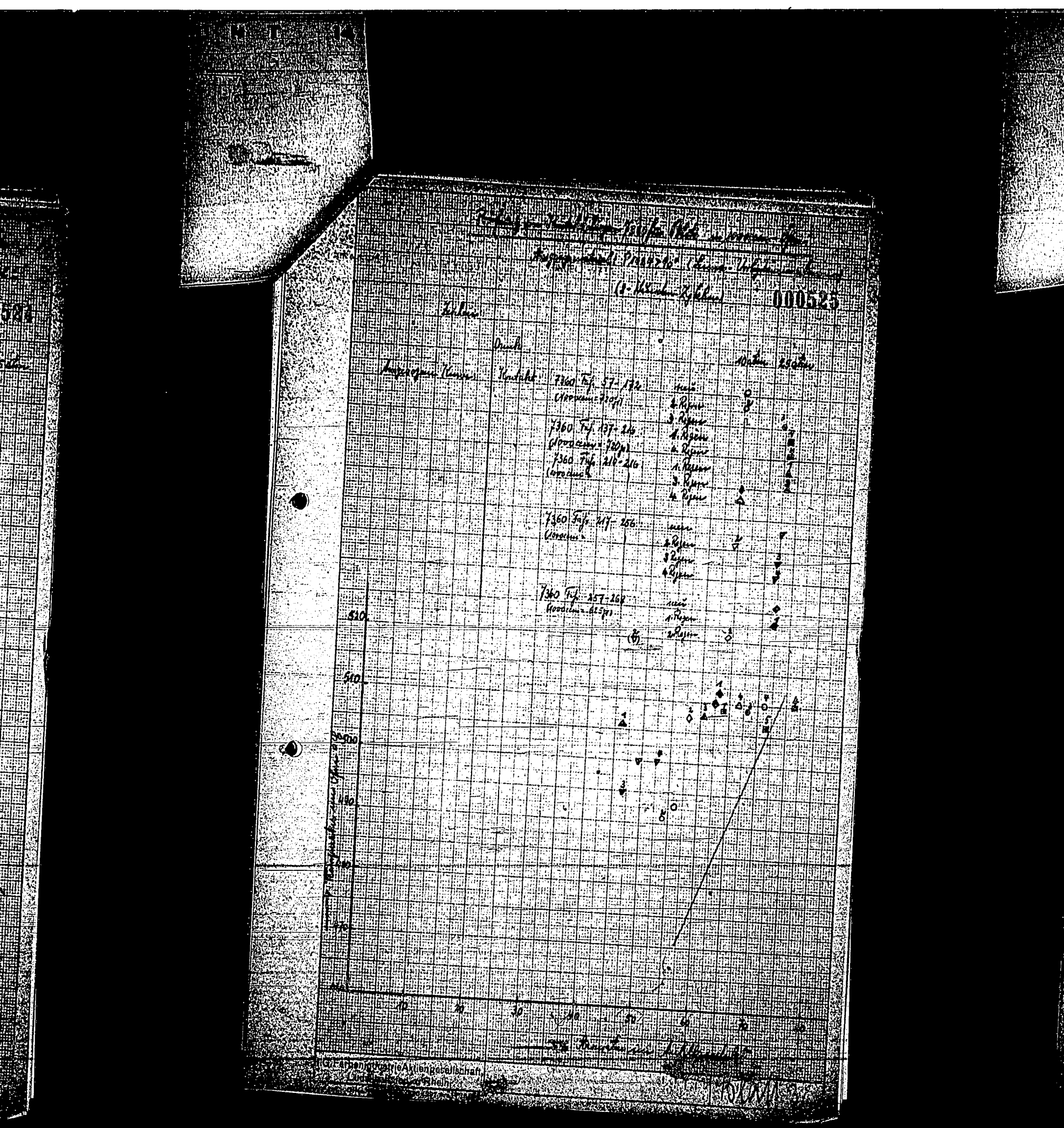
10 20 30 40 50 60 70 80

% Stickstoffgehalt des Reaktionsgases

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein



000525


Temperatur (Grad C)
Dauer
Leistung
7360 Tuf. 57-136
(Normal = 730 m)
7360 Tuf. 137-216
(Normal = 780 m)
7360 Tuf. 217-256
(Normal = 615 m)
7360 Tuf. 257-268
(Normal = 615 m)
10 Atm
25 Atm
1. Reihe
2. Reihe
3. Reihe
4. Reihe
510
490
480
470
460
10
20
30
40
50
60
70
80
90
Dauer in Minuten
Farbenfabriken Bayer Aktiengesellschaft
Leverkusen b. Köln am Rhein

000526

Anzahl der Lastwechsel

Anzahl der Lastwechsel

Anzahl der Lastwechsel

Hochdruckversuche
Lq 558.

24.Februar 1941 Fr/H.

000527

Prüfung von DHD-Katalysatoren.
(Partieprüfungen K 7360 für Pölitz)

Die im Betrieb hergestellten Chargen von K 7360 sind im 800 cc-Ofen auf ihre Aktivität geprüft worden.

Die Versuchsergebnisse sind den Ergebnissen mit der bisher besten Charge von K 7360 (Charge 6) gegenübergestellt worden.

Sämtliche für Pölitz hergestellten Chargen sind erheblich weniger aktiv als die (im Labor hergestellte) Charge 6.

Gute, bzw. normale mittlere Aktivität haben Faß 1-40 und Faß 57-136.

Die Durchschnittsprobe aus Faß 57 - 172 läßt in der Aktivität schon etwas nach.

Faß 137 - 216 und Faß 217 - 256 sind ausgesprochen schlecht.

Da die Versuche bei relativ niedriger Temperatur gefahren sind (515°C Ofentemperatur) und die Vergasung bei den wenig aktiven Katalysatoren dem Aromatengehalt entsprechend niedrig ist, läßt sich durch Temperatursteigerung die geringe Katalysatoraktivität, wenigstens teilweise, kompensieren. Auch ist nach einigen Regenerationen eine Aktivitätssteigerung bei sämtlichen Katalysatoren wahrscheinlich.

Die Schüttgewichte der einzelnen Chargen schwanken stark. Die für Pölitz bestimmten Chargen haben Schüttgewichte zwischen 0,62 und 0,81. Die Charge 6 hat mit 0,90 das höchste Schüttgewicht.

Da sämtliche Chargen mit 6 Gew.% MoO_3 imprägniert

000528

werden, ist die Raumkonzentration an MoO_3 den gleichen Schwankungen unterworfen wie das Schüttgewicht.

Neuere, noch nicht zusammengestellte Versuche zeigen klar, daß Tonerden mit niedrigem Schüttgewicht (unter 0,5) genau so aktive DHD-Katalysatoren liefern können wie solche mit hohem Schüttgewicht, sofern die Raumkonzentration an Mo genügend hoch ist. Sie muß etwa 55 g MoO_3/Ltr betragen.

Die Partien mit schlechter Aktivität (Faß 137-216 und Faß 217 - 256) geben Benzine mit hoher Jodzahl, vermutlich infolge einer zu geringen Aufhydrierung(zu wenig Mo).

Ausführung:

Die Katalysatorprüfungen wurden im 800 cc-Ofen bei folgenden Bedingungen vorgenommen:

Temperatur	515 °C
Durchsatz (l/l/Std)	0,5
1 Gas/1 Öl	600
Druck	15 atm
Dauer	6 Std.

Folgende Öle wurden gefahren:

Schwerbenzin aus estn. Schieferöl	P 1317
Irag-Schwerbenzin	P 1381
5058/6434 Steinkohlenschwerbenzin Scholven	P 1400

Das DHD-Benzin wurde anfangs bei 150° und 200°, später nur noch bei 165° abgeschnitten.

Das Verhältnis Aromaten (im Benzin -150 bzw.165°) :flüssiger Ausbeute (Benzin+ Mi-Öl) sowie das Verhältnis Aromaten im Benzin:Benzinausbeute ist in den Kurvenblättern 1 und 2 dargestellt.

Partie Faß 14.

Mit P 1400 wird bei einer Ausbeute von 82,3 Gew.% an flüssigem Reaktionsprodukt ein 150er Benzin mit 84 Gew.% Aromaten erhalten. Der von 150-200° siedende Schwerbenzinanteil hat 88 Gew.% Aromaten.

000529

Unter gleichen Bedingungen gab Charge 6:
77,2 % Ausbeute mit 55,5 bzw. 100% Aromaten.

Bei P 1381 (Irag-Schwerbenzin) sind die entsprechenden Ergebnisse:

	P.14	Ch.6
Ausbeute	76,1	67,2
Aromaten im Benzin-150°	27	33)
" " " 150-200°	59	93

Besonders auffallend ist der Unterschied im Aromatengehalt des Schwerbenzins.

Partie Faß 1 - 40.

P 1317 gibt bei 81,6 % Ausbeute Benzine mit 53 bzw. 92% Aromaten (Ch.6 gibt 75,3 % Ausbeute mit 66 bzw. 100% Aromaten).

P 1381 gibt 71,9 % Ausbeute und 28 bzw. 73,5% Aromaten. Die Durchschnittsprobe Faß 1-40 ist demnach etwas aktiver als das Einzelfaß 14.

Partie Faß 57 - 136.

P 1317. Die Benzinausbeute wird höher (85,3%), dafür sinkt der Aromatengehalt des Benzins auf 48%, trotz des höheren Siedeendpunkts (165° gegen 150°). Die Charge zeigt gegen die früheren also schon starke Aktivitätsverminderung.

P 1381. Bei höherer Ausbeute an flüssigen Produkten (80,2%) werden auch hier weniger Aromaten gebildet.

Partie Faß 57 - 172.

Ausbeute und Aromaten sind etwa wie bei der vorigen Partie Faß 57 - 136.

Partie Faß 137 - 216.

Diese Partie zeigt gegenüber der vorigen weiteren Aktivitätsverlust. Die Ausbeute an flüssigem Produkt steigt, Aromatengehalt und OZ der Benzine sinken erheblich ab. Die Jodzahlen der Benzine steigen stark an. Diese Charge müßte unter normalen Verhältnissen zurückgewiesen werden.

Partie Faß 217 - 256.

Die Aktivität ist noch schlechter wie die der Partie Faß 137 - 216. Dies kommt besonders deutlich in der OZ des

000530

LdD-Benzins zum Ausdruck. Wie bei der vorigen Partie käme hier unter normalen Verhältnissen eine Abnahme erst recht nicht in Betracht.

Aus Zeitmangel (es ist nur 1 Ofen für die Katalysatorprüfung vorhanden) können mit den einzelnen Katalysatoren jeweils nur einige Versuche gefahren werden, die dann nur ein Bild über die Anfangsaktivität geben.

DHD-Katalysatoren werden aber nach wiederholter Regeneration erfahrungsgemäß aktiver, sodaß anzunehmen ist, daß die geprüften Chargen genügende Aktivität bekommen.

gez. Free.

Tabelle 1

000531

Kat.	P.14				P. 1-40				P.57-136		P.57-172		P.137-216		P.217-256		Oh.6					
Charge																						
Schütt-gew.	0,81				0,80				0,72		0,71		0,76		0,62		0,90					
% Bi.	60,1		40,0		49,8		39,4		57,1	48,7	56,6	50,6	60,1	50,4	61,0	59,3	43,2	51,9	47,5	40,6	53,7	42,0
% Mi.	16,5		23,8		20,5		23,0		28,2	31,5	29,3	30,0	28,5	34,5	27,4	29,5	40,0	16,0	17,2	17,3	21,3	18,3
% Mi.	5,7		12,3		11,3		9,5		0,4	1,1	0,7	1,9	0,2	0,7	0,1	0,2	0,2	0,5	10,6	9,3	2,1	5,5
% O_3O_4	0,3		3,1		0,4		1,2		14,3	18,7	13,4	17,5	11,2	14,4	11,5	11,0	16,6	22,3	1,4	4,7	22,9	34,2
% Gas+ Koks	17,4		20,8		18,0		26,9												23,3	28,1		
Produkt	P1400		P1381		P1317		P1361		P1317	P1381	P1317	P1381	P1317	P1381	P1317		P1381	P1400	P1317		P1381	
Benzin	-150°	150-200°	-150°	150-200°	-150°	150-200°	-150°	150-200°	-165°	-165°	-165°	-165°	-165°	-165°	-165°	-665°	-165°	-150°	-150°	150-200°	-150°	150-200°	-165°	-165°
sp.Gew.	0,776	0,865	0,728	0,816	0,778	0,862	0,718	0,832	0,772	0,732	0,770	0,736	0,776	0,740	0,776	0,772	0,742	0,774	0,878	0,776	0,874	0,724	0,846	0,790	0,750
AP I/II	5,3/55,5	-31,4	37/65,2	11/73,3	4,8/60,5	-2,7/67	35,5/65	-4/73,5	11/61,5	39,5/67	14,5/61,8	34/67,5	19,5/61,5	41,5/67,8	19,5/60,8	19,8/61	43/66,8	-1,2/57	-40	-7,5/62	-43,6	29,5/64,5	-23,8/73,8	-9/62,5	8,5/65,5
%Arom.	48	88	27	59	53	92	28	73,5	48	26	45	32	40	25	39	39	22,5	55,5	100	66	100	33	93	68	54
%Olef.	3,5	8	4	5	3	3,5	3,5	6	5	4	2,5	2	3,5	2,5	2,5	3,5	2,0	2,5	2,5	2,5	2,5	2,5	3	2,5	2,5
% -100°	47,5	-	43	-	30,5	-	56	-	24	34	23,5	34,5	16	30	14	15	22,5	43	-	37	-	54	-	30	44
E	155	200	159	207	156	202	152	204	166	174	166	168	172	167	174	173	168	159	205	154	203	156	202	165	165°
Jod-Zahl	5,2	5,5	-	-	4,4	4,0	4,0	2,3	0,35	8,7	1,1	4,1	6,3	5,75	6,65	6,95	7,2	2,1	1,0	1,4	1,1	2,6	-	1,12	1,35
OZ (M) +0,12Pb	78,5 92	86,5 -	69,5 90	65,8 -	77 91,8	84,5 -	73,3 90	78,5 -	73,5 90,2	65 83,3	75,3 89,7	69,5 84,7	70,7 87	64,5 84	68,7 84,8	73 87	59,7 79,8	81 94	90 -	83 97	91 -	76 -	- -	81,8 94	78,6 94,5
Mi'öl																									
sp.Gew.	0,972		0,900		0,964		0,927		0,894	0,838	0,891	0,854	0,886	0,856	0,886	0,882	0,882	0,982		0,984		0,958		0,936	0,912
AP	-39,6		4,3		fest		-14		-21,5	21	20,6	7	-13	24,2	-16,5	-7,6	36	-50		-49		-37,5		-46	-55
E	350		300		360		350		293	293	264	312	275	294	291	273	300	360		360		350		360	360
Vers.Nr	56		57		98		96		107	106	117	118	129	130	137	139	138	99		100		101		108	109

P 1317

Gew.% Aromaten

000532

xCh.6

F 1-40

F 57-136

F 97-192

F 137-276

F 217-256

80 70 60 Gew.% Aromaten (Bz + Tol)

⊗ Aromaten bis 150°

× " " 165°

P 1381

Gew.% Aromaten

xCh.6

F 57-172

F 137-216

F 97-136

F 217-256

F 1-40

E 14

80 70 60 Gew.% Aromaten (Bz + Tol)

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein

Aromaten / Ausbeute Kurve

P 1317

000533

Gew% Aromaten

80
70
60
50
40
30
20
10

10 20 30 40 50 60 Gew% Bi

Ch.6 ⊗ × Ch.6

F 1-40 ⊗

× ×

×

F 57 – 196
F 57 – 172
F 137 – 216
F 217 – 266

⊗ Bi und Aromaten bis 150°
× " " " " 165°

P 1381

Gew% Aromaten

80
70
60
50
40
30
20
10

× Ch.6

F 1-40
F 19

Ch.6 ⊗

× × ×

F 217 – 256
F 57 – 172
F 57 – 136
F 137 – 216

10 20 30 40 50 Gew% Bi

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Ludwigshafen a. Rhein.

Aromaten / Benzin Blatt 2 / 5

000534

Bag 2075

Item 61.

SO_2 Extraction and

DHD - Process

Hochdruckversuche
Lu 558

3/1075/41.

19.2.41 Do/R.

000535

SO_2-Extraktion und DHD Verfahren.

In der Anlage sind Versuche zur Dehydrierung von Böhlener Schwerbenzin, und den von Dr. Christmann daraus hergestellten SO_2 Extrakt und Raffinat durchgeführt.

Die Versuche ergaben erwartungsgemäss bei dem Extrakt höheren, bei dem Raffinat kleinere Aromatenbildung als beim Gesamt-Schwerbenzin. Das Fahren von dem an Aromaten und Naphthenen angereicherten Extrakt liefert mit hoher Ausbeute Produkte mit hohem Aromatengehalt ähnlich wie Aromatisierungsbenzine. Das Raffinat verhält sich wie ein H_2-reiches Erdölbenzin.

Merkwürdigerweise ist die O.Z. des Restbenzins aus dem Raffinat besser als aus dem Gesamtbenzin, d.h. dass im Raffinat Isoparaffine etwas angereichert sein müssen. Dieser Befund muss noch weiter nachgeprüft werden.

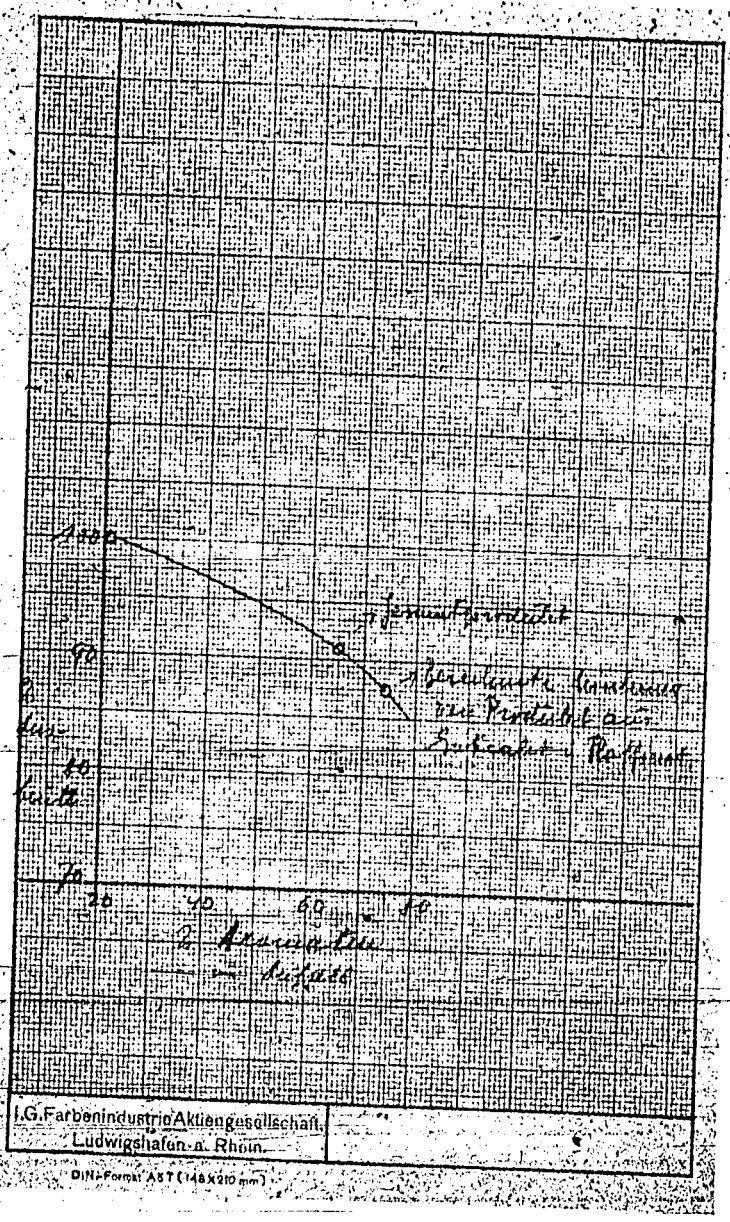
Addiert man die Ausbeute an Produkt und die Aromatenbildung beim Fahren von Extrakt und Raffinat, so erhält man praktisch (vergl.Kurvenblatt) die gleiche Ausbeute-Aromaten-Relation wie beim Fahren des Gesamtschwerbenzins.

gez. Donath

gez. Nonnenmacher

000536

Vom Schwerbenzin	Schwerbenzin Bühlen 100		SO_2-Raffinat 60		SO_2-Extrakt 40	
	Ausgangs-material	DHD Prod.	Ausgangs-material	DHD Prod.	Ausgangs-material	DHD Prod.
Temp. °C		510		510		495
Durchsatz		0,5		0,5		0,5
H_2 Druck atm		25		25		25
Ausbeute Gew. %						
Produkt		90,8		82		96,0
Gas		9,0		17,5		3,9
Koks, geschätzt		ca0,2		ca0,5		ca0,1
Produkt						
Sp.Gew.	0,768	0,800	0,744	0,769	0,842	0,844
Ap.	37,5	-5,1	59	11,5	-16,5	-4,5
Siedebeginn	88	65	86	40	88	78
- 70		-		12,0		
- 100	5,5	27	5,0	39?0	1	5,5
- 150	78,5	85	69,8	84,0	66,2	75
Ep	183/97,5	176/98	184/97	180/97	184/98	199/98
% Paraffine	50,5	2?	68	38,5		
Naphthene	27	?	29	8,5		
Aromaten	21	65	2	52,0	ca 50	ca 85
Ungesättigte	1,5	1	1	1,0		3,5
Restbenzin						
% vom Anfall		35,5		48,3		
Spez.Gew.		0,696		0,683		
Ap		+61,8		63,5		
Siedebeginn		44		34		
- 70°		32		30		
- 100°		74,5		71		
- 150°		96		95		
Ep		156/97		155/97		
% Paraffine		76		80		
Naphthene		21		17,5		
Aromaten		2		1,5		
Ungesättigte		1		1,0		
O.Z. M.M.		60		64		
" M.M.+0,12Pb		85		-		
Extrakt Spez.Gew.		0,875		0,872		
darin % Benzol		8,4		6,7		
Toluol		28,4		27,8		
Xylol		29,6		32,4		
Datum Ofen 303 II		25.1.41		28.1.41		29.1.41


Gesamtprodukt
Berechnete Kurve für Primärprodukt + Sekundärprodukt
Anteil in %
Anteil in %
20
40
60
80
I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein
DIN-Format A5 T (148 X 210 mm)

000538

Bag 2075

Item 62.

Comparison of Contact 7911 (Leung) and 7360 Ch. 6 (Lu).

Hydrierversuche
La 358

22.1.1941. Ho/Pf.

000539

Vergleich der Dehydrierungskontakte 7911 (Leuna) und 7360 Oh. 6 (Lu) bei 10 und 25 atm und gestaffelter Temperatur (Teil 2).

Zusammenfassung.

Bei der vergleichenden Prüfung des aktivierten Dehydrierungskontaktes von Leuna (7911) und des aktivierten Dehydrierungskontaktes (Lu) (7360 Oh. 6) mit gestaffelter Temperatur unter sonst gleichen Bedingungen [1] wie in der ersten bei homogener Temperatur durchgeführten Versuchsreihe (Bericht 1 vom 7.12.40) zeigen beide Kontakte die gleiche Aktivität [2] und die gleiche Aromaten-Ausbeute Relation.

Die abfallende Temperaturstaffelung im Ofen machte sich bei beiden Kontakten in gleicher Weise durch eine Abnahme der Ausbeute bemerkbar. Diese Abnahme betrug bei 26-37°C Temperaturabfall 1-2%, bei 40-50°C dagegen 4-5 %. Die im 100-Ltr.-Ofen und in Kammer 504 mit technischem Kontakt (bei starkem Temperaturabfall) erhaltenen Ausbeuten sind um etwa 3 % schlechter als in den 1-Ltr.-Ofen mit Spitzenkontakt (7360 Oh. 6 oder 7911) bei starkem Temperaturabfall erhaltenen.

---

1) Einspritzprodukt Vorhydrierungsbenzin Leuna >90°.

2) Gegenüber den Versuchen der Versuchsreihe mit konstanter Temperatur hat die Aktivität des 7911 etwas zu und die des 7360 Oh. 6 etwas abgenommen (Betriebsdauer beim 7911: 12 Regenerationen; beim 7360 Oh. 6: 40 Regenerationen).

000540

Versuchsverlauf.

Die vergleichende Prüfung der Dehydrierkontakte 7911 (Leuna) und 7560 Ch. 6 (Ln) wurde mit gestaffelter Temperatur im Ofen unter sonst gleichen Bedingungen wie bei den früheren Versuchen (Bericht vom 7.12.40) fortgesetzt:

Ausgangsmaterial:	Vorhydrierungsbenzin Leuna P 1424 90-175° = 85 % vom Gesamtbenzin
Ofenvolumen:	ca. 1000 ccm
Gesamtdruck:	10 und 25 atm
Mittlere Ofentemperatur:	480°, 490°, 500°, 508°C
Temperaturstaffelung:	a) Temperatur abfallend um 26-37°C
	b) " " " 40-50°C
	c) " ansteigend " 30-35°C
Durchsatz:	0,5 kg/Ltr.xStd.
cbm Gas/kg Einspritzung:	0,6
Zyklusdauer:	8 Stunden.

Die gesamten Versuchsergebnisse sind in Anlage 1 enthalten. Die wichtigsten Werte sind in den Kurvenblättern 1-5 in Abhängigkeit von der mittleren Temperatur im Ofen bezw. vom Aromatengehalt des Anfallproduktes aufgetragen.

000541

1) Vergleich der Aktivität der beiden Kontakte.

In der im Bericht 1 beschriebenen Fahrperiode vom 19.11. - 24.11. (homogene Temperatur) war der Kontakt 7360 Ch. 6 (Lu) aktiver als der Kontakt 7911 (Leuna): Die Differenz zwischen den zur Erzielung einer bestimmten Produktqualität (Aromatengehalt) Anteile - 100°) benötigten Ofentemperaturen betrug 18°C. In der in diesem Bericht beschriebenen daran anschließenden Fahrperiode vom 25.11. bis 2.12.1940 (gestaffelte Temperatur) besitzen beide Kontakte die gleiche Aktivität: Der Kontakt 7360 Ch. 6 ist gegenüber der ersten Fahrperiode etwas inaktiver, der Kontakt 7911 etwas aktiver geworden. Dies zeigt ein Vergleich des unter vergleichbaren Bedingungen (gleiche Temperaturstaffelung, gleicher Druck) erhaltenen Werte im Kurvenblatt 1. Bei einer im Ofen ansteigenden Temperaturstaffelung benötigen beide Kontakte zur Erreichung eines Aromatengehaltes von 58 % im Anfallprodukt etwa 480-485°C. Bei abfallend gestaffelter Temperatur bedarf der Kontakt 7360 Ch. 6 zur Erreichung eines bestimmten Aromatengehaltes bei 10 atm einen etwas höheren, bei 25 atm einen etwas niedrigeren Temperatur als der Kontakt 7911.

2) Aromaten-Ausbeute-Relation; Einfluß der Temperaturstaffelung.

a) 10 atm.

Vergleicht man jeweils die bei gleicher Temperaturstaffelung mit 7360 Ch. 6 und 7911 erhaltenen Werte des Kurvenblattes 2 untereinander, so ergibt sich, daß sich beide Kontakte hinsichtlich der Ausbeute-Aromaten-Relation (entsprechend der nur wenig verschiedenen Aktivität) praktisch nicht unterscheiden. Ein Einfluß der Temperaturstaffelung ist deutlich zu erkennen: Bei 26-37°C Temperatur-

000542

abfall erhält man bei gleicher Produktqualität eine um etwa 1-2 % schlechtere Ausbeute als bei homogener Temperatur. Bei 40-50°C Abfall beträgt die Ausbeutedifferenz sogar 4-5 %.

b) 25 atm.

Bei 25 atm ergibt sich im wesentlichen das gleiche Bild wie bei 10 atm; jedoch streuen die Einzelwerte stärker (Kurvenblatt 3).

3) Einfluß der Kontaktaktivität auf die Ausbeute.

Bei den mit homogener (Bericht 1) und mit gestaffelter Temperatur (Bericht 2) durchgeführten Versuchen ist die Aktivität des 7360 Ch. 6 und des 7911 in den einzelnen Versuchsläufen nicht immer die gleiche 1). Um den Einfluß der Schwankungen der Kontaktaktivität auf die Ausbeute festzustellen, wurden die (mittlere) Temperatur und die Ausbeute eines jeden Versuches nach den Kurven der Kurvenblätter 1 und 2 auf ein Anfallprodukt mit 62,5 % Aromaten extrapoliert und die auf diese Weise gefundenen Werte in Kurvenblatt 4 eingezeichnet.

Bei homogener Temperatur im Ofen hängt danach beim Fahren auf einen bestimmten Aromatengehalt die Ausbeute des Anfalls eindeutig von der jeweils benötigten Ofentemperatur ab. Sämtliche Werte lassen sich durch eine glatte Kurve (4a) miteinander verbinden. Je niedriger die benötigte Ofentemperatur (d.h. je aktiver der Kontakt) ist, um so größer ist die Ausbeute 2).

1) Worauf diese Schwankungen der Kontaktaktivität beruhen, konnte bisher noch nicht eindeutig entschieden werden.

2) Diese Beziehung zwischen Kontaktaktivität und Ausbeute bei vorgegebener Produktqualität gilt wahrscheinlich ganz allgemein für die Dehydrierung. (Vgl. Ber. Dr.No. v. 13.8.40 Dehydr. in den 100 dcm-Öfen 408.)

000543

Bei Verwendung einer (im Ofen abfallenden) Temperaturstaffelung von 26-3°C besteht die gleiche Beziehung zwischen der mittleren Ofentemperatur und der Ausbeute. Bei stärkerer Temperaturstaffelung (40-50°) dagegen ist die Ausbeute nahezu unabhängig von der benötigten mittleren Ofentemperatur 86 %, ein Wert, der nach Kurve 4a bei homogener Temperatur ein Dehydrierungskontakt liefert, bei dem ein Anfallprodukt mit 62,5 % Aromaten erst bei 520°C erreicht wird.

4) Druckeinfluß bei beiden Kontakten.

Eine Druckänderung wirkt sich bei beiden Kontakten bei gestaffelter Temperatur in ähnlicher Weise wie bei homogener Temperatur aus: Bei gleichem Aromatengehalt des Anfallproduktes praktisch gleiche Ausbeute bei 10 und 25 atm, solange sich die Temperaturstaffelung in mäßigen Grenzen hält (ca. 35°C); bei stärker Temperaturstaffelung (40-50°C) scheint die Ausbeute bei 25 atm etwa kleiner als bei 10 atm zu sein. (Kurvenblatt 2 und 3). Wie bei homogener Temperatur ist auch bei gestaffelter Temperatur bei beiden Kontakten die Spaltung bei 25 atm größer als bei 10 atm. Die Aromaten - %-100 - Relation ist bei beiden Drucken etwa die gleiche wie in Bericht 1 (Kurvenblatt 5).

000544

5) Vergleich der Ergebnisse der 1 Ltr.-Öfen mit den Ergebnissen des 100-Ltr.-Ofens 705 und der Kammer 504.

In Kurvenblatt 6 sind in Abhängigkeit vom Aromatengehalt des Anfalls die Ausbeuten an C_4-freiem Produkt aufgetragen, die im Mittel in den 1-Ltr.-Öfen mit 7360 Oh. 6 oder 7911 bei homogener, mäßig abfallender (26-37°C) und stark abfallender Temperatur (40-50°C) und im 100-Ltr.-Ofen und in Ka 504 mit technischem Kontakt (bei stark abfallender Temperatur) erhalten werden. Danach sind die im 100-Ltr.-Ofen und in Ka 504 mit technischem Kontakt erhaltenen Ausbeuten um ca. 7-8 % bezw. 3 % schlechter als die in den 1 Ltr.-Öfen bei homogener bezw. stark abfallender Temperatur in den 1-Ltr.-Öfen mit Spitzenkontakt erhaltenen.

gez. Nonnenmacher
" Donath

Gemeinsam mit:
Dr. Oettinger
" v. Füner
" Reitz
" Furst.

1 Anlage.

Ausgangsmaterial: 5058 Vorhydrierungsbenzin Leuna >90°
Spez. Gew. 0,770 A.P. 43 S.B. 102 E.P. 174 Zusammensetzung: Paraffine 43, Naphthene 43, Aromaten 11,5, Ungesättigte 2,5

000545

Kontakt: gr MoO₃/Li	7911 Leuna ca. 110 g/Li								7360 Ch. 6 Lu. ca. 50 g/Li						
Temperatur (Mittel) °C	490	508	501	503	484	492	508	505	490	506	503	480	492	508	503
Temperatur MV: E_2 E_3	26,6/26	27,9/27	27,9/26,5	28,5/26,6	24,6/25,1	27/26	27,9/27	28,5/26,6	26,9/26	28/27	28,5/26,6	24,4/25	26,8/26	27,9/27	28/26,6
E_4 E_5	25,5/25	26,5/26	26/25,5	26/25,5	25,6/26,6	25,5/25	26,5/26,1	26,1/25,8	25,4/25	26,4/25,8	26/25,5	25,3/26,2	25,5/25,1	26,5/26,1	26/25,5
H_2-Druck atm	10	10	10	10	10	25	25	25	10	10	10	10	25	25	25
Durchsatz kg/Ltr.xStd.	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Zyklusdauer	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8
Zahl der Regenerationen	10	11	12	13	14	15	16	17	37	38	39	40	41	42	43
Ausbeute:															
% Produkt	93,2	88,7	85,2	86,8	93,3	87,9	88,2	83,3	93,4	89,6	88,4	95,4	93,2	84,0	89,5
% Gas C_1 - C_4	6,3	10,6	14,1	12,6	6,2	11,8	11,4	16,3	6,2	9,9	11,1	4,1	6,6	15,4 ?	9,9
% Koks 1)	(0,5)	(0,7)	(0,7)	(0,6)	(0,5)	(0,3)	(0,4)	(0,4)	(0,4)	(0,5)	(0,5)	(0,5)	(0,2)	(0,6)	(0,6)
Rohbilanz % Gesamtanfall/Einspritzung	103	98	92	92	94	90	89	93	92	95	90	95	92	96	97
Anfall															
Spez. Gewicht	0,802	0,801	0,802	0,798	0,799	0,790	0,794	0,790	0,798	0,801	0,800	0,801	0,795	0,802	0,797
Anilinpunkt I	-2,0	-7,3	-8,5	-5,0	-0,5	-4,0	-6,6	-7,5	0,2	-4,0	-4,7	-0,8	-1,8	-10,4	-9,5
" II	60,5	59	59,5	58,7	60,2	62,2	62,8	62	59,5	58,5	58,5	60	62	63,6	62,5
% Aromaten	59,5	63	65	60,5	58	63	66	66	56	59,5	60,0	58	61	70	68
Anilinpunkt - 150	7,0	3,5	-0,5	2,3	8,0	3,5	-3,8	-4,5	11,0	7	5,0	-10	8,5	-6,0	0,5
" > 150	-22,0	-24,0	-29,0	-26	-18,8	-32	-27,2	-40	27,1	-24	-30,0	-23	-31,4	-44,8	-41,0
Jodzahl	4,7	2,6	5,95	5,55	11,5	1,75	2,9	6,0	6,2	6,4	7,95	9,1	0,55	2,2	1,8
Siedebeginn	60	50	55	48	67	46	46	38	65	59	54	78	46	49	44
% - 100	8,8	12,2	13,5	14,0?	7,5	19,0	21,0	24,0	9,0	10	13	5	14,0	19,8	18,5
% - 150	75	75,0	76,8	76,0	75	80,0	81,5	79,0	74,0	73,5	74	72,5	77,0	78,8	77,0
% - 180	94,2	93,0	92,2	92,0	95	94,5	93,5	91,0	94,0	92	92	92,5	94,0	92,2	92,0
Endpunkt	212/97,5	222/97	218/96,5	205/96,5	202/98,5	206/97	201/96,8	204/95,0	216/98	206/97,5	218/97	200/97	209/87	229/96,8	208/97
Ofen	308 II	308 II	308 II	308 II	308 II	308 II	308 II	308 II	308 I	308 I	308 I	308 I	308 I	308 I	308 I
Datum	25.11. 9-17h	26.11. 9-17h	27.11. 9-17h	28.11. 10-18h	29.11. 9-17h	30.11. 11-19h	1.12. 9-17h	2.12. 9-17h	26.11. 9-17h	27.11. 10-18h	28.11. 10-18h	29.11. 10-18h	30.11. 11-19h	1.12. 9-17h	2.12. 9-17h

1) Die Kokswerte wurden nach den Ergebnissen des 100-Ltr.-Ofens geschätzt.

Anwendungsblatt A

Vergleich der Alterungseigenschaften 7911 (Lanxess) und 7360 (Lieferung) bei 10- und 25stündiger Temperatur von Öfen

Alterungsmedium: Rl+24290 (Lanxess-Alterungsöl)

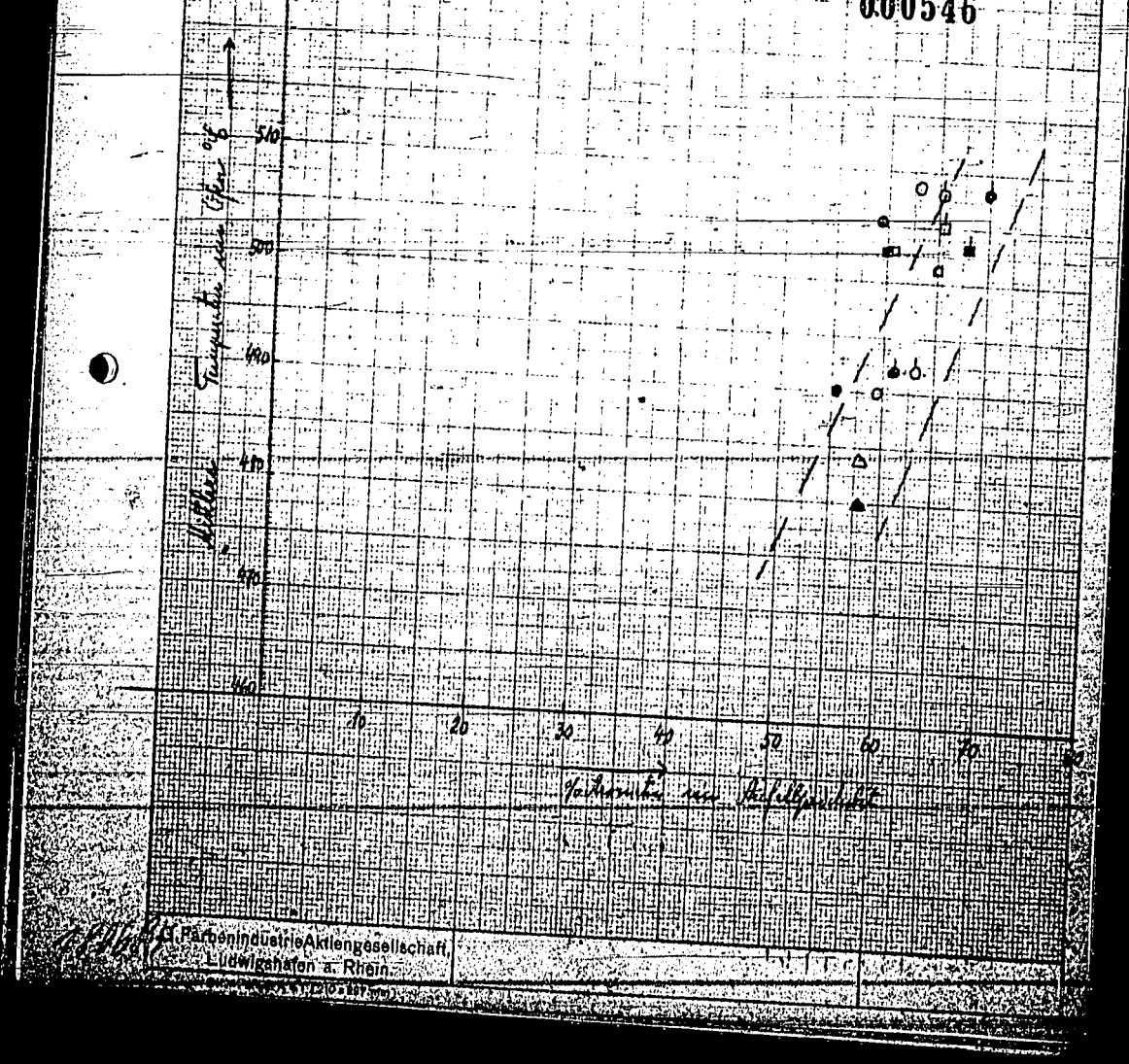
(8-Stunden-Zyklen)

Zu Lieferung:	Kautschuk:	7911 Lanxess		7360 (Lieferung)	
	Dauer:	10	25 Std.	10	25 Std.
	Temperatur abfallend von 44-37 °C	○	□	●	■
	entsprechend von 40-30 °C	□	□	■	■
	entsprechend von 30-37 °C	△		▲	

Bemerk.: Temperatur-Reihen der konstanten Temperatur wurde Bemerkt

- in diesem Kautschuk Lanxess: — — — —
- in diesem Kautschuk Lie: — — — —

000546



I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein

000547

Vertraulich

Vergleich der Schwefelkontakte 7911 (Leuna) und 7360 Ba 6 (Lu) bei 100 atm und gestaffelter Temperatur im Ofen

Ausgangsmaterial: P 1424 90° (Leuna-Vorhydrierung)

(8-Stunden-Zyklen)

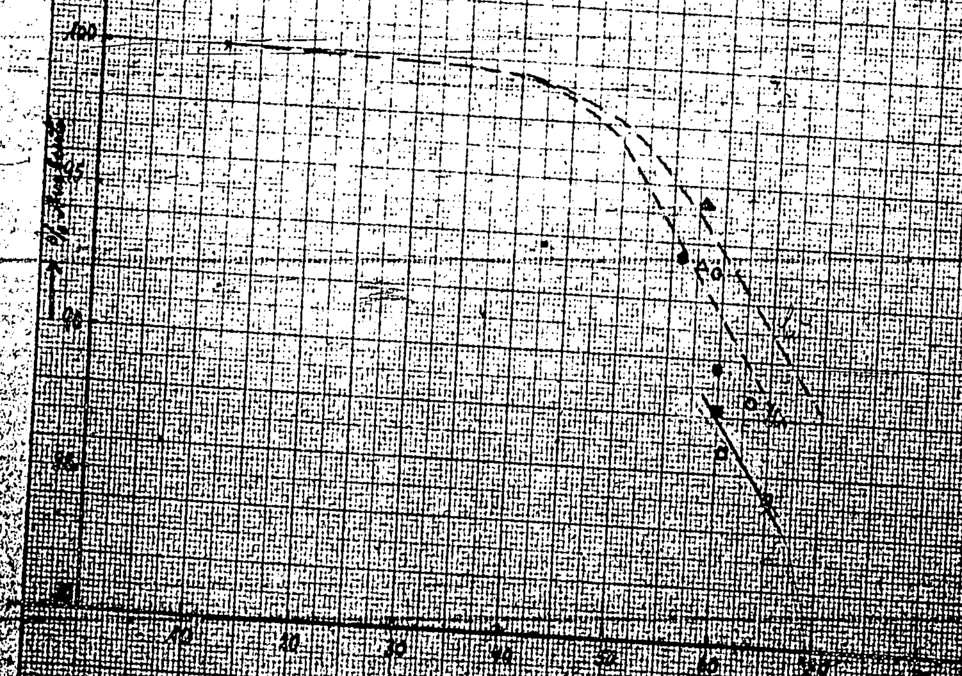
Zeichen:

Kontakt:		7911 Leuna	7360 Ba Lu
Temperatur abfallend um	26-37°C	○	●
" " um	40-50°C	□	■
" ansteigend um	30-33°C	△	▲

Aromaten-Ausbeute-Relation bei konstanter Temperatur nach Bericht 1

1. beim Kontakt Leuna: — — —

4. beim Kontakt Lu: ——



I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Ludwigshafen a. Rhein

000548 Lu 11 863

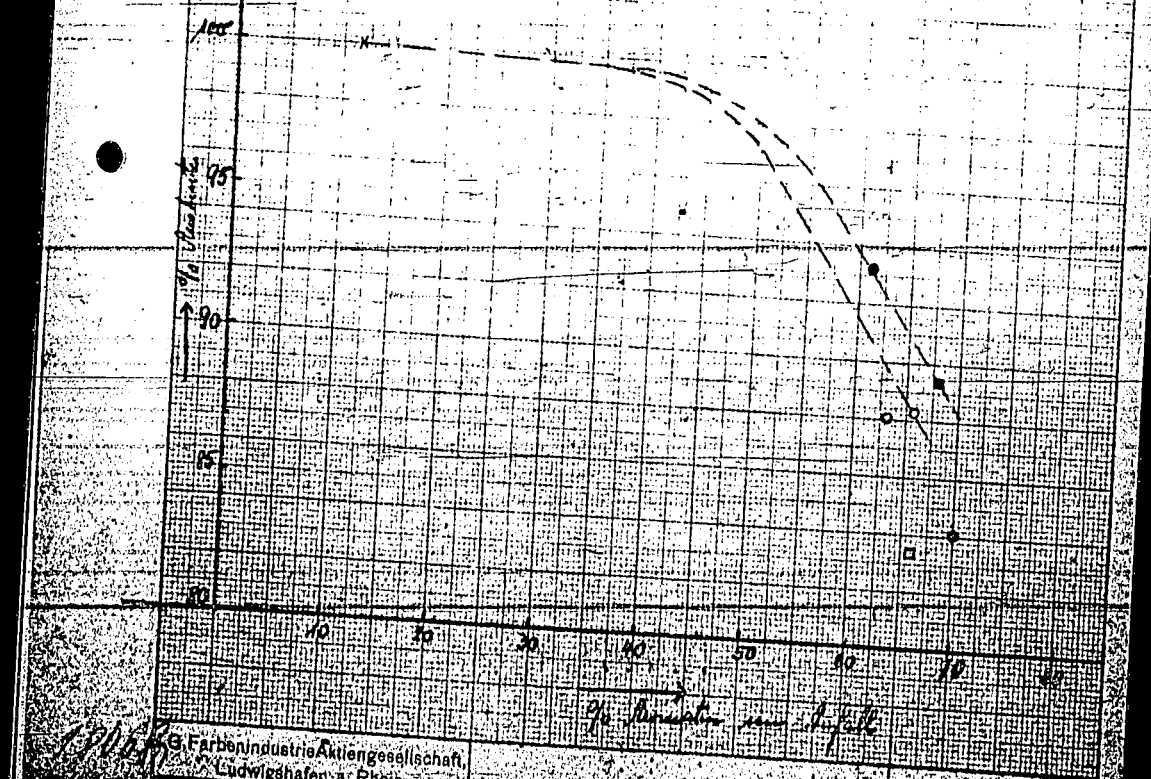
Vergleich der Polymerisatkontakte 79.11 (Leuna) und 7360 Rö (Lu)
bei 25 atm und gestaffelter Temperatur im Ofen
Ausgangsmaterial: P 1424 790° (Leuna-Vorhydrierung)
(8-Stunden-Zyklen)

Zeichen:

Kontakt: 79.11 Leuna 7360 Rö Leuna

Temperatur abfallend von 26-37° C ○ ●
" von 40-50° C □ ■

Anmerkung: Ausbeute-Relation bei konstanter Temperatur wurde Rö-Kt 1
1) beim Kontakt Leuna — — — — — —
2) beim Kontakt Lu — — — — — —



I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein

000549

Kennblatt

Temperatur-Feuchtigkeits-Messung auf dem Luftfahrzeug LZ 130 Zeit 12.38 Uhr

a) die trockene Temperatur (Aug.)

b) die gesättigte Temperatur

Kurven: Kennblatt 7911 Luftfahrzeug 4360 LZ 130

	Druck	10	25 ata	10	45 ata
Temperatur	Messpunkte	▽	▽	▼	▼
" abfallend	von 12–37° C	○	○	●	●
"	" 40–50° C	□	□	■	■
" ansteigend	" 30–37° C	△		▲	

Zu b) ist die Kurve von a) gestrichelt eingezeichnet.

b)

a)

Schutzrecht Maschinenbau-Gesellschaft Carl Schütte A. Rhein

000550 Kennblatt 5

Abgleich der Vorhydrierungskontakte 7911 (Leuna) gegen 7960 (Lü) bei 10 und 25 atm durch gradweise Temperatur am Ofen.

Ausgangsmaterial: P.14 24 >90° (Leuna-Vorhydrierung)

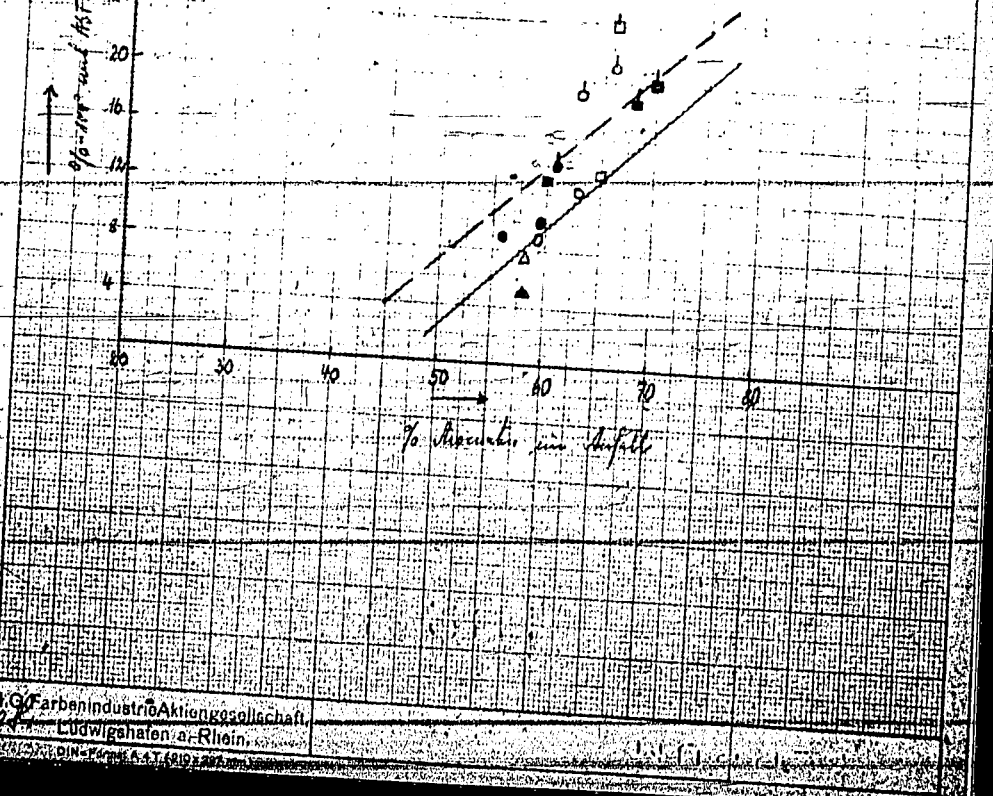
(8-Stunden-Zyklen)

Zeichen:

Kontakt:		7911 Leuna		7960 Lü 6 fach	
Druck:		10	25 atm	10	25 atm
Temperatur:	ölfrisch Norm 24-27° C	○	◇	●	◆
	Norm 40-50° C	□	◻	■	◆
	ausgebrannt Norm 30-32° C	△		▲	

Bemerkung: 0/0-190° = Reaktion bei sinkender Temperatur nach Bericht 1:

1) bei Kontakt Lü und Leuna bei 10 atm
2) " " " bei 25 atm



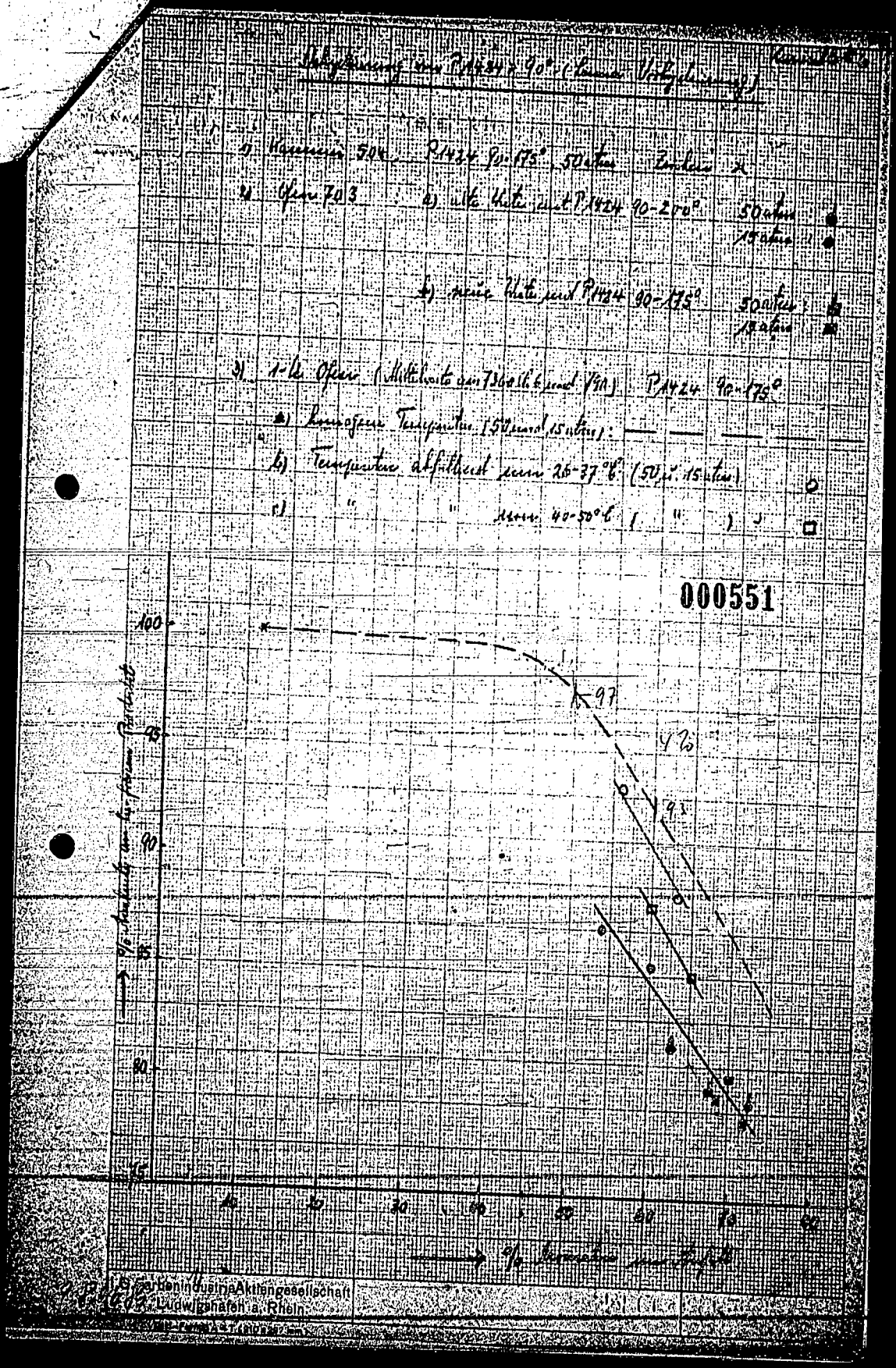
I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein
DIN-Format A 4 T (210 x 297 mm)

Hochspannung von P/1424 = 90° (Leerlauf Verbrauch)

1) 1 Kammer 504 P/1424 90-175° 50 atm Zu-Luft
4 Öfen 703 b) alte Hitze aus P/1424 90-270° 50 atm / 15 atm
c) neue Hitze aus P/1424 90-175° 50 atm / 15 atm

3) 1-2 Öfen (Mittelwerte aus 7300 l/h Luft) P/1424 90-175°
a) Innenofen Temperatur (50 mm/ 15 atm):
b) Temperatur abfallend von 26-37 °C (50 / 15 atm)
c) " " von 40-50 °C (" ")

000551



Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein