

Mischteer aus Versuchen mit Nattavaara-Torf-Briketts.Pass LW 361 - P 1402.

Der Teer hat äußerst unangenehmen Geruch und zersetzt sich beim Destillieren. Die Untersuchung des Teers hat folgendes ergeben:

Elementaranalyse: % C 78,24
 % H 10,26
 % O 8,02
 % N 3,36
 % S 0,12
 H disp./100 C = 10,89

Spezifisches Gewicht 0,948/50°C

% s-Asphalt 5,2

% Paraffin (n.Holde) 4,9

Viskosität bei 50°C 3,2°E

Stockpunkt °C +32

Siedekurve: 186-200°C 1,6 %
 -225°C 9,7 %
 -300°C 41,8 %
 -325°C 50,6 %

Mit Kolonne zerlegt in 49,6 % Mittelöl bis 325°C
 50,4 % Rückstand über 325°C.

Bei der technischen Destillation in der Blase wurden etwa die gleichen Mengen Mittelöl und Rückstand erhalten wie im Labor. Das Mittelöl war stark wasserhaltig und musste für die Weiterverarbeitung im Hochdruck auf wasserfreies Produkt redestilliert werden. Es trennt sich bei Zimmertemperatur in zwei Schichten mit folgenden

Eigenschaften:

obere Schicht : spez. Gew. 0,888 A.P. + 51,5

untere Schicht : " " 0,973 " " + 33,3.

Durch Erwärmen ist diese Schichttrennung leicht zu vermeiden.

Tabelle I.Eigenschaften des M'Öls bis 325°C.

Spez. Gewicht / 20°	0,952
Phenole %	23,7
Siedekurve Beginn °C	186
% - 200°	6,5
% - 225°	26,5
% - 250°	44
% - 275	63
% - 300	84,5
% - 325	97
Siedepunkt °C	327
M'Öl entphenoliert A.P. °C/spez.Gew.	34,4 / 0,878
dto. Fraktion 180 - 210°	+ 2 / 0,855
210 - 230°	10 / 0,862
240 - 270°	27 / 0,879
280 - 310°	42 / 0,880
Ungesättigte %	ca. 28

Der Rückstand über 32500 von der Labordestillation hatte eine spezifisches Gewicht von 0,971/5000 und begann bei der Vakuumdestillation (15 mm Hg) bei 31200 stark zu kracken, nachdem 69 % des Rückstands über 32500 als Vakuumdestillat erhalten waren.

Das Vakuumdestillat über 32500 von Blasendestillation war eine braune pastenartige Substanz von folgenden Eigenschaften:

Spezifisches Gewicht	0,910 / 15000
Benzolunlösliches	0,05 %
Asche	0,02 %
S-Asphalt	2,0 %
Vakuumdestillation	
15 mm Hg	
238-27500	1,4 %
-30000	2,4 %
-32500	7,7 %
(-35000)	(19,8 %).

Der Vakuarrückstand der Blasendestillation hatte einen Schmelzpunkt über 25000 und enthielt

- 65,5 % Festes (Benzol-Alkohol 1 : 1 unlöslich)
- 34,5 % Öl (Benzol-Alkohol 1 : 1 löslich)
- 38,8 % S-Asphalt (in Benzol-Alkohol-Löslichen)
- 11,8 % Asche.

Xylol-Extraktion ergab:

- 45,2 % Xylol-Lösliches
- 54,8 % " -Unlösliches.

Bei der Hochvakuumdestillation des Xylol-Löslichen trat stark Zersetzung ein. Es destillierte nur wenig Öl über.

Bei der Schwelanalyse des Vakuumrückstandes im 200 g-Schwelapparat bei einer Stunde anheizzeit und 30 Minuten Erhitzungsdauer bei 570°C und 150 g Einwage wurde erhalten:

Teer	18,3 %
Koks	70,4 %
Zersetzungswasser	6,4 %
Gas + Verlust	4,9 %
	100,0 %.

Bei der Verschwelung wurde starke NH_3 -Entwicklung beobachtet.

Der Glühverlust betrug beim Vakuumrückstand 87,04 %. Die

Aschenanalyse (Probe 965a) ergab:

SiO_2	1,51
Fe_2O_3	8,82
Al_2O_3	0,49
CaO	0,27
MgO	0,15
Na_2O	0,21
Sulfid S	0,03
Gesamt S	0,27.

Es ist anzunehmen, daß der größte Teil der hauptsächlich aus Eisen bestehenden Asche, erst nach der Torf-Brikettverschwelung, durch Korrosion von Eisenbehältern in den Teer gelangt ist.

Der Vakuumrückstand der technischen Destillation war eine festbrüchliche Substanz, die ungleichmäßig von hellrotbraunem feinpulverigen Eisenoxyd durchsetzt war, das offenbar durch thermische Zersetzung von Eisenphenolat entstanden war.

Von dem Teer P 1402 stand ein 200 kg-Faß zur Verfügung. Da die Menge für einen Sumpfphaseversuch nicht ausreichte, wurde er wie folgt

verbraucht:

1.) Zur Klärung des Verhaltens des Torfteeres in der Sumpfphase wurden einige orientierende Drehbombenversuche ausgeführt. Darüber wird gesondert berichtet.

2.) Aus 100 kg des Teeres wurde 49,5 kg Mittelöl bis 325°C herausdestilliert und dieses (nach Entfernung von 2 kg Wasser (2 % des Originalteeres, 4 % vom Destillat) durch Redestillation) über 5058 vorhydriert und über 6434 auf 1-Benzin verarbeitet.

3.) Aus ca. 50 kg des Teeres wurden durch Vakuum-Wasserdampfdestillation 87 % = 46 kg wasserhaltiges Vakuumdestillat einschließlich Mittelöl erhalten und dieses (nach Entfernung von 8 kg Wasser durch Destillation) über 5058 unter T.P.H.-Bedingungen hydriert und das Produkt bis 350°C über 6434 auf Autobenzin verarbeitet.

Zu 1.) Versuche mit dem Gesamtteer im Drehtoklaven bei ca. 350 at.

Mit Grube-Eisen und Grube-Molybdänkontakt wurden 3 Versuche durchgeführt, die folgendes ergaben:

Der Asphalt im Nattavaara-Torfteer läßt sich schon bei 408°C fast vollständig abbauen, ohne daß dabei eine nennenswerte Aufspaltung zu Benzin und Mittelöl eintritt. Bei höherer Temperatur (425°C) wird etwas Benzin neugebildet, der Asphaltabbau steigt nicht mehr höher. Erst bei 460°C findet eine stärkere Aufspaltung zu Benzin und Mittelöl statt; der Asphaltabbau ist auch bei dieser Temperatur der gleiche. Es ist anzunehmen, daß der Torfteer nach Aufhydrierung in der Sumpfphase direkt über festangeordneten Kontakt weiterverarbeitet werden kann.

Versuche mit Nattavaara-Torfteer im Drehbomben.

Nattavaara-Torfteer wurde mit je 1 % Grudekontakt bei verschiedenen Temperaturen bei ca. 350 atm Druck hydriert. Dabei wurden die in der Tabelle zusammengestellten Daten erhalten:

Vers. Nr.	Einfüllprod. P 1402 original	I/846	I / 848	I / 859
Kontakt	--	1% 5935 (80 Grude +20 MoO ₃)	1% 6612 Ch.12 (Grude +10FeSO ₄)	1% 6612 Ch.12 (Grude +10FeSO ₄)
Temperatur °C	--	408	425	460
Spez. Gew.	0,948/500	0,886/500	0,882/500	0,900/200
% - 1800	0	1,5	6,5	13,9
% - 3250	49,6	49,9	57,2	68,2
% - 3500	--	60,2	66,1	75,5
% Asphalt	5,2	0,4	0,5	0,5
Asphalt-Abbau	--	93	91,5	92
<u>Vergasung:</u>				
a/Binspritzung	--	4,1	5,1	6,7

Zu 2.) Verarbeitung des Torfteermittelöles bis 325°C
über 5058/6434 auf L-Bensin.

Aus dem Original-Teer P 1402 wurde das Mittelöl -325°C durch Destillation herausgeschnitten (47,5 % wasserfrei). Das Mittelöl ¹⁾ hatte folgende Eigenschaften:

Spez. Gewicht / 20°C	0,884
Anilinpunkt (entphenoliert)	51,5
Phenol-Gehalt	8,0
Siedegrenzen	187 - 327°C

Näheres siehe Tab. I -Spalte 2-.

Dieses Mittelöl wurde bei 200 atm mit Durchsatz 0,8 und 3 cbm Gas/kg Öl im 250 ccm-Ofen über 5058 gefahren. Die Temperatur lag anfänglich bei 347-382°C gestaffelt. Im Verlaufe des Versuches (300 Betriebsstunden) wurde mehrmals die Temperatur geändert (maximal 408°C), ebenso der Durchsatz (0,5 bis 0,8). Fernerhin wurde dem Einspritzprodukt in wechselnden Mengen CS₂ zugesetzt (1,5 - 3,0 %) und ein Teil des Gesamtanfalls in den Ofen zurückgeführt, um das zu Beginn der Versuche ungenügend verhydrierte Produkt ebenfalls genügend zu raffinieren (Frischöl zu Rückführung 2 : 1 bis 1 : 1). Das Produkt kann bei Durchsatz 0,6 auch ohne Rückführung einwandfrei verarbeitet werden. Der mit ca. 3 % Vergasung erhaltene Gesamtanfall hatte folgende Eigenschaften:

Spezifisches Gewicht / 20°C	0,776
Anilinpunkt	+ 61
Siedebeginn °C	67
% -100°C	10
% -140°C	34
% -160°C	44
% -180°C	52
% -200°C	60,5
% -225°C	76
% -275°C	88
Siedepunkt °C / %	318/98,5
Phenolgehalt %	ca. 0,5.

1.) Obere Schicht. siehe Seite 2 unten und Seite 3 oben.

Der Anfall wurde in 30 % Bensen -140°C und 70 % Mittelöl über 140°C getrennt und das Mittelöl mit Schwefelsäure und Natronlauge gewaschen. Das gewaschene Mittelöl hatte folgende Eigenschaften:

Spezifisches Gewicht / 20°C	0,796
Anilinpunkt °C	67,3
Phenole %	0,03
Siedegrenzen °C	136-315
Ungesättigte %	1,0

1)

Das gewaschene Mittelöl wurde bei 200 atm und 396°C mit Durchsatz 2,0 und 2,5 cbm Gas/kg Öl unter Zusatz von 0,75 % CS₂ über 6434 gefahren. Die über 130°C siedenden Anteile des 6434-Abstreifers wurden zurückgeführt (Frischöl : Rückführung = 1 : 1).

Mit Leistung 0,74 und ca. 18 % Vergasung fiel ein Bensen mit Endpunkt 135°C an. Dieses wurde mit den entsprechenden Anteilen des 140°C-Bensens aus der Vorhydrierungsstufe gemischt. Die Mischung wurde versehentlich nicht im richtigen Verhältnis 2 Teile 6434-Bensen : 1 Teil 5038-Bensen, sondern umgekehrt 1 : 2 hergestellt. Die Klopfwerte dieses Bensens sind aber vermutlich nicht viel anders, als die des Bensens mit dem richtigen Mischungsverhältnis. Die übrigen Eigenschaften der richtigen Mischung sind berechnet worden. Sie sind im folgenden in Klammern angeführt:

1) Cetanzahl, geschätzt von Dr. Dehn für ein über 200°C abgeschnittenes M'öl = ca. 60 (Cetan 30).

Eigenschaften des 5058/6434 L-Benzins 2 : 1 und (1 : 2).

Spezifisches Gewicht/20°C	0,730	(0,720)
Anilinpunkt I/II	47/55	(52/57)
Teste 1)	gut	(gut)
Dampfdruck Reid 38°C	0,46	(0,5)
Siedebeginn °C	60	(53)
% - 700	5,5	(11,0)
% - 800	23,5	
% - 900	46,0	
% - 1000	66,0	(66,0)
% - 1100	81,0	
% - 1200	92,0	
% - 1300	96,5	(96,0)
Siedeendpunkt	137/99	(137/99)
% Paraffine	45	(55)
% Naphthene	46	(38)
% Aromaten	8	(6)
% Ungesättigte	1	(1)
Oktanahlen		
Res. Meth.	67,0	
Mot. " (O.F.R.)	70,4	
" " (I.G.)	68,0	
Mot.-M. + 0,09 Blei	86,5	
" " + 0,27 Blei	93,0	

Die Benzinierung verlief, soweit sich bei der Versuchsdauer von 150 Betriebsstunden sagen läßt, ohne Abklingen der Kontakt-Aktivität.

- 1) Dektor negativ
H₂SO₄-Test besser als 2
Kupferstreifen-Test bei 100°C gut.

Zu 3. Verarbeitung von Torf-Teermittelöl + Torf-
Teer-Schweröl-Vakuum-Destillat gemeinsam über
TTH-5058/6434 auf Autobenzin.

Aus 50 kg Teer wurden durch Vakuum-Wasserdampfdestillation
38 kg Produkt (wasserfrei) herausgeschnitten. Das Produkt hatte
folgende Eigenschaften:

Spezifisches Gewicht / 50°C	0,892
Phenolgehalt %	8,65
Siedebeginn °C	198
% -225°	5,7
% -250°	13,7
% -275°	22,6
% -300°	33,1
% -325°	46,2
% -350°	62,3
über 350°	37,7

Elementar-Analyse No. 1433

% C	83,02
% H	11,49
% O	3,89
% N	1,49
% S	0,11
H ₂ disp. / 100 g	12,86.

Das Produkt wurde bei 200 atm und von 365-400°C gestaffelter
Temperatur mit Durchsatz 0,5 3,0 cbm Gas/kg Produkt und unter
Zusatz von 3 % Schwefelkohlenstoff über 5058 gefahren. Es wurden
zwei Versuche durchgeführt (Ofen 327, Blätter 2943 und 2988). Bei
beiden Versuchen trat nach kurzer Betriebsdauer (70 bzw. 120 Stun-
den) Druckdifferenz auf. In der Vorheiz-Schlange und am Ofenein-
gang hatte sich ein schwarzes Produkt (Koks) angelagert. Das Anfall-

produkt des Ofens sah hellgelb aus und hatte spezifisches Gewicht 0,785 bei 50°C. Es enthielt

20	% Benzin bis 200°C mit Anilinpunkt 46	
43	% Mittelöl	} 55,5 % Dieselöl mit Cetenzahl 66
12,5	% entparaffinierten Schmierölverlauf	
10,7	% Rohparaffin bei 50°C mit Schmelzpunkt 49,5°C	
10,2	% Rohparaffin bei -20°C mit Schmelzpunkt 29 °C	und
2,7	% Rohschmieröl mit V.I. ca. 90	
99,1	% gesamt.	

Nähere Untersuchung der Einzelkomponenten Seite 14 - 16.

Aus dem Gesamtanfall wurde das B-Mittelöl von 180-350°C herausgeschnitten und bei 417°C und 200 atm mit Durchsatz 1,5 und 2,5 cbm Gas/kg Einspritzung unter Zusatz von 0,75 % Schwefelkohlenstoff über 6434 gefahren. Die über 180°C siedenden Anteile des Anfalles wurden zurückgeführt (3 Teile Frischöl : 2 Teile Rückführung). (Ofen 4 vom 4.-8.1.1940, Blatt 3020).

Der Abstreifer enthielt 48,7 % Benzin bis 160°C entsprechend einer Benzin-Leistung von 0,605. Die Vergasung betrug 10,7 %. Das Benzin hatte 47,5 % bis 100°C siedend und den Anilinpunkt + 59°C. Das Benzin wurde mit dem entsprechenden Benzin aus der TTH-Stufe gemischt (4 : 1).

Das Gesamt-Benzin hatte schließlich folgende Eigenschaften:

Spez. Gewicht / 20°C	0,719
Anilinpunkt I/II	56/62
Siedebeginn °C	41
% - 70°C	13
% - 100°C	41
% - 150°C	89
Siedeendpunkt °C / %	173 / 99
% Paraffine	69
% Naphtene	24
% Aromaten	6
% Ungesättigte	1
Teste	
Doktor-Test	positiv
Schwefelsäure-Test	besser als 2 (sehr gut)
Cu-Streifen-Test	bei 100°C gut

Okten-Zahlen	Research-Meth.	Motor-Meth.
	62,5	ca. 64
+ 0,03 Blei	73,0	ca. 76
+ 0,09 " ca. 84,0		ca. 85

Über Kontaktabklingen kann bei der kurzen Versuchsdauer nichts ausgesagt werden. Es sieht danach so aus, als ob man längere Zeit ohne Abklingen fahren könnte.

Untersuchung des TTH-Anfalles aus
P 1402 Mittelöl + Schweröl-Vakuumdestillat.

1.) Gesamtanfall: hellgelb

spez. Gew. / 50°C	0,785
Siedebeginn °C	65
% - 180°C	17
% - 200°C	21
% - 325°C	64
% - 350°C	75
Rückstand	25
Phenolgehalt (%)	0,21

2.) Benzin -200°C.

20 %.

spez. Gew. / 20°C	0,760
Anilinpunkt I/II	46/56
Siedebeginn °C	75
% - 100°C	18
% - 150°C	72
% - 180°C	87
% - 200°C	93
Siedepunkt °C/%	230 / 97
Ungesättigte KW	2 %

3.) Mittelöl (43 %) } Gasöl 55,5
 + entpar. Schmieröl-Vorlauf (12,5%) }

Farbe	dunkelgelb.
Spez. Gew./20°C	0,826
Anilinpunkt	74,5
Siedebeginn °C	182
% -200° C	3
% -225° C	11
% -250° C	27
% -275° C	43
% -300° C	64
% -325° C	80
% -350° C	89
% -360° C	93
Rückstand	7,4
Cetanzahl	66,0 (Cetan 58,5)
Stockpunkt °C	-8
Trübungspunkt	ca. 0°C
Viskosität °E/20°C	1,20
Viskosität °E/38°C	1,10.

4.) Rohparaffin bei 50°C. 10,7 %

Farbe	weiß
Schmelzpunkt	49,5°C
Spez. Gewicht	0,775/70°C

5.) Rohparaffin bei -20°C 10,2 %

Farbe	hellbraun
Schmelzpunkt	+ 29° C

6.) Rohschmieröl

2,7 %

Farbe	blaugrün
Anilinpunkt °C	109
Viskosität °E/38°C	7,4
" °E/50°C	ca. 4,0
" °E/99°C	1,57
V-I	ca. 90
Stoßpunkt	-12°C
Flammpunkt	ca. 225°C.

TITLE PAGE

22. Dehydrierende Raffination von Böhlemer
Mittelöl mit Kontakt 7360 bei 50 atm.
Dehydrogenating refining of Böhlemer
middle oil with catalyst 7360 at
50 atm.

Frame Nos. 116 - 125

Dehydrierende Raffination von Böhlener Mittelöl

mit Kontakt 7360 bei 50 atm.

Zusammenfassung:

Böhlener Braunkohlenteer a-S-Mittelöl wurde mit Kontakt 7360 bei 50 atm. und 0,5 Durchsatz raffiniert. Bei 425°C tritt hierbei noch eine Aufhydrierung ein, bei 476°C ist diese nur noch sehr schwach und bei 510°C wird bereits dehydrierend und spaltend raffiniert. Während eines 8tägigen Versuchs bei 510°C trat ein sehr schwaches Abklingen ein. Der Kontakt lässt sich regenerieren, er hatte nach der Regeneration hinsichtlich Raffination, Dehydrier- und Spaltwirkung mindestens die ursprüngliche Aktivität.

Bei 25 atm ist im Gegensatz hierzu das Abklingen rascher, der Phenolgehalt des Produktes ist nach 12 Stunden 0,4%, nach 3 Tagen 5 % gegenüber 0,01% bei 50 atm. Man müsste also mit kurzen Perioden arbeiten.

Das bei 50 atm. in 8 Tagen dehydrierte Mittelöl (A.P. etwa 16,5°) liess sich mit 6434¹⁾ mit einer Leistung von 0,55 in Fliegerbenzin mit der sehr guten Oktanzahl Motormethode 73,5 und Motormethode + 0,09 Vol.% Blei 90,5 verarbeiten. Für eine Mischung dieses Benzins mit dem Vorhydrierungsbenzin errechnet sich eine Oktanzahl Motormethode 73,5 und Motormethode + 0,09 Vol.% Blei 87. Es ist also auf diesem Wege möglich, aus Böhlener Teer in guter Ausbeute Fliegerbenzin der O.Z. 87 mit etwa 15% Aromaten und 1,5% Olefinen herzustellen.

- 2 -

1) Versuche in 100ccm Öfen, Zusammenstellung Dr. Günther vom 14.11.1939, Nr. 153761.

Wird mit diesen Katalysatoren auf Autobenzin gefahren, so gibt eine Schätzung für das 6434-Benzin aus dem dehydrierten Mittelöl die Oktanzahl 75 Research-Methode. Die Mischung dieses Benzins mit dem Vorhydrierungsbenzin hat dann die Oktanzahl Research-Methode 68 gegenüber 65 bei der bisherigen Fahrweise mit 6434 Vorhydrierung und Benzinierung.

Weitere Versuche zur Vorraffination mit derartigen Katalysatoren, die in Anbetracht der wohl ohne Ausbeuteverlust erzielbaren Verbesserung der Klopfestigkeit sehr wichtig erscheinen, sind im Gange bzw. in Vorbereitung.

Versuchsergebnisse:

In einem 1 Liter-Ofen mit Kontakt 7360 wurde Böhlener a+S-Mittelöl einschliesslich Sumpfbenzin bei 50 atm. Druck, 0,5 Durchsatz und 510°C in einem Versuch von 8 Tagen Dauer gefahren. Ausserdem wurde ein Versuch bei 25 atm. angeschlossen und nach Regeneration nochmals bei 50 atm. und verschiedenen Temperaturen von 425-510°C gefahren. Die Ergebnisse dieser Versuche enthält die Tabelle in der Anlage.

Der Versuch bei 50 atm. und 510°C ergab eine gute Raffination unter Dehydrierung des Öles unter gleichzeitiger mässiger Spaltung. Innerhalb der 8 Tage liess die Kontaktaktivität etwas nach (Oktanzahl des Benzins, Aromatengehalt), doch scheint (vgl. Abb. 1) dies hauptsächlich an einer kleinen Spitze zu liegen. Ob längere Zeit ohne Regeneration gefahren werden kann, müsste durch weitere Versuche entschieden werden. Die wesentlichen Ergebnisse enthält die folgende Tabelle, wobei zum

Vergleich Kontakt 6434 angegeben ist.

	Ausgangs- material	Anfallprodukt, Kontakt 7360 50 atm., 510°C		Zum Ver- gleich: 6434-Vor- hydrierun, Prod. 250 atm., 425°C
Spez. Gewicht	0,862	0,800		0,780
Anilinpunkt °C	25,5	23		50
% Phenole	8,6	0,01		0,2
% Stickstoff	0,19	0,02		-
% -100°C	3,8	17,5		10
% -150°C	18,5	42,5		42
% -200°C	39,5	63,0		52
% -250°C	69,0	83,0		89
% -300°C	97,0	93		
Endpunkt °C	305	310		305
% Vergasung/Anfall + Vergasung		8,0		7,0
Im Anfall:				
Gew.% Benzol		38	45	64
davon: spez. Ggw.		0,714	0,742	0,765
% -70°C		23	7,0	5
% -100°C		78	47,0	33
Endp. °C		127	152	200
% Paraffine		-	-	-
% Naphthene		-	-	-
% Aromaten		-	24	31
% Olefine		-	1,5	1,5
Oktanzen:				
Research-Meth.		-	61	62
Motor-Methode		66	61	59
" +0,09 Vol.% Blei		82	81	78
Mittelöl >200°C:				
Spez. Gewicht		0,880	0,913	0,830
Anilinpunkt °C		16,5	11	53
% Phenole		0,02	0,02	0,4
Siedebeginn/E.P. °C		150/325	205/326	190/300

Man ersieht daraus bei Kontakt 7360 gegenüber 6434 die bessere Phenolreduktion bei gerade ausreichender Stickstoff-Entfernung, und den höheren Gehalt an leichtsiedenden Anteilen und Aromaten im Benzin. Während die Oktanzahl des Benzins etwa gleich liegt, ist die Bleiempfindlichkeit etwas besser. Das mit Kontakt 7360 erhaltene Benzin hat etwa 25% Aromaten und nur etwa 1,5 % Olefine, Gum-₀. Kupferstreifen- und Dokortest sind einwandfrei. Die Vergasung liegt mit 8,0 % statt 7,0 % etwas höher, der entscheidende Vorteil liegt aber im Anflinpunkt des Vorhydrier-Mittelöles, der bei Kontakt 7360 bei 11° und bei Kontakt 6434 bei 60° liegt.

Das Vorhydriermittelöl wurden in den kleinen Öfen mit 6434 benzinisiert¹⁾. Mit 0,55 Leistung, 51% Konzentration und 9,5 % Vergasung (ohne Stabilisationsverlust) wurde ein L-Benzin mit folgenden Eigenschaften erhalten:

Spez. Gewicht	0,712
% -70°C	23
% -100°C	53
Endpunkt °C	145
% Aromaten	10
Oktanzahl:	
Motormethode	78,5
" +0,09 Blei	90,5

Wird dieses Benzin mit dem bei etwa 130°C abgeschnittenen Vorhydrierungsbenzin im Anfallverhältnis gemischt, so errechnen sich folgende Werte für das L-Benzin-Gemisch (40% Vorhydrierungs- + 60% 6434-Benzin):

1) Vgl. Zusammenstellung Dr. Günther vom 14.11.1939 Nr. 153761.

Spez. Gewicht	0,713
% -70°C	23
% -100°C	63
Endpunkt °C	145
% Aromaten	15
Klopffwerte:	
Motormethode	73,5
" +0,09 Blei	87.

Mit geringer Vergasung lässt sich also ein vorschriftsmässiges Fliegerbenzin O.Z. 87 erzeugen. Obiges Benzin dürfte bei richtiger Stabilisation (3 % zuviel bis 70°C) etwas an Klopfestigkeit verlieren, dies ist aber durch nur wenig niedrigeres Abschneiden leicht auszugleichen.

Das 634-Autobenzin aus diesem 7360-Mittelöl würde geschätzt eine Oktanzahl Research-Methode von 75 haben. In Mischung mit dem Vorhydrierungsbenzin würde man also ein Gesamt-Autobenzin der O.Z. Res. 68 erhalten gegenüber 65 der bisherigen Fahrweise mit 6434 Vorhydrierung und Benzinierung.

An den 50 atm. Versuch zur Vorraffination bei 510°C wurde ein Versuch bei 25 atm. angeschlossen. Dieser ergab ähnliche Anilinpunkte, aber eine ungenügende Phenolreduktion. Der Phenolgehalt stieg innerhalb 3 Tagen von 0,4 auf 5,2 % an. Danach wurde der Kontakt in üblicher Weise mit Luft + Stickstoff regeneriert, erneut bei 50 atm und 0,5 Durchsatz bei verschiedenen Temperaturen gefahren und dabei folgende Werte erhalten (vgl. auch Anlage 1).

Temperatur °C	Ausgangs- material	Vor Rege- neration	Nach Regeneration		
			425	476	510
Anfall spez. Gew.	0,862	0,800	0,810	0,808	0,812
% -100°C	3,8	17,5	5,0	9,5	19
% -150°C	18,5	42,5	27,0	36,0	46
% -200°C	39,5	63,0	46	56,5	65
% -250°C	69,0	83,0	72	78,5	81,5
Endpunkt °C	305	310	312	316	318
Anilinpunkt					
Frakt. -180°C	} 25,5	34	39,5	36	28,5
" über 180°C		13	40,7	27	-8
% Phenole	8,65	0,01	0,005	0,003	0,004
% Stickstoff	0,19	0,026	0,01	0,016	0,018

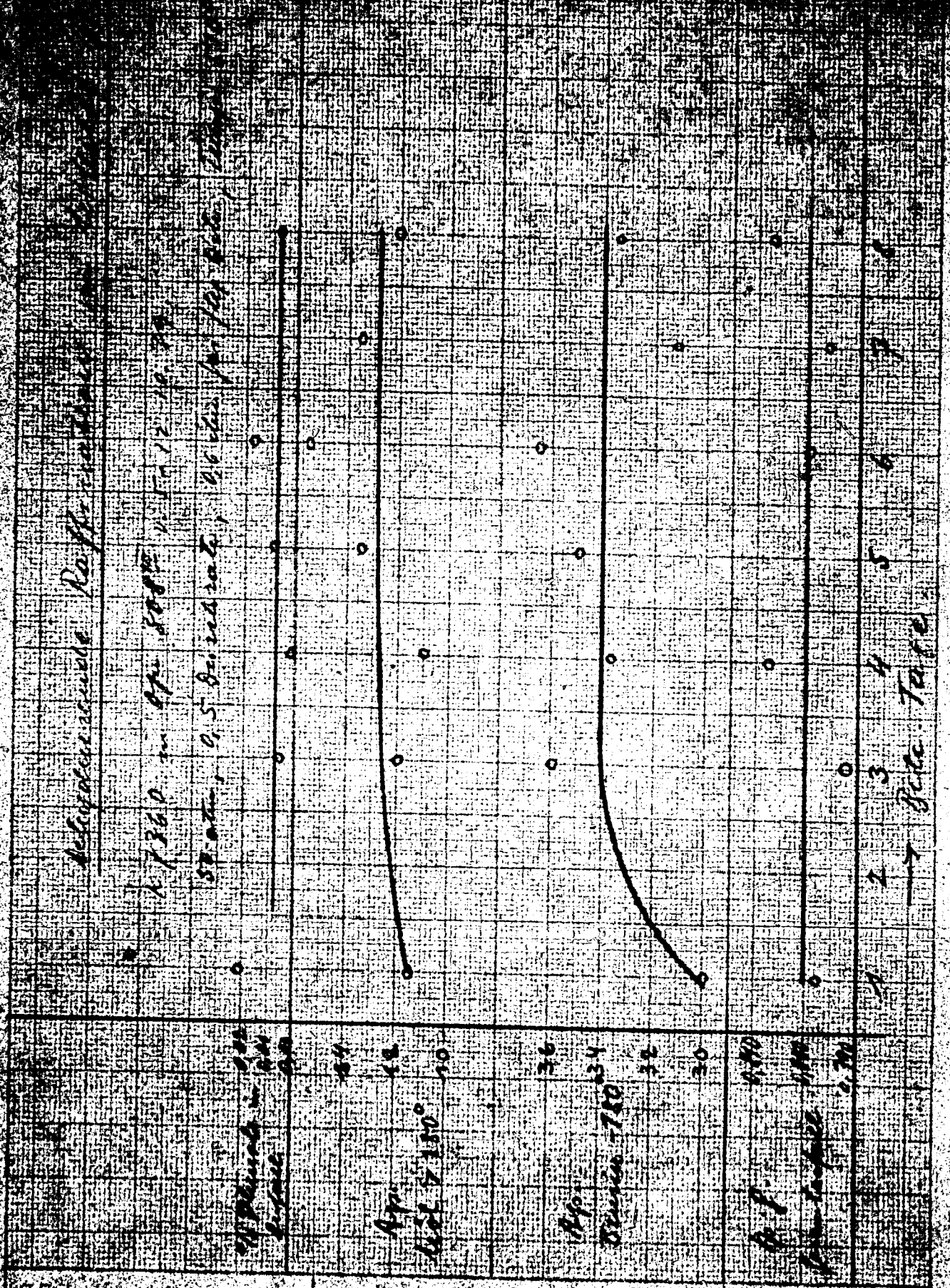
Der Katalysator raffiniert also nach der Regeneration bei 425°C sehr gut, obwohl er bei 510°C in Betrieb war. Dabei ist die Aufhydrierung ziemlich stark (von A.P. 25,5 auf 40°C), während die Spaltung schwach ist und nur etwa der Neubildung leichter Anteile durch die Phenolreduktion entspricht. Bei 476°C ist die Spaltung stärker, es wird kaum noch aufhydriert. Bei 510°C wurde mit dem regenerierten Kontakt sogar eine stärkere Dehydrierung und bessere Raffination erzielt als mit dem frischen Kontakt.

Der Kontaktausbau nach dem 18tägigen Versuch war einwandfrei das Gewicht des Kontakts nach dem Ausbau war um 2,5% grösser (693 gegen 675%), es waren 1,7% Staub entstanden, die Kontaktkörner waren fest.

Gemeinsam mit: Dr. Pürst
Dr. Dehn.

gez. Donath
gez. Oettinger
gez. Nonnenmacher

2 Tabellen.



G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
 Ludwigshafen a. Rhein

508 III 1000 ccm 7360

Datum 1939	Ausgangsmaterial	5.10. 16 ^h - 4 ^h 12	7.10. 16 ^h - 4 ^h 64	8.10. 16 ^h - 4 ^h 90	9.10. 16 ^h - 4 ^h 11
Betriebsstunden					
Kontaktperiode		I K frisch	II	III	IV
Druck atm					
Temperatur °C					50
Durchsatz kg/ltr.Stde.					510
cbm Gas/kg Öl					0,5
					0,6
Gew.% Gesamtanfall					
Bi-150° + Gasbi		43,6			89
Bi 150° - 200°		18,3			
RM 200°		29,0			
Gas		9,0			
Koks		0,1			10,1
(Gasbi)		(0,7)			0,1
Gas.Anfall/Ainspritzg.		0,91			
Flüssiger Anfall					
Spez.Gew./20°	0,862	0,798	0,792 ¹⁾	0,808	-
Anilinpunkt -180°	25,5	30,5	36	33,7	35
Phenole	8,7	13,5	12	11,0	13,5
Stickstoff	0,19	0,022	0,006	0,001	0,00
Siedebeginn °C		0,0033	-	-	-
-70°		33	33	37	36
-100°	5,8	7,5	7,0	7,0	5,5
-150°	18,5	20,0	17,0	18,5	17,0
-180°	32,0	47,0	40,0	43,0	42,5
-200°	39,5	62,0	52,0	57,0	56,0
-250°	69,0	71,0	59,5	65,0	64,0
-300°	97,0	90,0	79,0	86,0	83,0
Endpunkt	305/98	-	88,0	96,0	94,0
Bi -150°		298/97,5	310/90	312/97,5	310/9
Spez.Gewicht		0,742			
Anilinpunkt		32,2			
% Aromaten		27,1			
O.Z.Mot.M.		64			
Bi 150° - 200°					
Spez.Gewicht		0,824			
Anilinpunkt		20,0			
% Aromaten		51,3			
O.Z.Mot.M.		53			

1) Mittelwert über 11 Tage aus CO₂-Bestimmung

1000 ocm 7360

Ausgangsmaterial: Böhleener Braunkohlenteer +a-a- Mittelol red.

7.10. 6 ^h - 4 ^h 64	8.10. 16 ^h - 4 ^h 90	9.10.c 114	10.10.c 138	11.10.o 162	12.10.abc 186	13.10. a ₂ b ₁ 202	13.10. c ₂ a ₁ 210	14.10. 15 ^h -23 ^h 226	15./16.10 23 ^h - 5 ^h 256
I	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X	XI
		50					25		
		510					510		
		0,5					0,5		
		0,6					0,6		
		89,3				39,0 18,1 38,5 4,3 0,1 (0,6)	91,4 8,5 0,1		
		10,6 0,1				0,97	1,03		
792	0,808 33,7 11,0	- 35 13,5	0,800 36,5 15,5	0,796 31,2 13,5	0,807 35,5 15,5	0,817 30 20,5	0,822 25,5 16,5	0,833 20,7 18,0	0,846 22,5 22,0
006	0,001 37 7,0	0,009 36 5,5	0,017 37 6,0	- 35 6,5	0,007 37 6,5	- 38 5,0	0,38 38 4,5	3,1 42 4,5	5,16 51 3,5
	18,5 43,0 57,0 65,0 86,0 96,0	17,0 42,5 56,0 64,0 83,0 94,0	17,0 42,0 54,0 62,0 82,0 93,0	17,5 42,0 54,0 62,0 82,0 92,0	18,0 46,0 54,0 62,0 82,0 94,0	13,5 33,5 45,0 53,0 75,0 91,5	15,0 35,0 45,5 53,5 72,5 90,5	11,5 33,0 45,0 52,0 74,0 93,5	8,0 27,0 40,0 49,0 73,0 94,0
0/90	312/97,5	310/95	305/94	315/95	310/96	332/94,5	330/94	332/97	318/97
					0,742 36,5 20,7 57,5				
					0,818 22,8 43,6 50				

123

4.10. 15 ^h -23 ^h 226	15./16.10. 23 ^h -5 ^h 256	17./18.10. 18 ^h -6 ^h 12	18.10. 22 ^h -23 ^h 28	19.10. b 39	20.10. abo 71	21.10.a 79	21.10.o 95	22.10.a 103
	XI	I K.reg. 50 425 0,5 0,6	II = 476 = = =	III = = = =	IV = = = =	V = = = =	VI = 510 = =	VII = = = =
		97,0 2,9 0,1 -		39,9 14,5 29,6 15,9 0,1 (0,8)				
		0,98		1,03				
833 7 0 1 5 5 0 0 0 0 5 2/97	0,846 22,5 22,0 5,16 - 51 3,5 8,0 27,0 40,0 49,0 73,0 94,0 312/97	0,810 39,5 40,7 0,005 0,01 68 - 5,0 27,0 38,0 46,0 72,0 94,0 312/97	0,824 30 18 0,04 0,042 73 - 10 34,0 48,0 56,0 76,0 92,0 330/95,0	0,816 28,2 4,5 0,002 - 43 6,0 19,0 46,0 58,5 65,5 85,0 - 308/97,5	0,812 36,5 33,5 - - 60 2,0 9,0 34,0 48,0 54,5 79,5 96,0 308/98,5	0,808 36 27 0,003 0,016 50 3,5 9,5 36,0 48,5 56,5 78,5 95,5 316/98	0,812 28,5 -8 0,004 0,021 38 6,5 19,0 46,0 57,0 65,0 81,5 95 318/96	- 0,016
				0,740 32 26,2 66,5 0,832 12 57,6 (60)				

Anlage 2.

(S. Anl. 1)

Datum 1939 Betriebsstunden	5.10. 18 ⁿ -4 ^h 12	12.10. abo 186	19.10. b 268
<u>Benzin -150°</u>			
Spez.Gew./20°	0,742	0,742	0,740
Anilinpunkt °C	32,2	36,5	32
Siedebeginn °C	47°	52	42
% -70°	8,5	5,5	13,5
-100°	48,0	45,0	47,5
-120°	75,0		
Endpunkt °C	152/98,5	157/97,8	156/98,0
Zusammensetzung			
Paraffine	50,3	47,9	47,6
Naphtene	21,6	29,4	25,2
Aromaten	27,1	20,7	26,2
Ungesättigte	1,0	2,0	1,0
Teste Gumbel	0	-	-
Kupferstreifen	gut	gut	gut
Dokortest	negativ	negativ	negativ
H ₂ SO ₄ -Test	<2	<2	<2
Oktan-Zahlen			
Res.Methode	65	57	-
Mot. "	64	57,5	66,5
Mot.M.+ 0,09 Pb	84,5	71,5	-
<u>Benzin 150°-200°</u>			
spez.Gew./20°	0,824	0,818	0,832
Anilinpunkt °C	20	22,8	12
Siedebeginn °C	152	147	157
% -180°	69,0	73,5	73,0
Endpunkt	21/99,0	211/99,0	208/99,0
Stickstoff	0,004	0,025	-

Zusammensetzung			
Paraffine		52,0	
Naphtene	48,2	2,4	40,4
Aromaten	51,3	43,6	57,6
Ungesättigte	0,5	2,0	2,0
Oktan-Zahlen			
Res.Meth.	-	60,5	67
Mot. "	53	50	-
Mot.M + 0,09 Pb	-	69	-
Rückstand > 200°			
spez. Gew./20°	0,914	0,912	0,930
Anilinpunkt	11,0	11,5	-3
Siedebeginn	206	203	211
% -250°	71,5	58,0	59,5
% -300°	96,0	95,0	93,0
Endpunkt	326/98,5	326/98,5	323/99,0
Stickstoff	0,0087	0,043	0,029

125

TITLE PAGE

23. Verarbeitung von schottischem Schieferöl
(P 475) in S-Phase über festem Kontakt
mit anschließender Hochdruckspaltung.
Working of Scotch shale oil (P 475)
in the Sumpf phase over solid-bed
catalyst with subsequent high
pressure splitting.

Frame Nos. 126 - 129

19. Mai 1938/EL

19. Mai 1938. / EL.

23

Issue:

Das Einspritzprodukt hatte folgende Eigenschaften:

Spez. Gewicht	0,888
Paraffin (Hclde)	9,3
O Gehalt	85,81
gH/100 O	14,03
H disp	13,9
Siedekurve:	
225°	1,2
250°	4,6
B25°	28
350°	41

Bedingungen:

Druck	250 Atm
Temperatur	23,5 - 24,5 mV
Durchsatz	0,8
Öl : Gas	1 : 3
Fahrweise:	Mit Rückführung > 350° 1 : 1

Der Ofen wurde 470 Betriebsstunden mit Rückführung, 350° ohne merkliches Abklingen gefahren. Der Gesamtanfall wurde in der II. Stufe zu Benzin verarbeitet.

II. Stufe:

Benzinierung über festen Kontakt 6109 (H F Terrana)

bei 600 Atm.

Temperatur	23 mV
Durchsatz	0,8
Gas : Öl	1 : 1

Fahrweise: mit Rückführung 1 : 1

1) Fahren auf Autobenzin:

Das mit Leistung 0,32 anfallende Benzin hatte spez. Gewicht 0,728 bei 42% - 100° und Endpunkt 191°. Der Klopfwert betrug 64 n. Mot. und 80 mit 0,09 Pb.

2) Fahren auf L-Benzin:

Das mit Leistung 0,22 anfallende Benzin hatte spez. Gewicht 0,721 bei 55% - 120 und Endpunkt 147°. Der Klopfwert betrug 68 n. Mot.

Herstellung von Auto- bez L-Benzin aus
schottischem Schieferöl (P 475)

Einspritzprodukt:		Elwerather Gasöl
Kontakt:		6109
Druck	Atm	250
Temperatur	MV	23
Durchsatz		0.8
Produkt : Gas		1 : 1
Fahrweise	m. t Rückf.	1 : 1
Spez. Gewicht Anfall	0.758	0.764
Benzin - Konz	55	29 /
" - Leistung	0.32	0.22
<u>Benzin:</u>		
spez. Gewicht	0.728	0.721
Anilinpunkt	53°	52.5
Siedebeginn	33°	46
% - 70	17	11
% - 100	42	55
% - 150	81	
Endpunkt	191°	147°
Paraffine	69.5	65
Naphtene	20	25
Aromaten	9.5	8.5
Ungesättigte	1	1.5
<u>Fraktionen:</u>		
80 - 100°	55.3 / 708	
110 - 140°	49 / 756	
150 - 180°	49.5 / 773	
O.Z. Motor	64	68
" " + 0.09% Pb.	80	
<u>Mittelöl</u>		
A.P./spez. Gew.	75.3 / 798	69 / 793
Siedebeginn	196°	155°
% - 250°	56.2	68
Endpunkt	347°	334
Datum	3/4.5.38.	6.5.38.
Ofen	328	328
(Ofenblatt)	(1786)	(1786)

Zusammenfassung.

Ungetopptes schottisches Schieferöl wurde über festem Eisenkontakt vorhydriert. Das mit der schlechten Heuleistung 0,06 - 350° anfallende Produkt enthielt 3 - 4% Benzin und hatte 0,03% Phenol. Der Ofen konnte ohne Abklingen gefahren werden. Die Benzinierung gab mit schlechter Leistung (0,3) Autobenzin mit 42% - 100° und Motoroktanzahl 64; mit Leistung 0,22 ein Fliegerbenzin mit 55/ - 100° und Klopffwert 68 n. Mot.

Hinsichtlich Ausbeute wie Klopffwert zeigt sich der geprüfte Verarbeitungsgang somit den in der Zusammenstellung Mo - B. v. 20. April 38 aufgeführten Verarbeitungswegen nicht überlegen.

gez. Mohr

" Simon

TITLE PAGE

24. Spaltende Verarbeitung von rumänischer
Fapura über Katalysator 8376 bei 250
und 600 at.
Working of Romanian Papura by
splitting over catalyst 8376 at
250 and 600 atm.

Frame Nos. 130 - 135

Hochdruckversuche
La 1

163

12. 6. 1944.

130 at

Spaltende Verarbeitung von ruminischer Paoua
über Katalysator 8576 bei 250 und 600 at.

(24)

Zusammenfassung:

Ruminische Paou-a kann über Kat. 8576 bei 300 at mit Leistung 0,28 bis 330°, bei 600 at mit Leistung 0,40 bis 330° zu einem gut raffinierten Mittelöl hydrierend gespalten werden, das mit Cetanzahl 52 und Stockpunkt -15° ein sehr gutes Dieselöl darstellt. Das daraus hergestellte 6434-Benzin bis 150° hat Oz. Kot. 65, bzw. 87 mit 0,12 Blei und muß bei 185° abgeschnitten werden, um Grund-Oktanzahl 71 zu erreichen.

Gemeinsam mit

Dr. Peters	Dr. Dehn
" Günther	" Lemme
" Mecke	" Schiffmann

gez. Trofimow

Diskussion der Versuchsergebnisse.

1. Verarbeitung bei 250 at.

Rumänische Pacura wurde in zwei hintereinandergeschalteten 200 atm-Ofen in der Weise verarbeitet, daß das Rückführprodukt zwischen dem ersten und zweiten Ofen eingesetzt wurde. Zum Anfang des Versuches wurde zunächst in einem Ofen die Pacura in geradem Durchgang verarbeitet, um genügend Rückführprodukt herzustellen.

Bei einem 23-tägigen störungsfreien Versuch mit Rückführung über 325° wurde bei Temperaturen von 23,0 - 24,0 MV (gestaffelt) im ersten Ofen und 25,0 - 25,5 MV im zweiten Ofen, bei Durchsatz 0,6 bezogen auf das gesamte Ofenvolumen ein weißes Produkt vom spezifischen Gewicht 0,790/20° mit 38 % bis 325°, 60% bis 350° und 75 % bis 360° erhalten.

Die Vergasung bezogen auf Mittelöl + Vergasung betrug 10-12 %.

Das Gasöl bis 325° hatte ein spezifisches Gewicht 0,830/20°, Anilinpunkt + 70°, Cetanzahl 52, Stockpunkt -18°.

Das Mittelöl bis 325° war gut raffiniert. Der Phenolgehalt lag unter 0,03 %, die Basenzahl unter 5 mg NH₃/Ltr. Die Benzinzahl der Mittelöle ist mit 69 sehr gut. Das Flugbenzin mit 55 % bis 100° siedenden Anteilen hatte Endpunkt 150°, Oz. Mot. 66 und mit 0,12 Blei 87. Die Vergasung ist mit 18 % niedrig. Um auf Grundaktanzahl 71 zu kommen, müßte bei etwa 135° abgeschnitten werden; die Vergasung würde dann auf ca. 25 % ansteigen.

Mit Durchsatz 0,6 ist die Grenze der Leistungsfähigkeit des Versuches erreicht, denn bei vorübergehender, auch kurzfristiger höherer Belastung wurde ein dunkles, schwarzbraunes Produkt erhalten.

2. Verarbeitung bei 600 at.

In einem 3-tägigen Versuch wurde festgestellt, daß bei 600 at die Pacura noch bei Durchsatz 0,8 gut zu einem farblosen Produkt vom spezifischen Gewicht 0,806/70°, mit 85 % bis 300° und 40 % bis 325° verarbeiten läßt, entsprechend einer Leistung von 0,32 bis 325° und 0,68 bis 360°.

Auf Grund dieser Versuche ist anzunehmen, daß sich das 300 at-Produkt noch mit Endpunkt 340°, das 600 at-Produkt mit Endpunkt 360° über 6434 noch gut verarbeiten läßt.

Herr Dr. Lenne hat mit Rückstand über 360° und Original-
lacura P 1531 Mischversuche durchgeführt und dabei folgendes
festgestellt:

Mischung Rd : Original	Befund
1 : 1	Außerst geringe Mengen gröbere Asphaltteil- chen. Kein Wandbelag.
10 : 1	Ausflockungen zahlreicher feinst flockiger asphaltiger Körper. Kein Wandbelag.
1 : 1	Praktisch homogen.

Auf Grund dieser Mischversuche ist anzunehmen, daß auch
bei Zuführen der Rückführung vor dem ersten Ofen ein störungs-
freier Betrieb möglich ist.

Tabelle 1.Eigenschaften des Einzellproduktes.

Spez. Gewicht/70°	0,858
Siedebeginn °C	- 227
% - 325	- 12
- 350	- 21
% H ₂ O	- 0,2
% Festes	- 0,2
% Asche	- 0,02
n-Asphalt	- 0,5

Vakuum-Siedekurve bei 15 mm Hg

Siedebeginn °C	95
% - 225	- 21,4
% - 275	- 43,4
% - 325	- 64,6

spez. Gew. 0,827/40°

0,838/60°

0,843/90°

Kramer-Barnow

+ 30°

Vermerk

Lab. 114 2e
 2 von chemischer Paura
 vom 19.6.39.

134

Einfüllprodukt: spez. Gew.	0,858/70°			
Siedebeginn	227			
% - 3250	12			
% - 3500	21			
% - 3600	26			
z-Asphalt:	0,5			
Druck atm	250			
Ofensystem	Zweiflofensystem (I + II)			
Durchsatz (Ofen I)	0,8	0,8	1,2	1,2
(Ofen II)	0,8	0,8	1,2	1,2
Gesamt	0,4	0,4	0,6	0,6
Temperatur °C (Ofen I)	22,5-23,5	23,0-24,0	23,0-24,0	23,0-24,0
(Ofen II)	22,5	24,5-2	25,0-25,5	25,0-25,5
Luokführung 3600	2 : 2	ohne	ohne	2 : 1
Um 0,8/KA 01				
Anfall: Farbe	weiß	weiß	weiß	weiß
spez. Gew./70°	0,810	0,790	0,790	0,785
Anilinpunkt gesamt °C	98	89	78	81
(180-3200) °C	72	71	65	43
Siedebeginn °C	170	150	114	110
% - 3250	22	27	40	35
% - 3500	33	43	61	58
% - 3600	41	60	78	73
Leistung bis 3250	0,09	0,11	0,24	0,21
3500	0,13	0,17	0,37	0,35
3600	0,16	0,24	0,47	0,44
V/3		5,0		7,3
V/V + M1 3250		14		17
V/V + M1 3500		10		11
Ag in Ltr. H ₂ O (H ₂ O)	2,0		5,3	
Gesamt: (180-3250) %	56		48	
Farbe	gelb		gelb	
spez. Gew./20°	0,834		0,826	
Anilinpunkt	+ 73		+ 66	
Stoekpunkt	-13		-18	
Trübungspunkt	-11		-16	
Ortenteil	53		52	
Tag	20.1.44	30.1.44	6.2.44	9.2.44
Ofen/Ofenblatt	21/5558	20/5558	21/5558	21/5559

Bearbeitung der B-Produkte aus rumänischer Petro.

Einspritz-Produkt		P 1391/8376 B-Prod. bis 325°v. Ofen 20/21 vom 17.1. - 9.2.44	
Spez. Gewicht		0,815	
Anilinpunkt		65,5	
Siedegrenzen		101/322	
mg NH ₃ /Ltr. (W ₄₀)		1,4	
Phenolgehalt		0,08	
Kontakt		6434 T-Pillen	
Druck at		250	
Temperatur mV		19,5	
Durchsatz		1,5	
Gas : Öl		2,7	
Spez. Gewicht		0,725	
Benzinkonzentration		68	
Isotung		0,80	
% Vergasung / B. + V		17,6	
Gew.% O ₂ im Gas		---	
% i O ₂ im Gesamt-O ₂		---	
Benzin spez. Gewicht		0,710	
Anilinpunkt I/II		58/62	
Siedebeginn		71	
% - 70			
% - 100			
% - 150			
Endpunkt		350	
Zusammensetzung			
% Paraffine		59	
% Naphthene		27	
% Aromaten		3	
% Ungesättigte		1	
CeZ. Mot.		56	
Mot. + 0,12 Blei		56,5	
Mittelöl spez. Gewicht		0,780	
Anilinpunkt		59	
Endpunkt		290	
Ofen / Datum		6 / -8. 2. 44	
Betriebsstunden		150	
Ofenblatt		5538a	

TITLE PAGE

- ✓
25. Verarbeitung von Erdöl-Druckdestillat
über festangeordnetem Kontakt (7878)
und 6434 auf 87er-Kraftstoff.
Working of crude oil pressure
distillate over solid-bed catalyst
(7878) and 6434 for motor fuel
of O.N. 87.

Frame Nos. 136 - 148

12. Juni 1941

136

10. Juni 1941. Gth/Pf.

Verarbeitung von Erdöl-Druckdestillat über festangeordneten Kontakt (7878) und 6434 auf 87er-Kraftstoff.

25

Zusammenfassung.

- 1.) Zistersdorfer Rohöl (P 1398) wurde in Benzin und Mittel- + Schweröl getrennt und das benzinfreie Öl druckdestilliert.
- 2.) Das Druckdestillat wurde in Mittelöl bis 325°C und Schweröl über 325°C getrennt. Das Schweröl wurde bei 250 at über Kontakt 7878 (= 7846 geschwefelt) mit Durchsatz 0,8 und Rückführung der über 325°C siedenden Anteile verarbeitet. Die Neuleistung betrug 0,36 - 325°C bei 7,5 % Vergasung auf Neuleistung + V. Der Kontakt 7878 arbeitete außerordentlich konstant. Der Anfall bis 325°C enthielt 17 % Benzin - 150°C.
- 3.) Aus dem Anfall vom festangeordneten Kontakt konnte ein gutes Dieselöl (Cetanzahl 53) hergestellt werden. Die Anteile über 325°C dürfen dabei allerdings nicht oder nur zum Teil zurückgeführt werden.
- 4.) Die Anteile bis 325°C aus dem Druckdestillat ließen sich nicht ohne Abklingen über 6434 verarbeiten.
- 5.) Das 7878-B-Mittelöl ließ sich mit Leistung 0,22 und 21 % Vergasung ohne Abklingen über 6434 auf 87er-Kraftstoff verarbeiten.
- 6.) Die Mischung aus 60 Teilen 7878-B-Mittelöl und 40 Teilen Druckdestillat-a-Mittelöl ließ sich nicht ohne Abklingen über 6434 verarbeiten. Für das Druckdestillat-a-Mittelöl ist also eine chemische oder Druck-Raffination erforderlich.
- 7.) Eine gesonderte chemische oder Druck-Raffination des Druckdestillat-a-Mittelöls kann erspart werden, wenn man das gesamte (mittelölhaltige) Druckdestillat über 7878 verarbeitet. Die Neuleistung geht dabei allerdings von 0,36 auf 0,20 zurück, die Vergasung entsprechend hoch.

8.) Der Arbeitsgang der beschriebenen Versuche wurde in einem Fließ-Schema dargestellt. In das Fließ-Schema wurde auch die erforderliche (nicht durchgeführte) chemische oder Druck-Raffination des Druckdestillat-a-Mittelöls aufgenommen. Eine Kurve des Versuchsverlaufs der Schwerölspaltung liegt bei.

9.) Insgesamt wurden aus 100 kg Rohöl erhalten:
60 kg Benzin - 1500 (87er-Kraftstoff)
19 kg a-Benzin - 2000
17,5 kg Gas
3,5 kg Druckdestillations-Abschläm.

gez. Günther

Gemeinsam mit

Dr. Peters
" Graßl
" Rotter
Trofimow

Dr. Rank
" v. Hartmann
" Fürst
" Schiffmann
" Dehn
" Meier.

Verarbeitung von Erdöl-Druckdestillat über festangeordneten Kontakt (7878) und 6434.

I. Art der Versuche.

Auf Grund der im Bericht 18296 I (Gth, 1.3.41) beschriebenen Versuche und ihrer Ergebnisse wurde folgender Versuch durchgeführt:

Zistersdorfer Rohöl (P 1398) wurde zerlegt in 19 Teile Benzin (-2000) und 81 Teile Mittel- + Schweröl. Das benzinfreie Öl (81 Teile) wurde druckdestilliert. Es fielen an: 0,5 Teile Gas, 3,5 Teile Abschläm, 77 Teile Druckdestillat (nach Dr. Rank, vgl. Zus.-St. 18 296 I, Gth, 1.3.41). Benzinbildung war bei der Druckdestillation praktisch nicht eingetreten. Das von Dr. Rank der Kleinapparatur übergebene Produkt hatte einen Siedebeginn von 229°C. Es wurde zerlegt in A-Mittelöl - 325°C (32 %) und Schweröl über 325°C (68 %). Das Schweröl wurde über festangeordneten Kontakt 7878 (= 7846 geschwefelt) mit guter Leistung zu Benzin + Mittelöl gespalten. Das Benzin + Mittelöl vom festangeordneten Kontakt wurde zerlegt in 17 % Benzin - 150°C und 83 % B-Mittelöl 150-325°C.

Die Mischung A + B-Mittelöl sollte nun über 6434 gespalten werden. Es wurde erst je ein Versuch mit A- bzw. B-Mittelöl allein durchgeführt. Hierbei zeigte sich, daß das B-Mittelöl mit guter Leistung über 6434 zu benzinieren ist. Das A-Mittelöl ließ sich auch nach sauber durchgeführter Redestillation nicht ohne rasches Abklingen über 6434 verarbeiten. Auch die Mischung 40 Teile A- + 60 Teile B-Mittelöl konnte nicht mit guter Leistung über 6434 verarbeitet werden. Das A-Mittelöl mußte also vor der Benzinierung noch chemisch oder druckraffiniert werden.

Beschreibung der Versuche.

A: Schwerölspaltung.

Die Eigenschaften des uns von Dr. Rank übergebenen Produktes (P 1396 Druckdestillat v. 13.3.41) befinden sich auf Tabelle I, Spalte 1.

Das Produkt wurde zerlegt in 32 % Mittelöl - 325°C (Tabelle II, Spalte 1) und 68 % Schweröl über 325°C (Tabelle I, Spalte 2).

Das Schweröl wurde unter folgenden Bedingungen verarbeitet:

Apparatur: 200 ccm-Ofen 15, Ofenblatt 3901
 Betriebsdauer: 20.3. - 20.4.41
 Kontakt: 200 ccm = 178 g Kontakt 7878 = 7846, geschwefelt
 Druck : 250 at
 Temperatur: gestaffelt 442-476°C, später 450-476°C
 Durchsatz : 0,6, später 0,8 kg/Ltr./h
 Gas : 3,0 obm/kg Öl
 Zusatz : 0,4 % CS₂ zum Öl
 Rückführung: zuerst ohne, später 2:1 bzw. 3:2.

Nach anfänglichen Spitzenwerten wurde der Kontakt in seiner Spaltaktivität sehr bald konstant. Ab 7. Betriebstag wurden die über 325°C siedenden Anteile des Anfalls zurückgeführt. Der Anfall war dünnflüssig, enthielt aber geringe Mengen Festes, anscheinend Paraffin. Er hatte ein spezifisches Gewicht von 0,836/20° und enthielt 46 % - 325°C bzw. 68 % - 350°C. Dies entspricht bei Durchsatz 0,8 Neuleistungen von 0,36/325° bzw. 0,39/350°C. Der Gesamtanfall hat AP. 77°C, das Mittelöl - 325°C, AP. 60 - 62°C. Die Vergasung auf eingesetztes Schweröl betrug im Mittel 4 %, auf Neubildung - 325° + Vergasung bezogen 7,5 %.

Die Spaltung blieb vom 3.-20. Betriebstag konstant. Dann wurde auf mittelhaltiges Druckdestillat umgestellt. Der Anfall enthielt daraufhin 60% - 325°C bzw. 77% - 350°C. Die Neuleistung ging aber auf 0,20 / 325°C bzw. 0,25 / 350°C zurück.

Am 25. Betriebstag wurde wieder auf Schweröl allein umgestellt. Bis zum 30. Betriebstag wurden dann wieder etwa die schon vorher mit Schweröl erhaltenen Werte erhalten.

Am 30. Tag wurde der Versuch abgebrochen. Der ausgebaute Kontakt war etwa ebensofest wie Frischkontakt. Wesentliche Mengen Kontaktstaub waren nicht entstanden.

Im Laufe des Versuches wurde aus dem Anfall auch ein gutes Dieselöl hergestellt. Es hatte bei einem Siedebereich von 180-350°C die Cetanzahl 53. Der Stockpunkt des paraffinhaltigen (!) Öls lag bei -8°C. Nach Entparaffinierung würde er wesentlich tiefer liegen.

Der Versuchsverlauf der „Schwerölspaltung“ ist auf Kurvenblatt I dargestellt.

B: Benzinierung des A-Mittelöls.

Das A-Mittelöl (Tabelle II, Spalte 1) hatte bei 97% - 325°C einen Siede-Endpunkt von 339°C. Es sah rot aus und bildete mit Schwefelsäure große Mengen Säureharz. Es ließ sich nicht mit guter Leistung über 6434 verarbeiten (Ofenblatt 3918). Für einen neuen Versuch wurde zuerst ein redestilliertes Produkt mit E.P. 324°C eingesetzt (Tabelle II, Spalte 2), später ein Produkt, das sogar auf E.P. 310°C abgeschnitten war (Tabelle II, Spalte 3). Die Produkte wurden im Ofen 8 (50 ocm 6434, Blatt 3941) benzinisiert. Bei 250 at, Durchsatz 1,5 kg/Ltr./h, 0,75% CS₂-Zusatz zum Öl und 2,7 obm Gas/kg Öl mußte die Temperatur in den ersten beiden Tagen von 382 auf 417°C erhöht werden. Bei 417°C wurde mit dem Produkt mit E.P. 310°C anfänglich Leistung 0,79 erhalten. Innerhalb von 5 weiteren Tagen ließ aber die Spaltung schon wirklich nach. Am 7. Tage wurde mit Leistung 0,62 und 21% Vergasung ein typgerechter 87er-Kraftstoff erhalten.

Auf Grund des Versuches ist mit Bestimmtheit zu sagen, daß sich das bei 325°C abgeschnittene A-Mittelöl aus Zistersdorfer-Öl-Druckdestillat nicht ohne starkes Abklingen über 6434 verarbeiten läßt.

C: Benzinierung des Mittelöls vom festangeordneten Kontakt.

Die Eigenschaften des Anfalls - 325°C vom festangeordneten Kontakt befinden sich auf Tabelle II, Spalte 4. Das Produkt wurde zerlegt in 17 % Benzin - 150°C, 78 % Mittelöl 150-325°C und 5 % Rückstand. Der Rückstand wurde nicht weiter berücksichtigt (er hätte eigentlich bei sauberer Destillation bei der Schwerölsplattung mit rückgeführt werden müssen, was an den Ergebnissen der Schwerölsplattung praktisch nichts geändert hätte). Das Mittelöl (Tabelle II, Spalte 5) wurde im Ofen 4 (50 ocm 6434, Ofenblatt 3959) benzinisiert. Als Bedingungen wurden gewählt:

Druck : 250 at
Temperatur: 382 °C
Durchsatz : 1,5 kg/Ltr./h
Gas : Öl : 2,7 odm/kg
Zusatz zum Öl: 0,75 % CS₂ .

Im Anfall befanden sich 78 % Benzin - 150°C; daraufhin wurde der Durchsatz auf 2,0 erhöht und die Temperatur auf 376°C gesenkt. Im ganzen lief der Versuch 9 Tage ohne Abklingen. Die Ergebnisse der Untersuchung vom 8. und 9. Tage enthält die Tabelle III. Wie sich nachträglich herausstellte, war die Temperatur mit 376°C doch etwas zu niedrig gewählt. Es wurde zwar immer noch eine sehr gute Leistung (0,92 bei 51 % Konzentration) erhalten, aber das Benzin war etwas untersiedegereicht (42 % - 100°C), was wohl auch die nicht ganz genügende O.Z. bedingte. Die Vergasung betrug 21 %.

Als Ergebnisse dieser Benzinierung steht fest: Das B-Mittelöl vom festangeordneten Kontakt läßt sich bei niedriger Temperatur mit guter Leistung ohne Abklingen benzinieren. In Mischung mit dem Benzin von festangeordnetem Kontakt wird ein 87er-Kraftstoff mit etwas niedriger Grund-O.Z., aber sehr guter Bleiempfindlichkeit erhalten.

D: Benzinierung des B-Mittelöls vom festangeordneten Kontakt in Mischung mit dem A-Mittelöl aus dem Druckdestillat.

Anschließend an die Benzinierung des B-Mittelöls allein wurde noch ein 24-Stunden-Versuch mit einer Mischung 60 Teile B-Mittelöl + 40 Teile A-Mittelöl durchgeführt. Die Temperatur wurde sofort von 376 auf 395°C erhöht. Das spezifische Gewicht des Abstreifers sank innerhalb von 24 Stunden von 0,747 über 0,775 auf 0,800, die Benzinkonzentration von 51 auf 23 %. Es ist danach anzunehmen, daß sich, ebenso wie das A-Mittelöl allein, auch diese Mischung nicht ohne Abklingen mit guter Leistung wird verarbeiten lassen. In den Verarbeitungsgang muß also noch eine chemische bzw. Druck-Raffination für das A-Mittelöl eingeschoben werden. Vermutlich wird (in Anbetracht der Eigenschaften des A-Mittelöls) die Druckraffination besonders hinsichtlich der Ausbeute günstigere Ergebnisse geben als die chemische Raffination.

E: Vorschläge für weitere Arbeiten:

Die Versuche zeigen, daß die Verarbeitung von Erdöl-Rohöl durch folgenden Arbeitsgang sicher zum Ziele führt (vgl. Fließ-Schema):

- 1.) Druckdestillation des benzinfreien Rohöls
- 2.) Spaltung des Druck-Destillation-Schweröls >325° über Kontakt 7878 (= 7846 geschwefelt) auf Benzin + Mittelöl.
- 3.) Raffination des B1 + M1 - 325° aus dem Druckdestillat.
- 4.) Gemeinsame Verarbeitung der Mittelöle aus 2.) und 3.) über 6434.

Folgende Fragen müßten nötigenfalls noch durch Versuche geklärt werden:

- 1.) Gehört das Zistersdorfer A-Mittelöl zu der Gruppe von Erdöl-A-Mittelölen, die sich direkt über 6434 gut verarbeiten lassen oder nicht? (Wahrscheinlich nicht, da N-Gehalt ca. 0,030 %)

- 2.) **L**äßt sich das Mittelöl aus einem Rohöl-Druckdestillat ebensogut benzinieren wie das entsprechende A-Mittelöl aus dem unbehandelten Rohöl ?
- 3.) Ist die oben unter 3) genannte Raffination günstiger als chemische oder als Druckraffination auszuführen ?
- 4a) Sind die Kosten des gesamten Verfahrens, wie ursprünglich ~~geschätzt~~, tatsächlich höher, wenn man die unter 3.) genannte gesonderte Raffination überhaupt einspart, indem man (unter Verzicht auf einen Teil der Neuleistung) das Dr. Destillat über 7878 verarbeitet ?
- 5.) **L**äßt sich bei 4a) evtl. noch durch geänderte Fahrbedingungen (höherer Durchsatz über 7878) die Neuleistung steigern ?

Tabelle I.

144

P 1398-Druckdestillat und Schweröl daraus.

Spalte	1	2
Produkt	P 1398 - Druckdestillat filtriert, vom 13.3.41	Schweröl über 325 ⁰⁰ aus P 1398 Druck- destillat v. 13.3.41
Spez. Gewicht	0,877/50 ⁰⁰	0,889/50 ⁰⁰
Siedebeginn	229 ⁰⁰	316 ⁰⁰
Gew.% - 250	4,0	—
275	12,0	—
300	21,0	—
325	32,0	1,4
350	43,5	20,7
% Wasser	0,0	0,0
% Festes	0,009	0,19
% Asche im Ganzen	Spur	0,04
% s-Asphalt im Ganzen	0,3	0,4
Kolonnendestillation	32 % - 325	—
	68 % 325	—

Tabelle II.

Mittelöle bei der Verarbeitung von P 1398 - Druckdestillat.

Spalte	1	2	3	4	5	6
Produkt	P 1398-Druck-destillat A-Mittelöl -325°C vom 18.3.41 (Köstelmeier)	P 1398-Druck-destillat A-Mittelöl -325°C vom 4.4.41 (Lab. Dr. Fürst)	P 1398-Druck-destillat A-Mittelöl -325°C red. 8.4.41 (Köstelmeier)	P 1398-Druck-destillat 7878 Anfall -325 v. Ofen 18 v. 20.3.-9.4.41	P 1398-Druck-destillat -7878-B-Mittel- öl 150-325 v. Ofen 18 v. 20.3.-9.4.41	
Spez. Gewicht	0,856	0,848	0,857	0,816	0,836	
Anilinpunkt	56,0	56	55,0	--	55,5	
N-Gehalt	(1529):0,030	--	--	--	-- 0,005	
Jodzahl	15,7	--	--	--	--	
Siedebeginn °C	212	203	221	73	147	
x - 200 x - 225 x - 250 x - 275 x - 300 x - 325	-- 4 30 64 90 97	-- 6 33 66 89 --	-- -- 27 65 93 --	34 45 57 72 86 95	20 36 56 76 92 --	
Siedende °C	339/99	324/98,5	310/99	340/99	322/99	
Sonstiges	--	--	--	17 x - 150	--	

Tabelle III

146

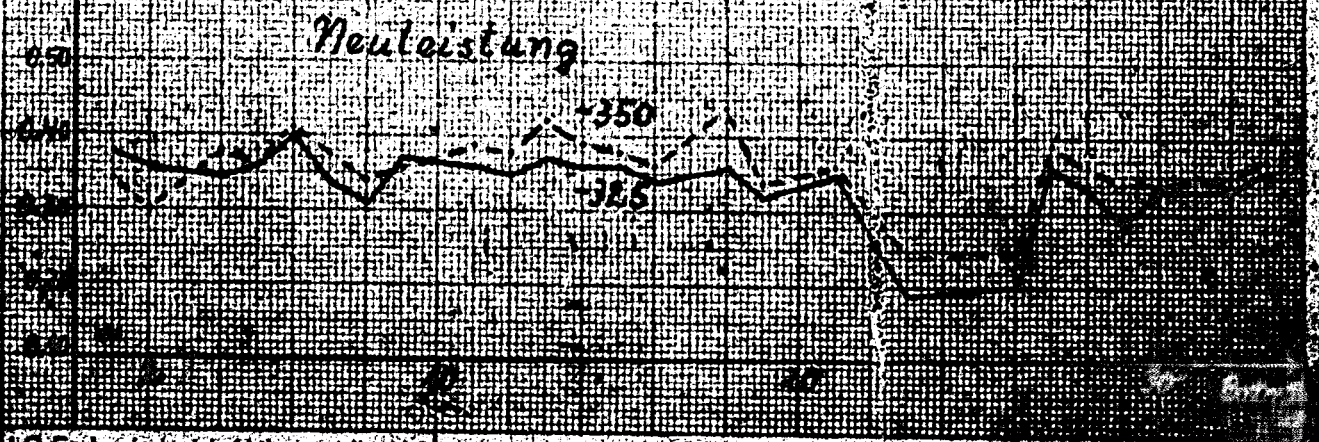
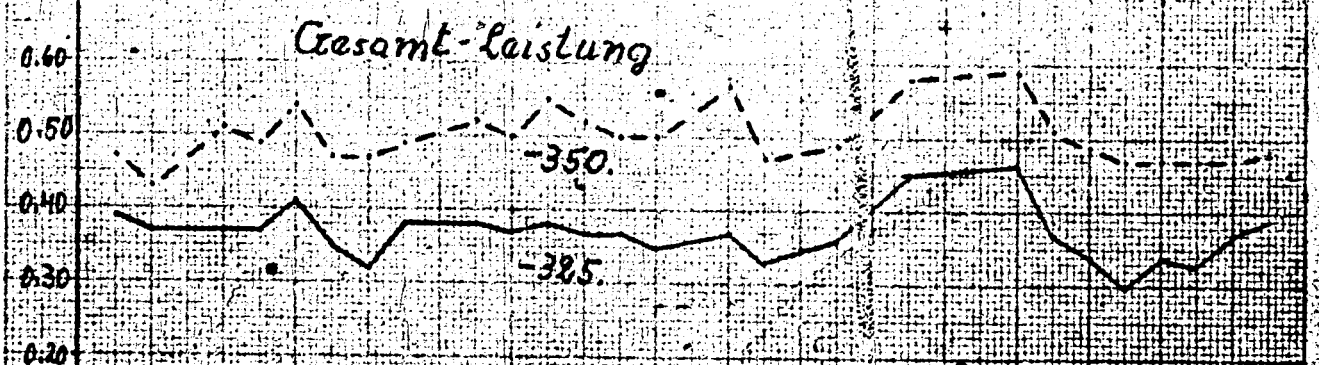
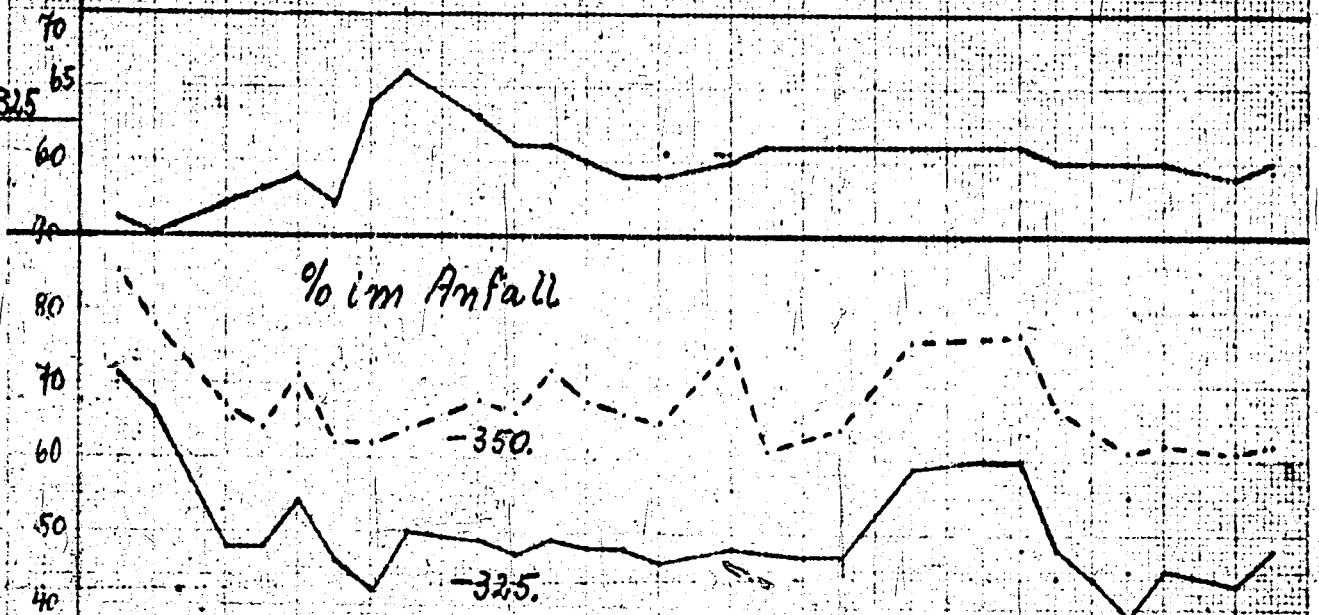
Verarbeitung von P 1398-Druckdestillat-Schweröl auf
87er-Kraftstoff.

Einspritz-Produkt	P 1398-Druck- destillat Schweröl 350	P 1398-7878- B-Mittelöl 150-325	
Spez. Gewicht	0,889 / 50°C	0,836 / 20°C	--
Anilinpunkt °C	--	56	--
Siedegrenzen °C	über 315°C	150 - 325	--
N-Gehalt (%)	--	ca. 0,005	--
Kontakt	7878	6434	Mischung
Druck	250	250	20 Teile 7878-
Temperatur	450 - 476	376	Benzin
Durchsatz	0,8	2,0	80 Teile 6434-
Gas : Öl	3,0	2,5	Benzin
Spez. Gewicht Abstreifer	0,836	0,747	--
Benzinkonzentration/150°C	ca. 7	51	--
Leistung	--	0,92	--
% Vergasung / E + V	--	21	--
Benzin spez. Gewicht	0,712	0,730	0,728
Anilinpunkt I/II	52/59	49/59	49/59
Siedebeginn	46	59	54
% - 70	14	4	8
% - 100	56	42	44
% - 150	97	96	96
Endpunkt	150/97	152/98	152/98
Dampfdruck	--	--	0,24
Zusammensetzung			
Paraffine	57	55	56
Naphthene	34	32	31
Aromaten	8	13	12
Ungewättigte	1	0	1
O. Z. Motor	65	70,5	68
Mot. + 0,12 Blei	--	--	88
Jodzahl	23,0	--	0,7
Mittelöl spez. Gewicht	836	800	--
Anilinpunkt	56	53	--
Ofen/Datum 1941	18 / April	4 / 26.4.	--
Betriebsstunden	1 - 500	200	--
Ofenblatt	3901	3959	--

Verarbeitg von P1398-2r Dest. über festang Kent. 7878 150 at. 107

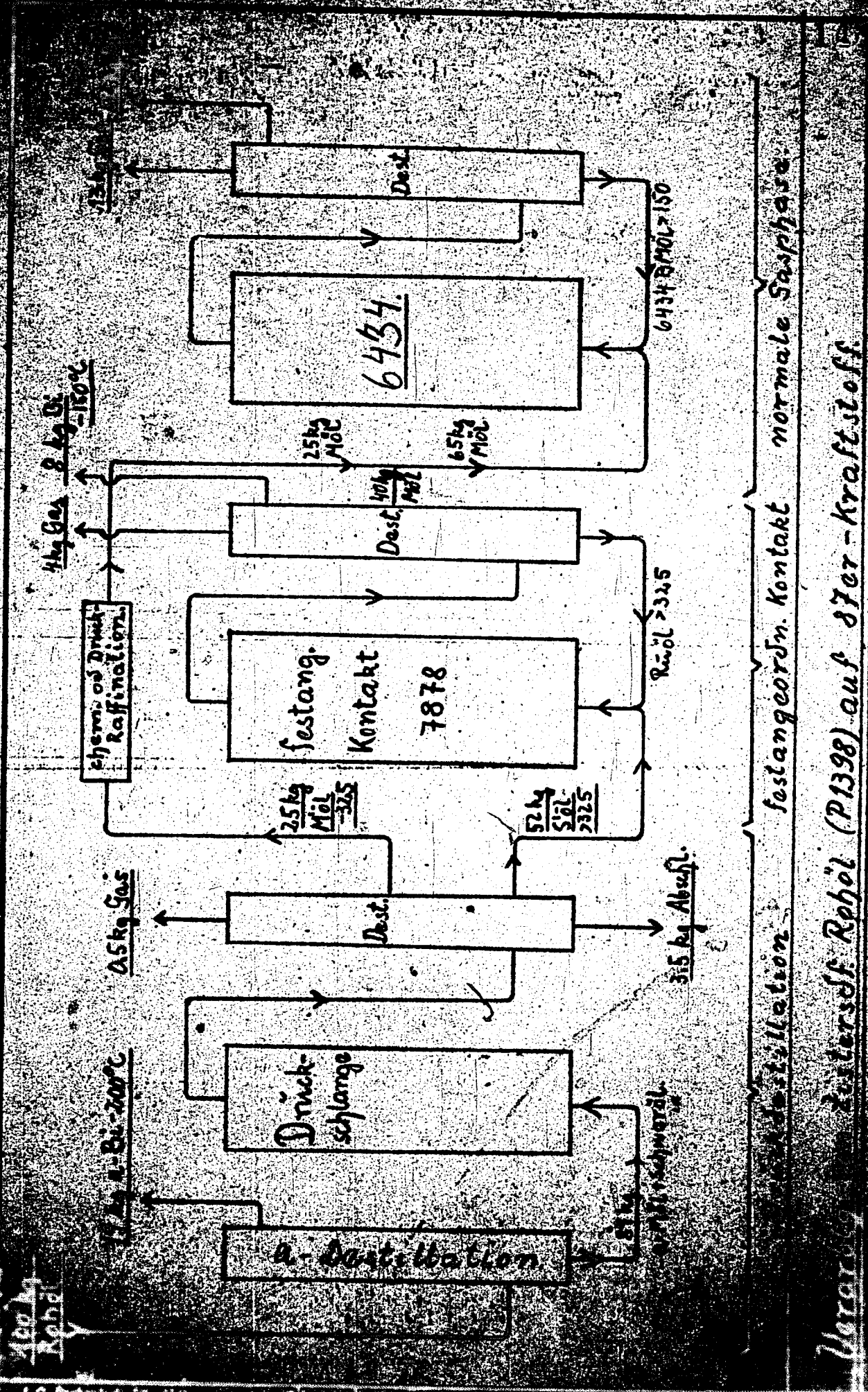
Prod.	Schweröl	Schweröl + Miöl	Schweröl
Ges-De	0.6	0.8	
Frucht-Bu	0.6	0.8	0.53
TE	442		450
TA	476		0.48
Rn	ohne		0.53
		2:1	3:2
			2:1

AP-325



I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein.

Fließ-Schema



TITLE PAGE

26. Verarbeitung von Erdöl-Rohölen,
Erdölschwerölen und Erdöl-
Druckdestillation über festan-
geordnetem Kontakt.

Working of crude petroleum
oils, petroleum heavy oil and
petroleum pressure distillation
over solid-bed catalyst.

Frame Nos. 149 - 162

1. März 1941 Gth/H.

149

26

Verarbeitung von Erdöl-Rohölen, Erdöl-Schwerölen und
Erdöl-Druckdestillation über festangeordneten Kontakt.

Zusammenfassung:

- 1.) Deutsche Rohöle, Druckdestillate aus Rohölen und Rohöl-Schweröle werden bei 250 und 600 at über festangeordneten Kontakt (meistens Tonerde-Molybdän-Kontakte) auf Mittellole verarbeitet.
- 2.) Bei Rohölen und Rohölrückständen führte Absitzen von Festen in der Vorheizung meist zu Schwierigkeiten und zwang zum Abbruch des Versuchs. Bei redestillierten oder druckdestillierten Produkten war dies nicht der Fall.
- 3.) Mit Rohölen wurden umschlechtere Mittelloleleistungen erhalten, je mehr das Ausgangsprodukt schon Mittelöl enthielt. Die besten Neuleistungen ergaben mittelölfreie Schweröle.
- 4.) Auf Grund dieser Erkenntnisse wird ein Vorschlag zur Verarbeitung von Rohölen über Druckdestillation und anschließend festangeordneten Kontakt gemacht. Ein für rumänisches Öl geschätztes Fließ-Schema ist beigelegt.
- 5.) Aus dem Anfall vom festangeordneten Kontakt konnte bei allen Versuchen ein gutes Dieselöl gewonnen werden.
- 6.) Für die direkte Verarbeitung über 6434 dürften sowohl die Rohöl-a-Mittellole als auch die b-Mittellole vom festangeordneten Kontakt nicht geeignet sein (Stickstoffgehalt, Jodzahl). Es muß wahrscheinlich eine Druckraffination (Vorhydrierung) oder chemische Raffination (H_2SO_4 -Wäsche?) eingeschoben werden. Dann sind aus allen diesen Ölen typgerechte 87er Kraftstoffe zu erhalten.

Gemeinsam mit:

Dr. Peters
Dr. Graßl
Trofimow
Dr. Rank
Dr. Furst
Dr. Schiffmann

gez. Günther,

8206

Beschreibung der Versuche.

A) Verarbeitung von Druckdestillaten: Versuche 1 bis 3.

Bei diesen Versuchen wurde das Rohöl ohne Benzin auf einige % Rückstand druckdestilliert und das gesamte Druckdestillat (also einschl. Mittelöl) über den festangeordneten Kontakt verarbeitet.

Versuch 1: Zistersdorfer Öl Druckdest. - Kontakt 7360 -
Ofenbl. 3381.

Das Druckdestillat wurde bei 250 at und von 392 - 425°C gestaffelter Temperatur mit anfänglich Durchsatz 0,4 im 200 cm-Ofen verarbeitet. Hierbei war 4 cbm Gas/kg Öl gefahren und dem Öl 0,75% OS_2 zugesetzt. Das eingehende Öl enthielt 31 % -325°C und 43% -350°C siedende Anteile. Zu Beginn enthielt der Anfall 64 % -325°. Im weiteren Verlauf des Versuches wurden dann Durchsatz und Temperatur erhöht sowie die Rückführung der über 350°C siedenden Anteile eingesetzt. Schließlich wurden bei Durchsatz 1,0 3 cbm Gas/kg Öl und Temp. 425 - 459 im Anfall 40% -325 und 52 % -350°C erhalten. Dies bedeutet (bei ca 2 % Vergasung) Neuleistungen von nur 0,08/325°C bzw. 0,08/350°C. Aus dem Anfall war, wie auch zu erwarten, ein gutes Dieselöl mit folgenden Eigenschaften herauszuschneiden:

Siedegrenzen	190 - 360°C
AP	+ 60
spez. Gew.	0,856/20°
Cetanzahl	47
Viskosität	1,20°E/20°
Stockpunkt	- 16°C

Der Gesamtanfall enthielt 7 % Paraffin (nach Holde) mit Schmelzpunkt +51°C.

Die bis 350°C siedenden Anteile enthielten 0,06 % Phenole und 0,08 % Stickstoff.

Der Versuch lief 740 Stunden störungsfrei. Nach 740 Stunden wurde auf Reitbrook-Rohöl umgestellt. (vgl. Versuch 6). Weiterverarbeitung des Mittelöles über 6434 vgl. Versuch 1b.

Versuch 2: Zistersdorfer Öl Druckdestillat - Kont. 7776 -
Blatt 3496.

Der Versuch wurde ähnlich wie der Versuch 1 gefahren. Der Durchsatz wurde über die ganze Versuchsdauer konstant

auf 0,6 gehalten. Die % -325 bzw. 350 im Anfall betragen zu Beginn (bei 250 at, gerader Durchgang, 400 - 434°C) 46 bzw. 60,5 entsprechend Neuleistungen von 0,086/325 bzw. 0,100/350, gegen Ende des Versuchs (600 at, Ru über 350, 417-450°C) 42 bzw. 58 entsprechend Neuleistung 0,058/325 bzw. 0,078/325. Während einer Periode von 8 Tagen, in der nichts geändert wurde, sank die Spaltung bis 325 bzw. 350 gleichmäßig von 46 auf 42 bzw. von 60,5 auf 57 %. Trotz mehrfacher Erhöhung der Temp. sank die Spaltung dann noch auf 38/325 bzw. 54/350 und stieg erst wieder nach Einsatz der 600 at wenig an. Im übrigen wurde auch hier aus dem Anfall ein gutes Dieselöl erhalten.

Die Neuleistungen an Mittelöl der Versuche 1 und 2 müssen als durchaus unbefriedigend angesprochen werden. Die Versuchsdauer betrug 530 Stunden bei störungsfreiem Verlauf.

Versuchs 3: Fechelbronner Öl Druckdestillat -Kontakt 7846-
Blatt 3505.

Der Versuch wurde bei 250 at und Temperatur gestaffelt von 408 - 442°C gleich mit Durchsatz 0,8 angefahren. Das Öl enthielt 0,2 % Festes und 0,1 % Asche, die allerdings erst nach der Druckdestillation durch unsaubere Gefäße hineingekommen sein sollen. Dies führte schon in den ersten Tagen zu verschiedenen Verstopfungen. Nach 4 Tagen wurde ein neues Öl mit nur 0,08% Festem und 0,01 % Asche eingesetzt. Im Anfall waren schließlich 57% -325 und 73% -350°C (Neuleistungen nur 0,024 bzw. 0,024 Durch Erhöhung der Temperatur um 1/2 MV und Steigerung des Durchsatzes auf 1,0 ließ sich die Neuleistung auf 0,10/325 bzw. 0,09/350°C steigern, was immer noch sehr unbefriedigend ist. Am 17. Tage ging schließlich endgültig die Vorheizschlange zu.

Der Anfall wurde in 6 % Benzin -200°C, 67% Dieselöl 200-360°C und 27 % Rückstand zerlegt. Das Dieselöl hatte Cetanzahl 63 und war auch in den übrigen Anforderungen einwandfrei. Das anfallende Mittelöl wurde nicht weiter verarbeitet.

B) Verarbeitung von Rohölen bzw. Rohöl-Schwerölen.

a) Versuche mit Reitbrooköl.

Versuch 4: P 1338 (Reitbrook-Rohöl)-Kontakt 5058- Blatt 3438.

Der Versuch wurde bei 250 at und Temperatur gestaffelt von 392 - 425°C mit Durchsatz 0,6 angefahren. Die Spaltung war zu Beginn ziemlich hoch. Der Anfall hatte spezifisches Gewicht 0,782 und enthielt 86% - 350°C (Ausg. Produkt 32%) entspr. Neuleistung 0,35/325°C bzw. 0,32/350°C. Im Verlaufe des Versuchs wurde mehrfach der Durchsatz geändert und die Temperatur erhöht sowie Rückführung über 325°C eingesetzt. Zum Schluß (Durchsatz wieder 0,6 Temperatur 434 - 451°C) betrug die Neuleistung nur 0,13/325 bzw. 0,15/350°C. Der Versuch verlief störungsfrei 12 Tage. Der abgebaute 5058 enthielt viele halbe Pallen, aber keinen Staub. Im Anfall war am 4. Tag (Neuleistung 0,26/350°C) 0,4% n-Asphalt gegenüber 1,2% im Ausgangsprodukt.

Versuch 5: Reitbrook-Rohöl (P 1338)-Kontakt 7820 - Blatt 3461.

Kontakt 7820 (Tonerde + 30 % MoO₃) brachte nicht bessere Ergebnisse als Kontakt 5058. Versuchsdauer 3 Tage, dann umgestellt auf Pechelbronner Öl. (P 1203), Versuch Nr. 11.

Versuch 6: P 1338, Reitbrook-Rohöl - Kontakt 7360 - Blatt 3439.

Über den Kontakt war bereits 720 Stunden Zistersdorfer "1. Druckdestillat, verarbeitet worden (Versuch 1). Die Aktivität des Kontaktes war dadurch schon soweit abgestumpft, daß weiteres Nachlassen der Kontaktaktivität nicht eintrat. Es wurden Neuleistungen von 0,17/325°C und 0,18/350°C erhalten. Die Vergasung war mit 7 % ziemlich hoch. Vom n-Asphalt wurden ca 80% abgebaut.

b) Versuch 7: Nienhagener Rohöl (P1393)-Kontakt 5058 - Blatt 3439.

Das Rohöl mit 39% - 350°C wurde mit Durchsatz 0,6 bei 250 at und Temperatur (gest.) 392 - 425°C über 5058 gefahren. Die Temp. wurde im Verlauf von 7 Tagen auf 417 - 451°C (gest.) gesteigert. Zum Schluß wurde im Anfall 58 % - 325 und 70% - 350 erhalten entsprechend Neuleistung 0,16/325 und 0,19/350. Von dem Asphalt im Ausgangsprodukt (0,4%) wurde die Hälfte abgebaut.

c) Versuche mit Bruchsaler Ölen.

Versuch 8: Pechelbronner Rohöl (P1203)-Kont-5058-Blatt 3409h.

Im Anschluß an einen dreitägigen Versuch mit Nienhagener Öl

(P 1393) wurde bei 250 at das Öl mit Durchsatz 0,6 verarbeitet. Schließlich wurde bei 434 - 459° (geartet) die Spaltung konstant bei Neuleistung 0,012 / 325°C und 0,025 / 350°C. Am 10. Betriebstag mit Pechelbronner Öl trat Druckdifferenz auf. Der Eingang des Ofens war durch einen schwarzen Propfen verstopft. Ebenso mußte der Kontakt am Eingang ausgebohrt werden, da er zusammengebacken war.

Versuche 9a und b: Pl203 Bruchsaler Rohöl - Kont. 7360 - Blätter 3464/3495.

Diese Versuche wurden bei 600 at durchgeföhrt. Im ersten Versuch ging am 9. Tage die Vorheizschlange zu; im zweiten Versuch trat am 11. Tage Druckdifferenz auf, die am 13. Tage zum Abstellen zwang. Die Eingangslinse war von fohksähnlichem Festen ausgefüllt, in der Vorheizschlange hatte sich auch viel Festes abgesetzt. An Neuleistung war erreicht worden: 0,02 / 325 und 0,06 / 350°C.

Versuch 10: P 1203 Bruchsaler Rohöl - Kont. 7320 - Blatt 3461.

Wie bei allen anderen Versuchen mit P 1203 mußte auch hier nach 10 Tagen wegen Druckdifferenz abgestellt werden. Neuleistung war 0,05 / 325 und 0,07 / 350°C.

Versuch 11: Pl448 (Bruchsaler Schweröl) - Kont. 7806 - Blatt 3483

Das Öl mit 6 % - 325°C wurde mit Durchsatz 0,6 bei 600 at und Temperatur 434 - 451°C (zuletzt 451 - 485°C) über den geschwefelten 7360 verarbeitet. Der Versuch verlief 800 Stunden (34 Tage) ohne Störung. Vom 13. Tage ab wurde die Temp. nicht mehr geändert. Die Spaltung betrug da 55% - 325 und 65% - 350°C. Am 16. Tag stieg die Spaltung plötzlich auf 62 bzw. 74 %, ohne daß dafür ein Grund angegeben werden könnte, und blieb auch dort konstant. Dies entspricht (bei 7,5 % Vergasung auf B1 + M1 - 325°C) Neuleistungen von 0,32 / 325°C und 0,36 / 350°C. Der Anfall wurde in 16 % Benzin - 195°C, 54% Dieselöl 195 - 360°C und 30 % Rückstand zerlegt. Das Dieselöl entsprach in allen Teilen den Anforderungen. Die Cetanzahl war mit 55 sehr gut. Versuchsverlauf vgl. Kurvenblatt 1.

Versuche 12 a und b: Bruchsaler Schweröl (P 1448) + Dest. Rückstand (Pl447) Kont. 7806 - Blätter 3554 und 3582.

Diese beiden Versuche wurden ähnlich wie Versuch 11 geföhrt. Dem Schweröl wurden nach 10 - 20% Destillationsrückstände zugesetzt. Die Mischungen enthielten 0,14 bis 0,2 % Festes (nur Spuren Asche), was nach jeweils 7-8 Tagen zu Ver-

stopfungen in den Leitungen führte. Bei 600 at, Temperaturen um 450°C (gestaff.) und Durchsätzen 0,6 bis 1,0 wurden Neuleistungen 0,27/325° und 0,51/350° erhalten. Aus dem Anfall ließ sich ebenso wie bei Versuch 11 ein gutes Dieselöl (Cetanzahl 55) gewinnen.

d) Versuche mit Pechelbronner Ölen.

Versuch 13: P 1450 (Pechelbronner Rohöl) - Kont. 7360 - Blatt 3521.

Der Versuch wurde bei 600 at und Temp. $417-434^{\circ}\text{C}$ (gest.) gefahren. Die Temperatur wurde während des ganzen Versuchsverlaufes (570 Std. = 24 Tage) nicht geändert. Am 7. Tage wurde 25% Rückführung über 325°C eingesetzt. Die Spaltung ging von anfänglich 70% - 350° allmählich auf 63% bis 350°C zurück; Die Neuleistung bis 325 bzw. 350°C betrug zuletzt 0,07 bzw. 0,07. Der Anfall wurde zerlegt in 12 % Benzin, 57 % eines sehr guten Dieselöls (Cetanzahl 53) und 31 % Rückstand über 360° . Am 25. Tag trat Druckdifferenz auf. Der Eingang war durch Festes verstopft (0,1 % im Ausgangsprodukt).

Versuch 14: P 1450 über 350° (Pechelbronner Öl) nicht redestilliert. - Kont. 7806 - Blatt 3576.

Der Versuch wurde wie Versuch 11 mit Bruchsaaler Schweröl bei 600 at gefahren. Es wurden ähnlich gute Neuleistungen (0,20/325 bzw. 0,24/350°) erreicht, jedoch führten die 0,3% Festes bzw. 0,2% Asche im Öl schon am 6. Tage zum Zugehen der Vorheizschlange.

c: Weiterverarbeitung von B-Produkten über 6434.

Versuch 1b: Zistersdorfer Öl - Druckdestillat-7360-BMÖl- 325°C . von Vers. 1 - Kontakt 6434-Blätter 3465 u. 3523.

Das Produkt mit 0,008% N, AP 55 und Siedende 353°C ließ sich bei 250 at nicht über 6434 benziniieren. Das Produkt wurde deshalb auf BP 325°C redestilliert. Im redest. Öl wurden neben 0,022% Phenolen sogar 0,038% N gefunden. Die J.Z. war mit 6,9 auch ziemlich hoch. Das Produkt wurde bei 250 at und anfänglich 382, später 400°C im 50 cm-Ofen mit Durchsatz 1,5 über 6434 verarbeitet. Vom 3. bis 11. Tage wurde bei 400°C (auch nach Einsatz des 6434-b-Mittelöls) ziemlich konstant im Abstreifer spez.-Gew. 0,755 erhalten. Die Benzinkonzentration betrug dabei 49 %, die Leistung an stabilisiertem L-Benzin - 150°C ca 0,70, die Vergasung (O_1-O_4) 15,8%. Das Benzin war (mit 42% -100) etwas untersiedegerecht, hatte aber Ddr. 0,48 und die recht guten

Ortanzahlen Mot. 71 und Mot. +0,12 Blei 91,5. Es war also bis auf den Gehalt an leichtsiedenden, der sich leicht auch noch richtig hätte einstellen lassen, ein typgerechter S7er Kraftstoff.

Am 12. Tage stieg das spez. Gewicht des Abstreifers innerhalb 24 Stunden auf 0,800, am 13. Tage hatte der Ofen keinen Gasedurchgang mehr. Die Verstopfung lag innerhalb des Kontaktes anscheinend am Ofeneingang. Worauf das plötzliche Abklingen der Kontakt-Aktivität und die Druckdifferenz zurückzuführen sind, ist nicht ganz klar. Für ein Abklingen in dieser Form ist erfahrungsgemäß der N-Gehalt des Produktes nicht verantwortlich zu machen, vtl. aber Gehalt an Ungesättigten (J.Z. 1). Für eine wünschenswerte ^{Re}Produktion des Versuches stand kein Ausgangsprodukt mehr zur Verfügung.

Diskussion der Ergebnisse.

Die Eigenschaften der Ausgangsprodukte sind auf Tabelle 1 die Ergebnisse der Versuche kurz auf Tabelle 2 aufgeführt.

Als Ausgangsprodukte dienten:

- I: Druckdestillate von Rohölen mit 31 - 54% bis 325°C siedenden Anteilen und nur geringem Asphalt-, Festes- und Aschegehalt.
- II: Rohöle mit 23-38% bis 325°C siedenden Anteilen, Asphaltgehalt bis 2%, Gehalt an Festem bis 0,2% und Aschegehalt bis 0,04%.
- III: Schweröle über 325 aus Druckdestillaten wurden nicht verarbeitet.
- IV: Rohöl-Schweröle über 325 mit Asphaltgehalt bis 5,5%, Gehalt an Festem bis 0,3% und Aschegehalt bis 0,2%.

Die Ergebnisse müssen besonders hinsichtlich zwei Gesichtspunkten analysiert werden:

A: Verhalten der Öle in der Vorheizung, zu Verstopfung führendes Ablagern fester Anteile.

B: Spaltung in Abhängigkeit von der Zugehörigkeit der Ausgangsprodukte zu den 4 obengenannten Gruppen.

Zu A: Das Druckdestillat aus Zistersdorfer Öl ließ sich in zwei Versuchen einwandfrei verarbeiten, ohne daß in der Vorheizung Schwierigkeiten auftraten. Im Druckdestillat aus Pechelbronner Öl traten solche auf. Es ist allerdings anzunehmen, daß das Feste in diesem Öl genetisch nicht dazu gehört und erst nach der Druckdestillation durch Verwendung ungeeigneter Gefäße hängengeraten ist. Unter Ausschaltung dieses Versuches kann man also vorerst folgern: Druckdestillate führen nicht zu Ablagerungen in der Vorheizung. Von den Rohölen wurden die mit an sich nur geringem Gehalt an festen Bestandteilen (Reithaler und Mienhagen) nur in kurzen Versuchen verarbeitet und böten da keine Schwierigkeiten. Bruchsaler und Pechelbronner Öle und Schweröle mit ihren teilweise beträchtlichen Feste-Gehalten führten immer in kurzer Zeit schon zu Schwierigkeiten (bis auf das redestillierte Bruchsaler Schweröl mit nur 0,02 % Festem).

Schweröle allein aus Druckdestillaten wurden nicht verarbeitet; jedoch weist der Versuch 11 mit redestillierten

Bruchsaler Schweröl darauf hin, daß solche Öle sich vermutlich ohne Störung werden verarbeiten lassen.

Zu B: Bei allen Ölen, die wesentliche Mengen bis 325°C siedender Anteile enthalten, sind schon wegen des geringeren Schweröldurchsatzes die Neuleistungen an Anteilen des Benzin- und Mittelölsiedebereichs gering. Darüberhinaus scheint aber Anwesenheit von Mittelöl die Mittelölneubildung zurückzudrängen. Die Neuleistungen -350°C der entsprechenden Versuche (1 bis 10) und 13) sind also mit 0,03 bis 0,19 (im Mittel 0,10) recht klein, die Neuleistungen -350 der Schwerölversuche (11, 12 und 14) hingegen demgegenüber mit 0,24 bis 0,36 (im Mittel 0,31) recht hoch und kalkulationsmäßig tragbar; gilt es doch, die Sumpf-Phase mit ihren B+M-Leistungen zu ersetzen. Aus diesen Tatsachen ergibt sich für die Verarbeitung von Rohölen ohne Sumpfphase folgender Vorschlag:

- 1.) Herausnehmen des a-Benzins,
 - 2.) Druckdestillation von Ml'Öl+Schweröl mit anschließender Trennung des Mittelöls vom Schweröl,
 - 3.) Spaltung des Schweröls über festangeordneten Kontakt zu Mittelöl unter Rückführung anfallender Schwerölanteile.
- Als Kontakt haben sich bisher bewährt Tonerde-Mo-Kontakt, besonders 7806, der geschwefelte 7360. Evtl. läßt sich aber mit wenigen Vergleichsversuchen noch ein besserer Kontakt finden.

Will man auf Dieselöl arbeiten, so braucht man nunmehr nur das Mittelöl aus der Druckdestillation und das Anfallprodukt vom festangeordneten Kontakt gemeinsam in Benzin+Dieselöl zu zerlegen. Arbeitet man hingegen auf Benzin, z.B. 87er-Kraftstoff, so muß, ehe man das Produkt über 6434 verarbeiten kann, noch eine Vorhydrierung oder Raffination (H_2SO_4 -Wäsche) des Mittelöls eingeschoben werden, da sowohl das Mittelöl aus der Druckdestillation als auch das vom festangeordneten Kontakt wegen hohem N-Gehalts nicht direkt über 6434 verarbeitet werden können. Aus allen in diesem Bericht erwähnten Rohölen lassen sich so mit Bestimmtheit typgerechte 87er Kraftstoffe erhalten, außerdem sicher auch aus rumän und vielen anderen ausländischen Ölen.

Im Hinblick auf die Verarbeitung rumänischer Öle soll nach Rücksprache mit Dr. Rank bald ein Versuch nach obigem Vorschlag mit irgendeinem vorhandenen Druckdestillat durchgeführt werden. Die entsprechenden geschätzten Zahlen für rumänisches paraffinöses Öl sind auf Bild 1 in Form eines Fließschemas niedergelegt.

Anl.: 2 Tabellen
Bild 1
Kurvenblatt

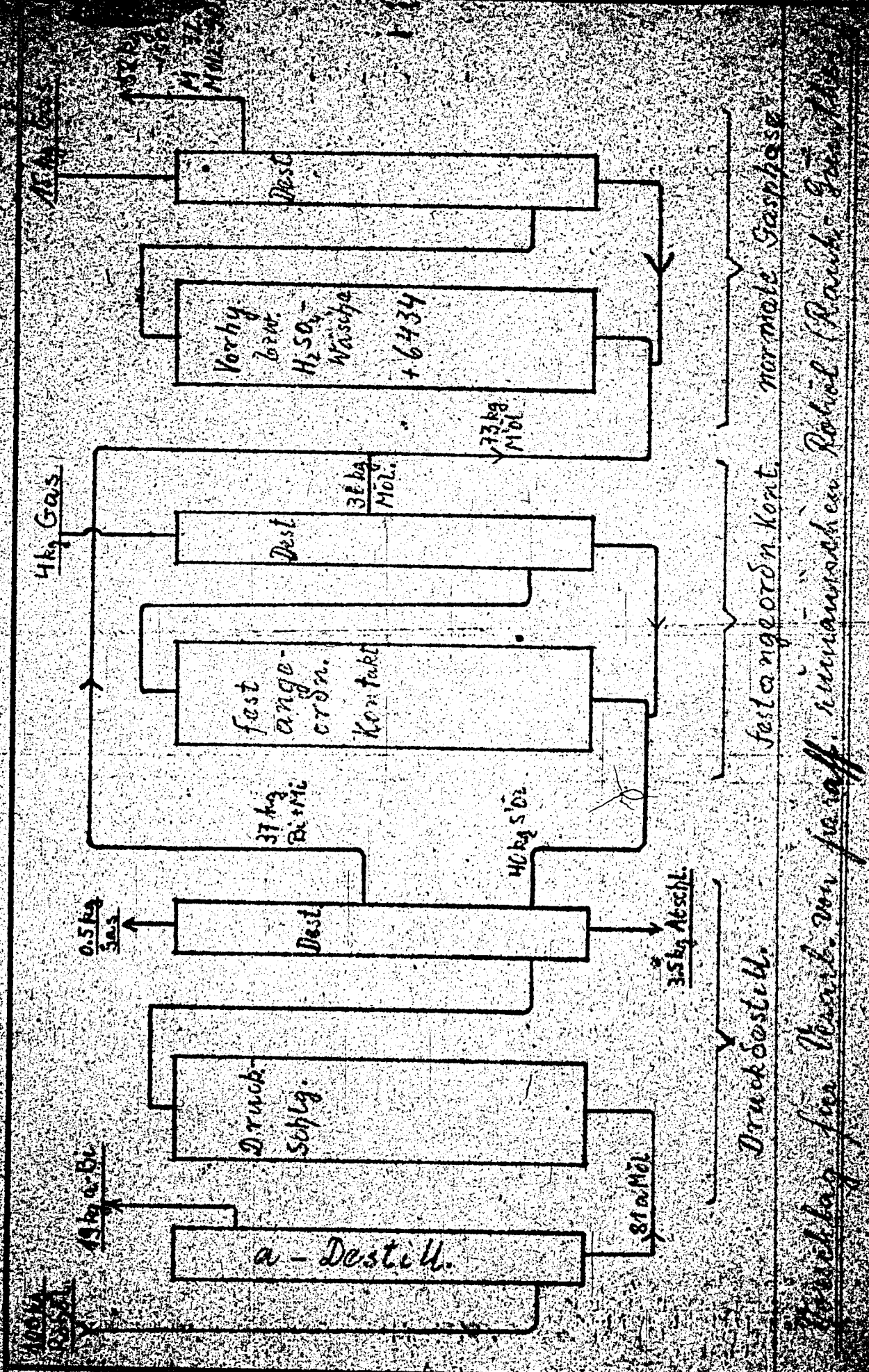
Tabelle 1: Ausgangsprodukt für Verarbeitung von schweren Ölen über festangeordneten Kontakt.

01	P 1398 Druck- destillat 17.6.40	P 1450 Druck- destillat 7.10.40	dto. feste- frei v.	P 1338 v. 13.7.39	P 1393 v. 15.7.39	P 1203 v. 29.7.40	P 1448 v. 14.8.40	P 1448 + P 1447 9 : 1	P 1448 + P 1447 8 : 2	P 1450 v. 19.8.40 filtr.	P 1450 v. 18.9.40
	Zistern- dorf	Pechel- bronn	dto.	Reit- brook	Nien- hagen	Bruch- sal	dto.	dto.	dto.	Pechel- bronn	dto.
spez. Gr.:/Temp.	881/ 50°	860/ ?	855/?	927/ 20°	886/ 20°	870/ 20°	926/ 25°	952/ 25°	920/ 50°	884/20°	934/50°
A.P. MI	55	—	—	+ 54	+ 65	61	—	—	—	ca. 69	—
Siedebeginn	225	180	156	63	81	—	205	180	180	—	182
- 180	—	—	0,5	5	8	6	—	—	—	3	—
- 325	31	47	54	23	31	35	6,4	5	7,6	38	5
- 350	43	62	69	32	38	44	11	11	14,6	50	9,4
Sieende	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
Wasser	—	0,0	—	0,0	0,3	1,7	Spur	—	0,3	—	0,6
n-Asphalt	0,06	0,5	0,5	1,2	0,4	0,6	1,6	1,0	2,0	2,2	5,5
Festes	Spuren	0,2	0,08	0,008	0,04	0,2	0,02	0,14	0,20	0,1	0,3
Asche	Spuren	0,1	0,01	0,016	0,03	0,04	Spur	Spur	Spur	0,04	0,2
Paraffin	—	—	—	0,8	3,9	3,6	—	—	—	4,2	—

Tabelle 2: Versuche zur Verarbeitung von schweren Ölen über festangeordnetem Kontakt.

No.	Öl	Kontakt	Offen- blatt	Reuleistung -3250	Druckdifferenz nach Tagen
1	P 1398 Druckdestillat (Zistersdorf)	7360-Tonerde + 6% MoO ₃	3381	0,08	ohne (30 Tg)
2	dto	7776-Tonerde + 1% MoO ₃	3496	0,09	ohne (24 Tg)
3	P 1450 Druckdestillat (Pechelbronn)	7846-Tonerde + 10MoO ₃ +3W ₂ O ₃	3595	0,10	4
4	P 1338 Rohöl (Reitbrook)	5058-Wolframsulfid	3433	0,13	ohne (12 Tg)
5	dto.	7820-Tonerde + 30 MoO ₃	3461	ca. 0,10	ohne (3 Tg)
6	dto.	7360	3381	0,17	ohne (10 Tg)
7	P 1393 Rohöl (Nienhagen)	5058	3439	0,16	ohne (-7 Tg)
8	P 1203 Rohöl (Bruchsal)	5058	34095	0,01	10
9a	dto.	7360	3464	0,02	9
9b	dto.	7360	3495	0,02	11
10	dto.	7820	3461	0,05	10
11	P 1448 Schweröl redest. (Bruchsal)	7806 = 7360 Geschwefelt	3485	0,32	ohne (34 Tg)
12a	P 1448 + 10 bis 20 % P 1447 (Bruchsal)	7806	3554	0,27	7
12b	Schweröl + Dest. Rückst.	7806	3582	0,27	8
13	P 1450 Rohöl (Pechelbronn)	7360	3521	0,07	25
14	P 1450 Schweröl nicht redest. (Pechelbronn)	7806	3576	0,20	6

Bild 1

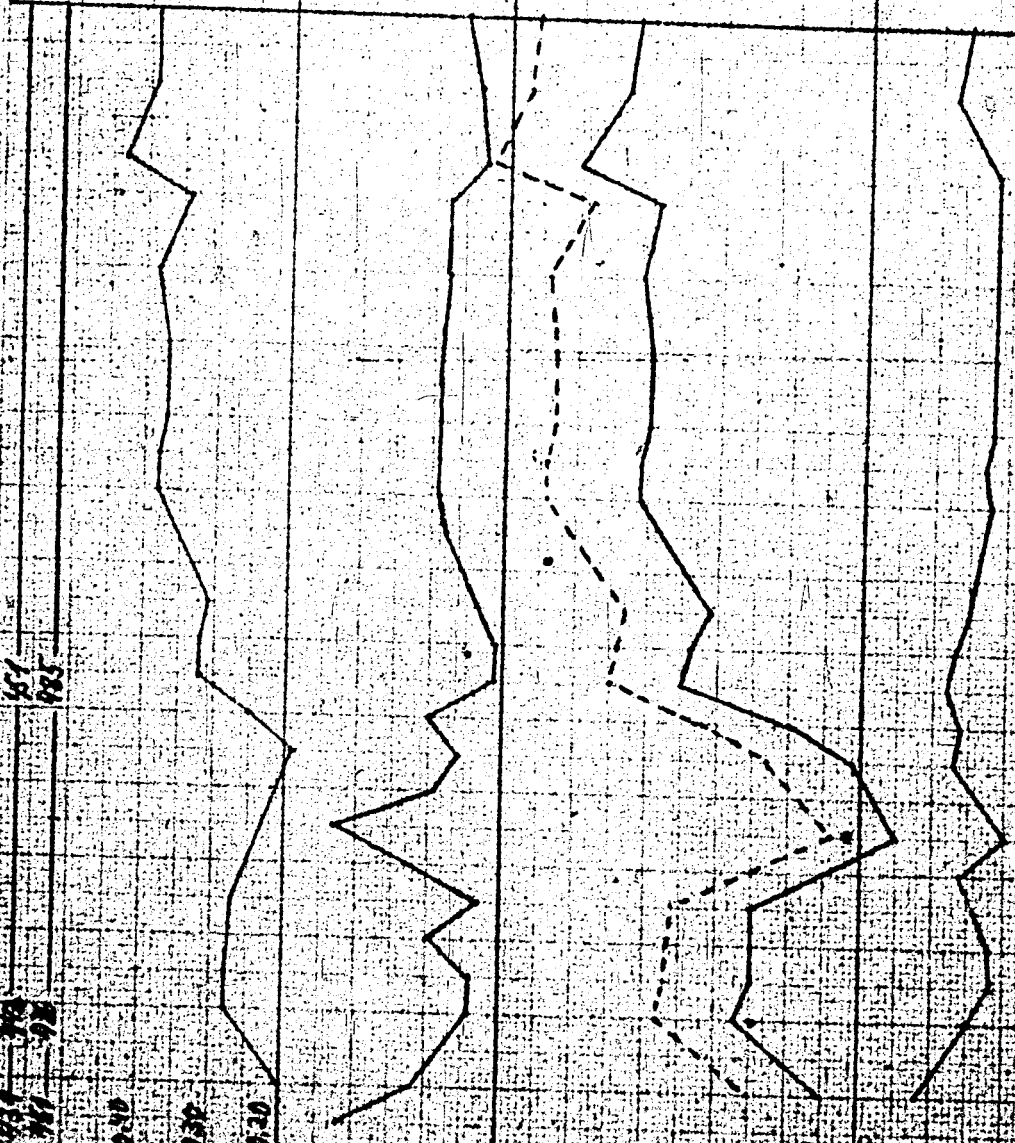


Druckdestillations-Apparatur
mit 4 Stufen an Rohöl

Druckdestillations-Apparatur

Veränderung d. Durchschnitts-Gründertiefen (P4448) über festangeord. Kent. 784 - 1926

600 at Du 0.6



IG Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein

325
30

TITLE PAGE

27. Hydrierversuche mit Pechelbronner
01. Hydrogenation experiments
with Pechelbronn oil.

Frame Nos. 163 - 166

3. Oktober 1940. Pa/Pf.

103

J. Müller

*Dr.
W.
4
Stk.*

Hydrierungsversuche mit Pechelbronner Öl.

(Vorläufige Ergebnisse)

(27)

1.) Vorhydrierung des gesamten Rohöls über K 7360 (akt. Ton + 5 MoO₃).

Das filtrierte Rohöl wurde bei 600 atm Druck und Durchsatz 0,6 bei 415 - 435° gestaffelt über Tonerdemolybdänkontakt vorhydriert. Dabei fiel ein hellbraunes Produkt mit 58 % - 325° und 70 % - 350° an bei 9 % Benzin - 180°. Die Vergasung betrug 3,7 % auf Einspritzung. Der Asphalt (ca. 2,2 % im Eingang) wird praktisch ganz abgebaut. Aus dem Anfallprodukt konnte ein Dieselöl (ca. 57 %) mit guter Cetenzahl herausgeschnitten werden (Anilinpunkt + 71 und 1,225° B bei 20°). Nach 150 Betriebsstunden wurden die Anteile > 325° zurückgeführt, wobei ein Anfallprodukt mit 54 % - 325° und 66 % - 350° anfiel. Die Vergasung ging auf 1,6 % zurück. Bei diesen Bedingungen lief der Ofen ca. 600 Betr.-Stunden ohne Abklingen. Beim Ausbau zeigte sich jedoch eine Verstopfung am Ofeneingang, die wahrscheinlich von Spuren von Festem herrühren, die bei der Filtration durchs Filter gingen.

2.) Vorhydrierung von Rückstand über 350° aus Pechelbronner Rohöl.

Destillationerückstand über 350° (ca. 50 % vom gesamten Rohöl) mit 5,5 % N-Asphalt führt über geschwefelten Tonerdemolybdänkontakt (Kugeln) bei 600 atm, Durchsatz 0,6 und 435 - 450° gestaffelt. Das Anfallprodukt sieht grünbraun aus und hat

etwa 50 % - 350^o, was einer Heuleistung von 0,21 entspricht.
Das anfallende Mittelöl liegt mit Anilinpunkt + 54^o wesentlich
niedriger als A-Mittelöl aus dem Rohöl (ca. 69) bzw.
B-Mittelöl aus dem Gesamt-Rohöl über 7360. Bis jetzt läuft
der Versuch 4 Tage ohne Abklingen.

3.) Benzinierung des 7360 - B - Mittelöls über 6434.

In Tabelle 2 sind die Benzinierungsergebnisse der
Benzinierung von Elwerather-Gasöl und Nienhagener a + s-Mittel-
öl (chem. raff.) über 6434 gegenübergestellt. Die Benzinierung
bei 250 atm geht ohne Abklingen. Die erhaltene Oktanzahl liegt
ca. 5 Punkte ungünstiger als aus dem zum Vergleich aufgeführten
Mittelölen aus Elwerather- und Nienhagener Rohölen, was wohl
darauf zurückgeführt werden kann, daß letztere bei nur 200 atm
Druck benzinieren wurden. Wahrscheinlich läßt sich das über
K 7360 vorhydrierte Produkt auch bei 200 atm über 6434 benzi-
nieren.

Zusammenfassend läßt sich sagen, daß man aus dem Rohöl
über 7360 bei 600 atm ohne Aufhydrierung
durch die Vorhydrierung ein Mittelöl erhält, das in seinen
Eigenschaften dem A-Mittelöl entspricht, aber besser raffiniert
ist. Der Asphaltabbau ist vollständig, wieweit die im fil-
trierten Rohöl noch enthaltenen Spuren Asche zu Störungen
Anlaß geben können, wäre noch zu prüfen.

gez. Peters

" Graßl

Tabelle 1.
Vorhydrierung von Pechelbronner Rohöl
über 7360 bei 600 atü.

	P 1450 v. 19.8.40 Rohöl Pechelbronn	7360 Anfall mit Ru > 325° 3 : 1
spez. Gewicht	0,884	0,840
Benzolunlöslich	0,1	0,0
Asche im Ganzen	0,04	Spuren
% n - Asphalt	2,2	0,0
% Paraffin (Holde)	4,2	
Siedekurve Beginn		108
bis 180°	2,9	9,5
" 225°	8,6	17,0
" 300°	28,3	44,5
" 325°	37,5	53,5
" 350°	49,9	66,0
Farbe	schwarzbraun	hellbraun
A.P. bis 325°	+ 68°	+ 68°
Versuchsbedingung		
Durchsatz		0,6
m ³ H ₂ /kg		3
Temperatur		415 - 435°
Vergasung / Ein		1,6 %
Neuleistung bis 325°		0,1
bis 350°		0,07
Ofen		325
Blatt		3521

Tabelle 2.

100

6434 - Benzinierung des 7360 - vorhydrierten Pechelbronner

Rohöles : Mittelöl bis 350°.

Einspritz- Produkt	Mittelöl - 350° aus Rohöl Pechelbronner 7360 vorhydriert		Zum Vergleich P 189 Elwerather Gasöl	Zum Vergleich Nienhagener M'öl A + S (raff.) P 1393	
<u>Einspr.-Produkt</u>					
Spez. Gew.	0,820		0,833	0,852	
Anilinpunkt	+ 67		+ 65	+ 57	
Siedegrenzen	160-344/99		177-333	207-358/98	
Druck	250		200	200	
Temperatur	382°		395°	400°	
Durchsatz	2,0		2,0	1,5	
m ³ H ₂ /kg Öl	2,5		2,5	2,5	
Anfall spez. Gew.	0,746		0,750	0,750	
Bi-Konzentration	58/180	44/150	64/180	63/180	51/150
-Leistung	1,08	0,83	1,20	0,9	0,7
% Vg/Bi + Vg	8,8 %	—	7,5	8,0	12,0
Bi spez. Gew.	0,711	0,694	0,725	0,724	0,708
Anilinpunkt	56	57	53	52	54
Siedebeginn	34	33	34	35	37
% bis 700	18	29	17	14	21,5
% " 1000	38	54	39	38	55
% " 1500	77	94	80	80	97
% " 1800	97	—	97	96,5	—
Endpunkt	183/95	150/94	183	180	150
O.Z. Res.	63,5		68,5	70,3	75
Met.			68,5	69,0	75
Mittelöl Spez. Gew.	0,800	0,793	0,804	0,802	0,798
A.P.	71	68	67,5	62	57
Ofen / Tag	9 / 30.9.40		Mittelwert	3/22.8.	3
Betr.-Std.	200		aus	39	—
Ofenblatt	3564		3 6434 Partie- prüfungen	260	40
				2731	273

TITLE PAGE

28. Tieftemperaturhydrierung von Erdölen.
Low temperature hydrogenation
of petroleum oils.

Frame Nos. 167 - 169

163

Herrmann

Tieftemperaturhydrierung von Erdölen

(Versuche von Dr. Krönig aus dem Jahr 1936) ¹⁾

(28)

Analog der Tieftemperaturhydrierung von Braunkohlenschwelteer wurde versucht, Erdöle zur Gewinnung von Schmieröl und Gasöl über festen Kontakt bei tiefen Temperaturen raffinierend zu hydrieren. Das Ziel dieser Versuche war ein helles Produkt.

Versuch I a.

Filtriertes Forster - Rohöl (P 1203) wurde bei 250 atm über druckgeschwefelten 3510 (4 mm Körner) unter Zusatz von 2,4 % CS₂ bei 356° gefahren. Die Gasmenge betrug 2 m³ / kg Frischöl, im Ofen wurde von unten nach oben gefahren. Selbst bei dem geringen Durchsatz von 0,26 wurde dunkelgrün-braunes Produkt erhalten. Versuchsdauer 3 Tage. Der Vergleich des Ausgangsproduktes mit dem Eingangsprodukt zeigt einen nur geringen Raffinationseffekt:

	Frishöl	Anfallprodukt
spez. Gewicht	0,883	0,870
% - 180°	4,4	6,5
% - 325°	32,8	34,9
s-Asphalt	3,4	1,9

1) Zusammenstellung Dr. Herrmann 8.XII.37 Nr. 12 270 1.

M 097

Versuch I b.

Anschließend wurde mit gleichen Bedingungen wie I a mittelölhaltiges Irakrohöl (P 1231) über den Kontakt gefahren. Auch hier wurde ein schlecht aussehendes Produkt erhalten. Ein Versuch mit erhöhter Gasmenge ($8 \text{ m}^3 / \text{kg Frischöl}$) ^{um} reaktionsfähige Schaumphase herzustellen, zeigte bezüglich Aussehen des Produktes keinen Erfolg. Versuchsdauer 4 Tage. Katalysator gut erhalten (4,15 % C, 0,7 % H).

	Frischöl	Amfallprodukt
spez. Gewicht	0,936	0,910
% - 180°	6,5	5,9
% - 325°	38,3	41,3
% Asphalt	10,1	2,8

Die Entfernung von O + W + S war befriedigend (von 2,08 auf 0,97).

Versuch II.

Hier wurde der Versuch gemacht, bessere Hydrierung dadurch zu erreichen, daß von oben nach unten gefahren wurde. Beim Herunterrieseln des Öles über den Katalysator (3510 druckgeschwefelt in Pillen) sollte sich auf den glatten Pillenflächen ein dünner Ölfilm ausbilden, welcher einen guten Wasserstoffübergang gewährleisten würde. Um ein bevorzugtes Herabfließen an der Wand zu verhindern, wurden in die Kontaktschicht mehrere Blechringscheiben eingebaut, die das Produkt jedesmal nach der Ofenmitte sammelten. Es wurde filtriertes mittelölhaltiges Irakrohöl (P 1231) bei 250 atm unter Zusatz von 2,4 % OS_2 mit Durchsatz 0,22 bei 347°

über druckgeschwefelten 3510 gefahren. Die Gasmenge wurde bei $1,5 \text{ m}^3 / \text{kg}$ Frischöl gehalten, um möglichst lange Verweilzeit zu bekommen und den Ofen nicht übermäßig auszutrocknen. Versuchsdauer 4 Tage, am 4. Tage wurde der Anfall ständig schlechter. Beim Ausbau zeigte sich der Kontakt teilweise verbacken und zerfallen. Die Resultate bei Abwärtsströmung, 347° und 0,22 Durchsatz waren schlechter wie bei Aufwärtsströmung, 356° und 0,26 Durchsatz. In Anbetracht dieser Tatsache und des schlechten Kontaktausbaues bei Abwärtsströmung wurde Abwärtsströmung für diese Art der Hydrierung als ungeeignet befunden.

Versuch III.

Es wurde die Eignung von 5615 (Ni-W-Sulfid) für Tieftemperatur Hydrierung von Erdölen untersucht. Forster Öl (P 1203) wurde bei 250 atm mit Durchsatz 0,26 unter Zusatz von $2,4 \%$ CS_2 und 2 m^3 Gas/kg Frischöl bei $330 - 364^\circ$ ¹⁾ über 5615 (Pillen) gefahren. (Aufwärtsströmung, Versuchsdauer 8 Tage). Es ist bei diesem Versuch nicht klar, ob Abklingen des Kontaktes oder Verschwinden einer anfänglichen Spitze vorgelegen hat. Auch bei diesem Kontakt wurde braunes Anfallprodukt erhalten und der Versuch als unbefriedigend abgebrochen. Im Vergleich zu geschwefeltem 3510 scheint 5615 in der Art des Reaktionsablaufes etwas anders zu sein, da das Schweröl aus dem Anfall gegen den Anfall beim Fahren über 3510 bei höherer Viskosität einen viel geringeren Asphaltgehalt aufweist. Der Kontakt zeigte sich beim Ausbau mechanisch sehr gut erhalten (3 % C-Gehalt).

gez. Rank

¹⁾ während des Versuchs erhöht.

TITLE PAGE

29. Verarbeitung von Rhenania-Ossag-Erdöl
Vakuumdestillat auf L-Benzin und
Autobenzin.

Working of Rhenania-Ossag petroleum
vacuum distillate for aviation
and automobile gasoline.

Frame Nos. 170 - 179

Verarbeitung von Rhonania-Ossay-Erdöl

Vakuumdestillat auf L-Benzin und Autobenzin.

29

Zusammenfassung.

Die beiden Sammeldestillate leicht und schwer lassen sich bei 250 at^u über 6058 ohne Abklingen spaltend vorhydrieren, wobei es zweckmäßig erscheint, die Anteile über 325° zurückzuführen und auf ein Produkt mit Endpunkt 325° hinzuarbeiten, da sich dieses über 6434 mit besserer Leistung benzinieren läßt, als Mittelöl mit Endpunkt 350°. Beim Fahren mit Rückführung > 325° kann eine Neuleistung - 325° von ca 0,6 erhalten werden. Das Anfallprodukt enthält ca 40 % Benzin - 180°, die Vergasung auf Einspritzung beträgt ca 5 %.

In Mischung (1 : 1) mit Lützgendorfer Teeröl erhält man bei 1 MV höherer Temperatur Neuleistung - 325° 0,22. Das Anfallprodukt hat 14 % Benzin. Die Vergasung auf Einspritzung beträgt ca 3 %; beim Fahren ohne Rückführung ist der Kontakt abgeklungen.

Die Benzinierung der B'Mittelöle bei 250 at^u über 6434 geht mit B'Mittelöl aus Sammeldestillat leicht (Endpunkt 335°) mit L-Benzin Leistung von ca 0,65. Die Oktanzahl dürfte bei 70 M M liegen.

B'Mittelöl aus Sammeldestillat schwer mit Endpunkt 354° schädigt den Kontakt bei Durchsatz 2,0 auf die Dauer. Das erhaltene L-Benzin -135° hatte einschliesslich Vorhydrierungsbenzin Oktanzahl 73 M M bei 61 % - 100°. Die L-Benzin Leistung betrug 0,46, die Vergasung 13,5 % auf nichtstabilisiertes Benzin.

Mit B'Mittelöl aus der Mischung mit Lützkendorfer Teeröl klang der Kontakt schnell ab, obwohl das Einspritzungsprodukt hohen Anilinpunkt (+ 39) und geringen Stickstoffgehalt hatte. Es wurde bei

L-Benzin Leistung ca 0,4 ein Benzin mit Oktanzahl 74,5 (MM) bei 37 % bis 100° und einer Vergasung von 21 % auf stabilisiertes Benzin erhalten.

Danach ist es zweckmässiger die beiden Produkte getrennt zu verarbeiten, da Lützkendorfer Teeröl - 350° für sich sowohl bei der Vorhydrierung als auch bei der Benzinierung ohne Katalysator-Abklingen verarbeitet werden kann.

Wir erhielten von der Rhenania-Ossag 3 Proben von Schmieroel-vakuumdestillaten aus Reithbrookool, die für die Verarbeitung in Pölitz bestimmt sind. Bei diesen Schmieroelproben handelte es sich um eine Fraktion mit den Siedegrenzen $270 - 440^{\circ}$ bei 30 mm. Vakuum, welche als Sammeldestillat "schwer" bezeichnet war, sowie um 2 Fraktionen von $270 - 400^{\circ}$ "Sammeldestillat leicht" und "Sammeldestillat leicht neu". Die Eigenschaften dieser Oele sind in Tabelle 1 zusammengestellt.

Die Oele wurden bei uns auf folgendem Wege auf Benzin verarbeitet:

- 1.) Spaltende Vorhydrierung über Kontakt 5058 in 200 ccm-Öfen bei 250 Atm. im geraden Durchgang oder unter Rückführung der schweren Anteile über 325° bzw. 350°C allein und in Mischung 1 : 1 mit Lützkendorfer Teeroel. Die Ergebnisse der 5058 Vorhydrierung enthält Tabelle 2.
- 2.) Benzinierung des Vorhydrierungsanfalls über Kontakt 6434 in 50 ccm-Öfen bei 250 Atm. nach Abtrennung der Benzinfraktion bis 150° . (Siehe Tabelle 4).

1) Verarbeitung bei 250 Atm. über 5058.

Die Verarbeitung über 5058 verläuft glatt. Es konnte dabei durch geeignete Wahl der Versuchsbedingungen soweit gespalten werden, dass man direkt Produkte mit Endpunkt unter 350° erhält. Sammeldestillat leicht gab mit Durchsatz 0,8 bei $380-415^{\circ}\text{C}$ (gestaffelt)

unter Rückführung der Anteile $> 325^\circ$ eine Neuleistung $- 325^\circ$ von 0,70. Das Anfallprodukt enthielt ca. 60 % Benzin $- 180^\circ$, der Endpunkt ging auf 335° zurück. Sammeldestillat schwer wurde bei etwas tieferer Temperatur gefahren, wobei mit Rückführung $> 325^\circ$ eine Neuleistung von 0,56 bei Rückführung der Anteile über 350° 0,45 Neuleistung erhalten wurde; die Vergasung auf Einspritzung betrug 5 % bzw. 3,2 %. Ein charakteristischer Unterschied in der Verarbeitung zwischen Sammeldestillat leicht und schwer ergibt sich demnach nicht, was auch schon aufgrund der grossen Ähnlichkeit der beiden Ausgangsprodukte zu erwarten war. Beim Fahren mit Rückführung konnte kein Abklingen festgestellt werden.

Der Ofen mit P 1444 leicht (Of, 15) wurde nach ca. 380 Betriebsstunden auf eine Mischung von Lützkendorfer Teeröl und Sammeldestillat schwer 1:1 umgestellt. Dieses Produkt konnte mit Rückführung $> 325^\circ$ bei $400-435^\circ\text{C}$ gefahren werden. Bei 0,22 Neuleistung $- 325^\circ$ hatte das Anfallprodukt ca 14 % Benzin $- 180^\circ$ und 56 % $- 325^\circ$. Das Mittelloel $- 325^\circ$ hatte Anilinpunkt + 39, 0,71 Phenole und 0,008 % Stickstoff. Die Vergasung betrug 3,2 % auf Einspritzung. Mit Sammelprodukt leicht ~~nen~~ liegt nur ein sehr kurzer Versuch vor. Danach scheint dieses Produkt etwas besser zu spalten als die beiden anderen Sammeldestillate.

2) Benzinierung der Vorhydrierungsmittelloele über 150°
mit Katalysator 6434 (Tabelle III)

B-Mittelloel $> 150^\circ$ aus Sammeldestillat leicht mit Endpunkt 335° gab bei Durchsatz 2,0, 382° und 250 atm Druck L-Benzinleistung 0,80 bei 12,6 % Vergasung. Bei nur 48 % Anteilen $- 100^\circ$ und Endpunkt 156° wurde Oktanzahl M 68,5 mit 0,12 Pb 90 bestimmt. Beim Fahren auf Autobenzin war die Leistung 1,12, Oktanzahl Res 61 bei nur 30 % $- 100^\circ$. Wegen der kurzen Versuchsdauer kann über Abklingen nichts gesagt werden. Bei richtigem Abschneiden der Benzine kann mit Leistung von 0,65 (L-Benzin) und 1,0 Autobenzin ge-

rechnet werden.

B-Mittelöl aus Sammeldestillat schwer mit Endpunkt 354° wurde unter den gleichen Bedingungen angefahren wie das aus Sammeldestillat leicht. Es wurde 150er Leistung von 0,59 erhalten, also geringer als bei B-Mittelöl aus Sammeldestillat schwer, was wohl auf den höheren Endpunkt zurückzuführen ist. Durch Temperaturerhöhung um 1/2 EV konnte die Leistung auf 0,98 gebracht werden; bei nur 43,5 % - 100° hatte das Benzin Oktanzahl Res 71,8. Die Vergasung betrug 8 %. Im Anfallverhältnis mit dem Vorhydrierungsbenzin gemischt, ergab sich Oktanzahl 67,4 (Motor). Die Autobenzinleistung betrug bei diesen Bedingungen 1,2, die Oktanzahl 66,5 Res bei 33% - 100°. Nach Umtellen auf eine andere Produktcharge mit Endpunkt 342° scheint der Kontakt etwas nachgelassen zu haben, denn es wurde durch Herausschneiden eines siedegerechten L-Benzins - 130° nur Leistung 0,46 erhalten. Die Oktanzahl war 73 M.M. und das Benzin hatte 61,5 % - 100°. Das Vorhydrierungsbenzin allein hatte Res 67,5 und M. 64; nach Mischung der beiden Benzine ergab sich ein Benzin mit Oktanzahl 70 M.M. und mit 0,12 Pb 87. Die Vergasung betrug 13,5 % auf nichtstabilisiertes Produkt. Es ist wahrscheinlich, dass das Mittelöl mit 350° Endpunkt bei etwas geringerem Durchsatz (etwa 1,5) ebenfalls ohne Abklingen benzinisiert werden kann.

Die Benzinierung des B-Mittelöles - 325° aus der Mischung mit Lützkendorfer Teeröl wurde bei Durchsatz 1,5 und 250 atm Druck und 390° über 6434 angefahren. Die L-Benzin-Leistung fiel jedoch innerhalb von 70 Stunden von 0,73 auf 0,57 ab. Nach mehrmaliger Temperaturerhöhung bis auf 416° und Fahren mit Rückführung konnte die Leistung von 0,58 nicht erhöht werden. Mit schlecht abgeschnittenem B-Mittelöl (Endpunkt 339°) klang der Kontakt bis auf Leistung 0,40 ab; dies kann neben der Siedekurve auch in dem wesentlich höheren N-Gehalt dieses Einspritzproduktes (0,013 %) seinen Grund

haben. Das erhaltene Benzin hatte nach der Stabilisierung Oktanzahl 74,5 und mit 0,12 Pb 89,5 bei nur 37 % - 100°. Die Vergasung war 21,1 %.

gez. Graßl

Gemeinsam mit:

Dr. Peters

Dr. Günther

Dr. Reitz

Dr. Trofimow

Dr. Fürst

Tabelle I

Öle von der Rheinania - Ossag. für Pölitz bestimmt.

Bezeichnung	Sammeldestillat schwer	Sammeldestillat leicht	leichtes Sammel- produkt neu	P 1445 + P 1443 (1 : 1)
Menge ca. Eingang	10 Ltr. n.l. Paß 29.6.40 P 1445	10 Ltr. n.l. Paß 29.6.40 P 1444	10 Ltr. 29.6.40 keine P Nr.	
Farbe	dunkelgrün	dunkelgrün	blaugrün	
Spez.-Gew. bei 50°C	0,916	0,913	0,906	1,000/20
Anilinpunkt °C	68	68	64	—
Siedekurve °C				
Beginn	328	335	333	223
— 350°C	5,0	4,1	4,5	-325° : 32
n-Asphalt %	0,1	0,05	Spur	-350° : 44
Paraffin (n.Holde) % os.	1,0	0,5	0,5	0,2
Kokstest %	1,2	0,53	0,12	—
Flammpunkt °C	194	190	180	
Stoßpunkt °C	-23	-26	-28	
Viskosität b. 50°C	7,7°E	6,7°E	4,0°E	
Vak.-Kurve (bei 18 mm Hg)	spez. Gew.	spez. Gew.	spez. Gew.	
— 225°C	6,6	7,5	11,0	
— 275°C	27,6	29,8	43,3	
— 325°C	55,1	57,0	79,6	
— 375°C	11,8			

Arbe	Spez. Gew.	Äu	dunkelgrün	bla
Anilin	68	0	0,913	0,913
Siedepunkt	328	68	68	68
Beginn	5,0	328	335	335
% - 35	0,1	5,0	4,1	4,5
n-Asphalt	1,0	0,1	0,05	Spur
Paraffin	1,2	0,5	0,5	0,5
(n.Holde)	194	0,53	0,53	0,12
Kokstest	-23	190	190	180
Flammpunkt	7,7°E	-26	-26	-28
Stockpunkt		6,7°E	6,7°E	4,0°E
Viskosität b. 50°C				

Vak.-Kurve	spez. Gew.	spez. Gew.	spez. Gew.
(bei 18 mm Hg)			
% - 275°C	6,6	0,891/20°	11,0
% - 325°C	27,6	0,900/40°	43,3
% RU 325°C	55,1	0,907/60°	79,6
	44,9	0,913/90°	20,4

% C	% H	% O	% N	% S	g H/100 g C	H disp.
85,21	11,49	1,17	(0,10)	(2,03)	13,5	13,15
85,25	11,80	0,82	(0,09)	(2,04)	13,84	13,54
85,55	12,03	0,48	(0,06)	(1,88)	14,05	13,86
88,12	9,11	1,09	0,41	1,27	10,3	—

Tabelle II.

Verarbeitung von Rhenania - Ossag - Erdoel - Vakuumdestillat

Über 5058 bei 250 atm (Stufe 1)

Produkt	P 1444 Sammeldest. leicht v. Rhenania-Ossag v. 29.6.40	P 1445 Sammeldest. schwer v. Rhenania-Ossag v. 29.6.40	P 1443 + P 1445 (1 : 1) Lutzendorfer Teeröel + Sammeldest. schwer 1 : 1	
Versuchsbed.				
Kontakt	5058	5058	5058	5058
Druck atm	250	250	250	250
Temperatur (Schlg.-Ofen)	19-21 MW	19 ⁵ -20 ⁵	19 ⁵ -20 ⁵	20 ⁵ -22 ⁵
Durchsatz	0,8 3 m ³ /kg	0,8 3 m ³ /kg	0,8 3 m ³ /kg	0,8 3 m ³ /kg
Gas : Oel	ohne	ohne	ohne	RU 3 : 2
Rückführung	ohne	RU 3:1>325	RU 4:1>325	RU 4:1>325
Anfallprod.				
Spez.-Gew.	0,780	0,805	0,776	0,861
Siedebeginn	52°	77°	62°	78°
% - 180	41,5	25	41	10,5
% - 225	55,5	40	56	19,5
% - 300	73	56	78	39,5
% - 325	78	64	84	48
% - 350	83	70	91	60
Endpunkt	—	—	—	—
A.P. gesamt	72,5	—	73,5	—
AP.M'81>150	oa 75	—	—	—
Phenole	—	—	—	46
i. Guss.F.	—	—	—	—
N1.M'81>150°	0,014	0,019	0,023	0,008
Reinheit				1.M'81-325°

(Sohlgr. Ofen)	19-21 MV	195-215	195-205	195-205	205-225	205-225	205-225
Durchsatz	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8
Gas : Oel	3 m ³ /kg	3 m ³ /kg	3 m ³ /kg	3 m ³ /kg	3 m ³ /kg	3 m ³ /kg	3 m ³ /kg
Rückführung	ohne	RU 3:1>	RU 4:1>325	RU 5:1>350	ohne	ohne	ohne
<u>Anfallprod.</u>							
Spez. Gew.	0,780	0,746	0,805	0,776	0,803	0,855	0,866
Siedebeginn	52°	50°	77°	62°	75°	64°	80°
% - 180	41,5	62	25	41	23,5	20	14
% - 225	55,5	79	40	56	36	38	25
% - 300	73	93,5	56	78	57	64	48
% - 325	78	96,0	64	84	65	72	56,5
% - 350	83	---	70	91	75	79	67,5
Endpunkt	---	335/97,5	---	---	---	---	---
A.P. Gesamt	72,5	69,5	77	73,5	---	---	---
Ap.M'61>150	oa 75	---	---	---	72	39	39
Phenole	---	---	---	---	---	---	---
i. Jgs.F.	---	---	---	---	---	---	---
Ni.M'61>150°	0,014	---	0,019	0,023	0,006	0,02	0,11
<u>Heulleistung</u>							
- 325°	0,58	0,70	0,48	0,56	0,45	0,28	0,21
- 350°	0,58	---	0,48	0,58	0,48	0,24	0,25
Vergasung a. Einspritz.	7,4	---	oa 3,0	4,9	3,2	3,4	3,2
<u>Ofen</u>	15	15	330	330	330	15	15
Datum	v.6.7.-12.7.	v.13.7.-17.7.	v.12-16.7.	v.17.-22.7.	v.23.-29.7.	v.22.-26.7.	v.27.7.-1.8.
Betr.-Std.	94-238	239-342	234-306	307-474	475-642	455-574	575-670
Ofen Blatt	3402	3408	3409a	3409a	3409a	3408	3408

Tabelle III

5058 B-Mittelöle aus Rheinisch-Ossung Öfen
(Einspritzprodukte für die Benzinierung über 6434)

Produkt	P 1444 B-M'Öel	P 1445 B-M'Öel	P 1445 B-M'Öel	P 1445 B-M'Öel	P 1445 + P 1443 (1 : 1)
aus Ofen	15	330	330	330	15
von - bis	3.-11.7.40	10.-16.7.40	17.-23.7.40	24.-29.7.40	18.-26.7.40
Ofenblatt	3408	3409	3409	3409	3408
Spez. Gew.	0,797	0,814	0,801	0,804	0,862
Ap.	72,5	74,2	73	69,5	+44,0
Phenole	0,010	0,011	0,009	0,006	0,056
Stickstoff	0,010?	0,015	0,014	0,013	0,006
Siedekurve					
Beginn	157	157	157	152	158
% - 100	-	-	-	-	-
% - 150	-	-	-	-	-
% - 180	14	10	10	14,5	8
% - 200	30	23	25	28	23
% - 225	49	38	42	43	47
% - 250	66	56	58	56	67
% - 275	79	71	72	70	81
% - 300	90	86	85	84	91
% - 325	96	95	94	92,5	97
% - 350	-	98	-	-	-
Endpunkt	335/99	354/99	340/98	342/98,1	327/99
Einspritzprod. für Ofen	6	7	7	7	2
Ofenblatt	3428	3435	3435	3435	3454

Tabelle IV.

Einspritz-Produkt:	P 1444 (Rhenania Ossag Sammeldestillat leicht) 5058 B-M'81 > 150° v. Ofen 15 v. 3.-11.7.40		P 1445 (Rhenania Ossag Sammeldestillat schwer) 5058 B-M'81 > 150° v. Ofen 30 v. 14.-16.7. v. 17.-23.7.		
Spez.Gewicht Anilinpunkt Siedegrenzen Phenolgehalt/ Stickstoff	0,797 78,5 157 - 335 0,010 / 0,0107		0,814 +74,2 157 - 354 0,011/0,015	0,801 +73 157 - 340 0,009/0,011	K1 au B1 v.
Kontakt Druck Temperatur Durchsatz Gas : Öl	382° 6434 250 Atm 382° 2,0 2,5 m ³ /kg		392° 6434 250 Atm 392° 2,0 2,5 m ³ /kg		+ Vo -1 33 v.
Spez.Gew. Benzinkonzentration Leistung % Vergasung/B + V	0,745 47 % 0,76 12,6 %	0,745 65,5 % 1,12 ---	0,750 56,5 % 0,975 8,0	0,741 70 % 1,21 10,8	
Benzin Spez.Gew. Ap.	0,701 +58,6	0,717 +59,5	0,717 +55,0	0,719 +55,5	
Siedebeginn % - 70 % - 100 % - 150 % - 180 Endpunkt °C/%	37° 20 47,5 93,5 --- 156/96,5	40° 11 30 77 95,5 181/97	35° 18 43,5 92 --- 160/96	34° 18 39 81,5 97 180/97	1
Zusammensetzung Paraffine Naphthene Aromaten Ungesättigte	--- --- --- ---	--- --- --- ---	64,5 29,5 5,0 1,0	--- --- --- ---	
O.Z. Res. Mot. Mot. + 0,12 Blei	--- 68,5 190,0	61,3 --- ---	71,8 --- ---	--- 67,4 87,0	
Mittelöl Spez.Gew. Ap.	0,785 +76,5	0,793 +69,5	0,796 +61,6	0,800 +68	
Ofen / Datum Betriebs-Std. Ofenblatt	6/21.7.40 112 3428	6/22.7.40 132	7/23.-24.7. 100 3435	7/25.7.40 140	
Bemerkungen	Gerader Durch- gang	RU > 150 3 : 1	RU > 150 2 : 1	RU > 150 2 : 1	

Tabelle IV.

179						
Ossag schwer)			P 1445 (Rhenania Ossag Sammeldest. schwer 5058 B- M'81. 1500 v. Ofen 330 v. 24.-29.7.40			P 1445 + P 1443 (Rhenania Ossag + Lützkendorfer Teer) B-M'81.
Ofen 30 1.-16.7.	v. 17.-23.7.					
814 14,2 354 /0,015	0,801 +73 157 - 340 0,009/0,014	Mischbenzin aus: 77 Tl. Bi v. Of. 7 v. 23.+ 24.7.	0,804 +69,5 152 - 342 0,006/0,013	Vorhydrierg. Benzin v. Of. 330 v. 26.-28.7.	Mischbenzin aus: Bi v. Of. 7 + Vorhydr. Bi.	0,872 + 37 158 - 339,9 0,07 / 0,013
6434 250 Atm 2,0 2,5 m ³ /kg	392°	+ 23 Tl. Vorhydr. Bi. -1500 a. Of. 330 v. 10.-16.7.	6434 250 Atm 388° 2,0 2,5 m ³ /kg		v. Of. 330 (4 : 1)	6434 250 Atm 415° 1,5 2,5 m ³ /kg
750 5,5 975 0	0,741 70 1,21 10,8		0,756 26 0,46 13,5			0,810 26,4 0,37 21,1 (stabil)
717 5,0	0,719 +55,5	0,716 +55,6	0,700 +57,5	0,719 +54,5	0,704 +56,8	0,742 +41,5
	40 10 39 1,5 37	42 10 39 90,5 ---	53 14 61,6 --- ---	64 1,8 45 94,5 ---	55 11,8 42 --- ---	50 6,8 37,0 93,0 ---
96	180/97	165/96	135/96,8	160/97,2	141/96,6	162/97,5
5 5 0 0	---	62,5 32,0 5,0 0,5	66 30 3 1,0	59,5 36,0 3,5 1,0	66,0 30,0 3,0 1,0	43,5 42,5 13,0 1,0
8 ---	67,4 87,0	69,2 67,4 ---	73,3	67,5 64,0	70 87,2	74,5 89,5
96 6	0,600 + 68	---	785 64,5	---	---	842 +34,5
24.7. 0	7/25.7.40 140 3435	---	7/29.31.7.40 227 3435	---	---	2/9. - 11.8.40 319 3454
RU > 150 2 : 1	---	---	RU > 150 2 : 1	---	---	RU > 150° 2 : 1

TITLE PAGE

30. Verarbeitung von Sumpfphasemittelöl
auf Lagunillas-Rohöl-Krackrückstand
(P1307) auf Auto und L-Benzin über
6719/6434.

Working of Sumpf phase middle
oil from the cracking residue
of Lagunillas crude oil
(P1307) for automobile and
aviation gasoline over 6719/6434.

Frame Nos. 180 - 187

Verarbeitung von Sumpfmittelöl aus Laguinillas-Rohöl-Krack-
Rückstand (Pl307) auf Auto- und L-Benzin über
6719/6434.

Zusammenfassung:

1.) Die Vorhydrierung des Sumpfmittelöles über 6719 bei
250 Atm. und Durchsatz 0,8 bietet keine Schwierigkeiten. Die
Vergasung beträgt 12% auf Frischöl.

2.) Das Vorhydrierungsprodukt lässt sich ohne Kontaktab-
klingen über 6434 bei 250 Atm. und 390°C benzinieren. Hierbei
wurden folgende Zahlen erhalten (einschl. Vorhydrierung):

	Auto-Benzin	L-Benzin
Leistung } auf gesam- Vergasung } ten Gasphase Prozess	0,475 8,5	0,386 26
spez. Gewicht Anilinpunkt °C	0,728 49	0,724 52
Siedebeginn °C	29	47
% bis 70°C	18	19
% bis 100°C	41,5	62
% bis 150°C	81	98
Endpunkt °C	189	150
% Paraffine	48,5	51,0
% Naphthene	43,5	44,0
% Aromaten	7,0	4,0
% Ungesättigte	1,0	1,0
Dampfdruck	-	0,453
OZ Res.	73	-
OZ Res.+0,03 Pb	83	-
OZ Res.+0,09 Pb	89,5	-
OZ Mot.	-	75,5
OZ Mot.+0,09 Pb	-	91,0
OZ Mot.+0,27 Pb	-	97,0

Versuchsbericht.

Wir erhielten von Dr. Krönig ein Sumpffasemittelöl aus Rohöl-Krack-Rückstand¹⁾, das Ende Oktober 1937 im 10-Ltr-Ofen 411 erhalten worden war. Da das Produkt inzwischen 2 Jahre im Eisenfass gelagert hatte, wurde es (am 6.12.1939) auf 4,8% Rückstand redestilliert. Eigenschaften des Krackrückstandes sowie des daraus erhaltenen Sumpf-Mittelöles (sofort nach Anfall und nach 2 Jahren nach der Redestillation) Tab.1, Spalte 1, 2 und 3.

Das redestillierte Sumpfmittelöl wurde im 250-ccm-Ofen (Ofen 328 vom 7.-31.12.1939, Blatt 2977) über Kontakt 6719 (Eisen-Nickel-Wolfram) gefahren.

Die übrigen Bedingungen waren:

Druck Atm.	250
Temperatur °C	432 (Betr. Std. 1-150)
	440 (" 151-600)
Durchsatz kg/Ltr/Std.	0,8
obm Gas/kg Öl	3,0
Zusatz (% CS ₂)	0,75

Nach einer anfänglichen Hydrier- und Spaltspitze (spez. Gew. 0,798, A.P. 60°C, 36% bis 180°C, Endpunkt 293°C) sank die Kontaktaktivität ziemlich gleichmässig. Nach 150 Std. waren die entsprechenden Daten: spez. Gewicht 0,840, A.P. 57°C, 11% bis 180°C, Endpunkt 335°C. Daraufhin wurde die Temperatur auf 440°C erhöht. An den Daten des Anfalls änderte sich zwar dadurch kaum etwas; aber die Kontaktaktivität liess nun auch nicht mehr nach.

1) Lagunillas Low Level Residue Krackrückstand aus Venezuela-Rohöl ohne Gasöl-Beimischung von Bat. Petrol. Mij. v. 2.10.1937.

spez. Gewicht/20°C	0,728
Anilinpunkt °C	+48,6
Siedebeginn °C	29
% bis 70°C	18
% bis 100°C	41,5
% bis 150°C	84
% bis 180°C	97
Siedeende °C/%	189/99
% Paraffine	43
% Naphthene	44
% Aromaten	7
% Ungesättigte	1
OZ Res.	73
OZ Res.+0,05 Pb	85
OZ Res.+0,09 Pb	89,5

Die Ausbeute, bezogen auf Sumpfmittelöl, beträgt 91,6 %. Näheres s. Tab. 2.

1.) Sumpfmittelöl zu S-Benzin -200°C fiel im Verhältnis 75:25 an. Infolgedessen müsste dem Mischbenzin noch Sumpfbenzin (im Verhältnis 73:27) zugesetzt werden. Das S-Benzin (raffiniert) hat nur 24% bis 100°C, Endpunkt 207°C und Oktanzahl 61,5 Res. Auch seine Bleiempfindlichkeit wird schlechter sein (bei 17% Aromaten, geschätzt 12,5). Das Gesamtbenzin dürfte etwa die Oktanzahlen haben:

Res. 70 Res.+0,09 Pb 85,5.

Die in Tab. 2 zugrundegelegten Zahlen für das S-Benzin stammen aus dem Bericht 124701, Dr. Krönig, 12. Februar 1938.

B) Aufarbeitung des Vorhydrierungsanfalles auf L-Benzin.

Da der Vorhydrierungsanfall nur etwa 5% L-Benzin-Anteile enthielt, wurde auf die Abtrennung dieser Anteile verzichtet und der gesamte 6719-Anfall im 50-ccm-Ofen über 6434 gefahren. (Ofen/11 vom 7.-21.1.1940, Ofenblatt 3034). Die Bedingungen waren:

Druck Atm.	250
Temperatur °C	392
Durchsatz kg/Ltr/Std.	2,0
cbm Gas/kg Öl	2,5
Zusatz % CS ₂	0,75

Die über 150°C siedenden Anteile des Anfalles wurden in den Ofen zurückgeführt (4 Teile 6719-Produkt: 1 Teil 6434-B-Mittelöl). Der Versuch lief 350 Stunden. Die Benzinhleistung war über die ganze Zeit konstant.

Der Abstreifer enthielt 62 % Benzin (stabilisiert, butanfrei), entsprechend Leistung 1,11 bei 24,9 % Vergasung. Die Ausbeute an L-Benzin bezogen auf S-Mittelöl beträgt demnach 74,1 %.

-6-

- 1.) Vgl. hierzu die Fussnote auf der Seite 3.
Das S-Benzin kann hier nicht zugemischt werden, da es bei 200°C abgeschnitten ist. Daten von niedriger abgeschnittenem S-Benzin liegen nicht vor. Das S-Benzin bis 200°C müsste nach diesem Arbeitsgang getrennt als Autobenzin verkauft werden.

Das Benzin hat folgende Eigenschaften:

spez. Gewicht bei 20°C	0,724
Anilinpunkt °C	51,5
Dampfdruck	0,455
Siedebeginn °C	47
% bis 70°C	19
% bis 100°C	62
% bis 140°C	95
Endpunkt °C/%	150/99
% Paraffine	51
% Naphthene	44
% Aromaten	4
% Ungesättigte	1
OZ Mot.	75,5
OZ Mot.+0,09 Pb	91,0
OZ Mot.+0,27 Pb	97,0

Die Oktanzahl und Stieempfindlichkeit sind sehr gut. Die Oktanzahl wurde an mehreren Tagen bestimmt:

Betriebsstunden	OZ Mot.	OZ Mot.+0,09 Pb	OZ Mot.+0,27 Pb
44	76	67,5	
140	75,5		
210	75,5	91,0	97
300	77		
360	78	93,5	

Näheres über Eigenschaften des L-Benzins Tabelle 3.

gez. Günther.

Gemeinsam mit
Dr. Peters
Dr. Reitz
Dr. Dehn
Dr. Fürst
Dr. Meier

Tabelle 1

185

Produkt	P 1307	P1307 S' Mittel81 sofort n. Anfall am 26.10.37	P1307 S' Mittel81 n.2 Jah- ren rede- stilliert am 6.12. 1939	P1307 S' Mittel81 6719-B- Produkt	P1307-S' Mittel81 6719-B- Mittel81 ab.180°C
spez. Gewicht	1,000	0,916	0,910	0,840	0,853
n-Asphalt %	13,4	-	-	-	-
% bis 350°C	24,4	92,2	-	-	-
Anilinpunkt °C	-	17,1	27,5	55,7	53
% Phenole	-	-	0,10	0,005	0,005
Siedebeginn °C	-	197	204	110	182
% bis 100°C	-	-	-	-	-
% bis 150°C	-	-	-	4,5	-
% bis 180°C	-	-	-	12,5	-
% bis 200°C	-	-	-	18,0	4,0
% bis 225°C	-	2,8	7,5	36,0	21,0
% bis 250°C	-	16,3	27,0	58,0	47,0
% bis 275°C	-	-	50,0	77,5	70,0
% bis 300°C	-	59,7	71,5	88,5	89,0
% bis 325°C	-	-	91,5	-	-
% bis 350°C	-	92,2	-	-	-
% bis 360°C	-	96,2	-	-	-
Endpunkt °C	-	360	335/98	321/98	313/96
Elementaranalyse:	-	-	1435	1546	1544
% C	86,69	87,13	87,45	87,09	87,41
% H	9,76	11,30	11,28	13,05	12,84
% O	0,81 ¹⁾	0,06	0,38	0,00	0,00
% N	0,07 ¹⁾	0,20	0,30	0,00	0,00
% S	2,67	0,61	0,59	0,03	0,02
g H/100 C	11,25	12,86	12,90	14,98	14,69
g H disp/100 C	10,92	12,76	12,73	14,98	14,69
% Unges. KW	-	10	7	1,0	1

1) Dieser Wert ist sicher zu tief
(vgl. Bericht 129581, WK, 24.5.1938)

Tabelle 2.

186

Autobenzin aus S-Mittel 181¹⁾ aus Rohöl-Krack-Rückstand P1307.

	Vorhydrie- rung (I)	Benzinie- rung (II)	Mischben- zin I:II= 13:87	Gesamtben- zin+Stumpf- phasebenzin 73:27
Einspritzprodukt	P1307 S' Mittel 181 200-335°C redestill.	P1307-6719- B-Mittel 181 lib. 180°C	-	-
spez. Gewicht	0,910	0,853	-	-
Anilinpunkt °C	27,5	53	-	-
Siedegrenzen °C	197-335	182-313	-	-
Phenolgehalt %	0,10	0,005	-	-
Kontakt	6719	6434	6719/6434	-
Druck Atm.	250	250	250	-
Durchsatz kg/Ltr/ Std.	0,8	2,0	440/394°C	-
cbm Gas/kg Öl	3,0	2,5	-	-
spez. Gewicht	0,840	0,758	-	-
Benzinkonzentration	12,2	16,5	-	-
Leistung % Vergas/Bi+V	0,098 9	1,18 8,3	0,475 8,5	<u>gerechnet</u> nach Mi- schungsre- gel
Benzin:				
spez. Gewicht	0,774	0,720	0,728	0,734
Anilinpunkt °C	32	51	48,6	48
Siedebeginn °C	42	24	29	31
% bis 70°C	3,0	21,0	18,0	16,0
% bis 100°C	16,5	44,0	41,5	37,0
% bis 150°C	76,0	82,5	81,0	75,5
% bis 180°C	95,5	97,0	97,0	94,5
Endpunkt °C	189	189	189	194
Zusammensetzung:				
% Paraffine	33,5	52,0	48,5	51,5
% Naphthene	47,0	42,0	43,5	36,5
% Aromaten	19,0	5,0	7,0	10,0
% Ungesättigte	0,5	1,0	1,0	2,0
OZ Res.	69	76	73	70
OZ Res.+0,03 Pb	-	-	83	-
OZ Res.+0,09 Pb	-	-	89,5	85,5
Elementaranalyse:				
% C	-	84,99	-	-
% H	-	14,78	-	-
% O	-	0,16	-	-
% N	-	0,07	-	-
% S	-	0,00	-	-
H disp./100 C	-	-	-	-
Ofen/Datum	328/7.-	4/17.1.	-	-
Betriebsstunden	31.12.39	40	-	-
Ofenbrutt	1-600	190	-	-
	2977	3041	-	-

Tabelle 3.

1)
L-Benzin aus S-Mittelöl aus Rohöl-Krack-Rückstand P1307.

	Vorhydrierung	Benzinierung	Gesamt
Einspritzprodukt	P1307 S-Mittelöl 200-335°C redestilliert	P1307/6719-B-Produkt	-
spez. Gewicht	0,910	0,840	-
Anilinpunkt °C	27,5	53,7	-
Siedegrenzen °C	197-335	110-321	-
Phenolgehalt %	0,10	0,005	-
Kontakt	6719	6434	6719/6434
Druck Atm.	250	250	250
Temperatur °C	440	392	440/392
Durchsatz kg/Ltr/Std.	0,8	2,0	-
Gasöl cbm/kg	3,0	2,5	-
spez. Gewicht	0,840	0,727	-
Benzinkonzentration	0,0	62,4	-
Leistung	0,0	1,11	0,386
% Vergasung/Bi+Verg.	1,2/E	24,9	26
Benzin: spez. Gew.	-	0,724	n. Spalte 2
Anilinpunkt °C	-	51,5	
Dampfdruck Atm/38°C	-	0,453	
Siedebeginn °C	-	47	
% bis 70°C	-	19	
% bis 100°C	-	62	"
% bis 150°C	-	98	
% bis 180°C	-	-	
Endpunkt °C	-	150	
Zusammensetzung:			
% Paraffine	-	51	
% Naphthene	-	44	"
% Aromaten	-	4	"
% Ungesättigte	-	1	"
OZ Mot.	-	75,5	
OZ Mot.+0,09 Pb	-	91,0	"
OZ Mot.+0,27 Pb	-	97,0	
Elementaranalyse:			
% C		1583	
% H		85,14	
% O		14,73	
% N		0,11	
% S		0,01	
H disp/100 C		0,01	
		17,29	
Ofen/Datum	328/7.-31.12.	11/15.1.1940	
Betriebsstunden	1939		
Ofenblatt	1-600	210	
	2977	3034	

1) ohne S-Benzin, vgl. Fußnoten im Text.

TITLE PAGE

21. Verarbeitung von Wietzer Erdöl über
5058/6434 bzw. 7019/6434.
Working of Wietzer petroleum over
5058/6434 or 7019/6434, resp.

Frame Nos. 188 - 196

Verarbeitung von Wietzer Erdöl über 5058/6434 bzw. 7029/6434

31

Zusammenfassung.

A + S-Mittelöl aus Wietzer Erdöl (P 225) wurde über 5058/6434 auf Autobenzin und L-Benzin und über 7029/6434 auf L-Benzin verarbeitet. Ausbeute und Eigenschaften der Maschinen zeigt die folgende Tabelle. Die Fahrweise über 7029/6434 ist der über 5058/6434 in jeder Hinsicht unterlegen, besonders in der Ausbeute wegen der hohen Ver-
gasung in der ersten Stufe.

Fahrweise	5058/6434 auf Autobenzin	5058/6434 auf L-Benzin	7029/6434 auf L-Benzin
Aus 100 kg A + S-Mittelöl werden erhalten			
kg Benzin	90,8	88,5	80
kg Gas	9,2	11,5	20
Benzin spez. Gewicht	0,726	0,702	0,723
% - 1000	36,5	52	54
Endpunkt ° C	202	152	155
% Paraffine	62	60	52
% Naphtene	35,5	37	35
% Aromaten	1,5	2	10
% Ungesättigte	1,5	1	2
O. Z. Res.	62,5	73	--
Not.	65,0	74,5	71,5
H. Bl.	82,5	88,0	86,0

Vorbuchbericht.

Wir erhielten von Dr. K a n k eine Mischung aus 37 Teilen P 225-a-Mittelöl und 63 Teilen P 225 a-Mittelöl bis 350° (von Offen 421 redest. am 23.9.39). Die Mischung hatte folgende Eigenschaften:

Spez. Gewicht / 20° C	0,872
% Phenole	0,3
% Unges. KW.	6,5
Anilinpunkt ° C	52
Siedebeginn ° C	220
% - 225°	3,0
% - 250°	18,3
% - 275°	41,0
% - 300°	64,5
% - 325°	86,5
% - 350°	98,5
Rückstand : %	1,5
Elementar-Analyse No.	2090 (siehe Tab. IV)

Die Mischung wurde folgendermaßen zu Benzin verarbeitet:

- I.) Vorhydrierung über 5058 bei 200 atm und 374° C, Trennung in 25 % Benzin + 95 % B-Mittelöl bei 180°, Benzinierung des B-Mittelöls über 6434 bei 200 atm und 353° C auf Benzin bis 200° C.
- II.) Vorhydrierung über 5058 bei 200 atm und 357° C, keine Abtrennung an Benzinteilen, Benzinierung des Vorhydrierungsanfalls über 6434 bei 200 atm und 368° C auf Benzin bis 150°.

- III.) Aromatisierung über 7019 E bei 250 atm und 485° C.
 Trennung in 30 % Benzin und 70 % B-Mittelöl bei 160° C.
 Benziniertung des B-Mittelöls über 6434 bei 200 atm und 379° C
 auf Benzin bis 150° C.

Verarbeitungsweise I.

5058/6434 auf Autobenzin

Das P 225 - a + i-Mittelöl wurde im 250 cm-Ofen bei 200 atm und 374° C mit Durchsatz 1,0 und Gas : Öl = 3,0 über 5058 gefahren. Das Anfallprodukt hatte spez. Gewicht 0,805, etwa 15 % bis 180° C und Endpunkt 325° C. Das Benzin hatte Anilinpunkt etwa + 50° C und das B-Mittelöl Anilinpunkt - 75° C.

Sonstige Eigenschaften des B-Mittelöls siehe Tabelle I.

Das B-Mittelöl wurde im 50 cm Ofen bei 200 atm mit Durchsatz 2,0 und Gas x 2,5 bei anfänglich 382° über 5434 gefahren. Die Spaltung war aber hierbei derartig stark, daß die Temperatur auf 353° C zurückgenommen werden mußte. Bei dieser Temperatur wurde 91 % Benzin -200° C im Anfall erhalten. Die Leistung betrug 1,70 bei nur 8,2 % Vergasung. Das Benzin hatte 38 % -100° und die O.Z. 62,5 nach Research-Methode. Sonstige Eigenschaften des Benzins sowie der Mischung mit dem zugehörigen Vorhydrierungs-Benzin siehe Tabelle II. In beiden Stufen kein Kontaktabklingen.

Verarbeitungsweise II.

5058/6434 auf L-Benzin.

Das P 225 a + c-Mittelöl wurde im 250 cm-Ofen bei 200 atm und 357° C mit Durchsatz 1,0 und Gas mal 3,0 über 5058 gefahren. Das Anfallprodukt hatte spezifisches Gewicht 0,826, 2 % bis 140° und Endpunkt 325° C. Anilinpunkt Gesamtanfall 70,5° C. Sonstige

./.

Eigenschaften siehe Tabelle I.

Das B-Mittelöl wurde im 50 ccm-Ofen bei 200 atm mit Durchsatz 2,0 und Gas mal 2,5 unter Rückführung der über 150° C siedenden Anteile bei 200 atm und 363° C über 6434 gefahren. Im Anfall wurden 63 % Benzin bei Leistung 1,21 und 10,5 % Vergasung erhalten (ohne Stabilisierungsverluste). Das Benzin hat 24 % - 70° C (nicht stabilisiert), 32 % bis 100 und die Oktanzahlen 74,5 nach Motormethode und 88 mit 0,09 % Bleisäure. Die OK. des stabilisierten Benzins übertrafen etwa bei 72,5 Motor und 85 mit Blei liegen.

So starke Eigenschaften des nicht stabilisierten Benzins siehe Tabelle II. In beiden Stufen kein Kontaktabklingen.

Verarbeitungsweg III (7019/6434 auf L-Benzin)

Das P 225-a + s-Mittelöl wurde unter etwas gemilderten Aromatisierungs-Bedingungen (250 atm, 485° C, Durchsatz 1,6, Gas mal 2,0) im 250 ccm-Ofen über 7019 S. gefahren. Neben 30 % Benzin bis 160° fielen 70 % B-Mittelöl mit Anzlinpunkt + 44 und Siede-Endpunkt 328° an. Eigenschaften des B-Mittelöls siehe Tabelle I.

Die Vergasung war hierbei mit 14,6 % auf Einspritzung recht hoch. Das B-Mittelöl wurde im 50 ccm-Ofen bei 200 atm und 379° C mit Durchsatz 1,3 und Gas mal 3,0 unter Rückführung der über 150° siedenden Anteile über 6434 gefahren. Der Abstreifer enthielt 58 % Benzin (Leistung 0,83 und Vergasung 97 % auf nicht stabilisiertes Benzin). Das Benzin enthält 22 % - 70° C, 61 % - 100° C und hat die Oktanzahlen 75,5 Res., 75,0 Motor und 87 mit Blei. Eigenschaften des Aromatisierungsbenzins, des 6434-Benzins und der (errechneten) Mischung aus beiden siehe Tabelle III.

In der 6434-Stufe kein Kontaktabklingen. In der 7019-Stufe kann darüber wegen häufiger Temperatur- und Durchsatzänderung nichts ausgesagt werden.

gez. Günther

Gemeinsam mit

Dr. Simon,
" Peters,
" v. Hartmann,
" Reitz,
" Fürst

4 Tabellen

Tabelle I

Eigenschaften der Rohrin-Mittelol aus 225-a + 8-Mittelol.

B.M. 61	5058-B.M. 61 über 180° C	5058-B.M. 61 über 140° C (Vorhyd. Gesamt- erfolg)	7019-B.M. 61 über 160° C
Spez. Gewicht	0,822	0,825	0,838
Anilinpunkt ° C	+ 75	+ 70,5	+ 44
% Phenolgehalt	0,01	ca. 0,01	—
⊖ Siedebeginn ° C	182	212	173
% - 150°	—	3,3	—
% - 180°	—	7,0	2,5
% - 200°	3,5	12,0	21,0
% - 250°	45,0	45,5	69,0
% - 300°	85,0	83,0	91,0
% - 325°	92,5	94,0	—
erd Siedepunkt ° C	336/98	336/98,5	328/99
Elem.-Analyse No	1159	1178	1179
⊖ Vergasung / Einspr.	ca. 1-2 %	ca. 0,5-1 %	14,5 %
Ofen / Blatt	18 / 2803	18 / 2803	323 / 2805
Datum	23.9. - 4.10.39	5.10. - 15.10.39	23.9. - 3.10.39

1) Elementaranalysen Tabelle IV.

Tabelle II

5058/6434-Benzine aus Vietzer Modell A + S-Mittelöl (P 225)

Kinspritz-Produkt	5058- B M 181 aus P 225 a+s- M 181 über 1800		5058-S- Produkt aus P 225 a+s- M 181 über 1400	
Spez. Gewicht	0,822		0,826	
Anilinpunkt °C	+ 75		+ 70,5	
Siedebeginn °C	188 - 336		112 - 336	
% Phenolgehalt	0,01		ca. 0,01	
Kontakt	6434	Mischung mit den zugehörigen Vorhydrie- rungs-Ben- zin (4 : 1)	6434	
Druck atm	200		200	
Temperatur °C	353		360	
Umsatz	2,0		2,0	
Gas - Öl	2,5		2,5	
Spez. Gewicht Anfall	0,726		0,732	
Benzinkonzentration %	91		63	
Leistung	1,70		1,21 1)	
% Verflüchtigung / P - V	8,2	Endbenzin	10,5 1)	Endbenzin
Benzin Spez. Gewicht	0,716	0,725	0,702	
Anilinpunkt	59/61	57,5/59	56/58,5	= 6434-Benzin
Siedebeginn °C	34	38	30	da kein Vorhydrie- rungsbenzin abgetrennt
% - 70°	16	13	24	
% - 100°	36	36,5	52	
% - 150°	74	78	95	
% - 180°	89	92	--	
Endpunkt °C	204 / 99	202 / 98	152 / 99	
Zusammensetzung				
% Paraffine	57,5	62,0	60	
% Naphtene	29,5	35,0	37	
% Aromaten	1,5	1,5	2	
% Ungesättigte	1,5	1,5	1	
0,2 Res. Meth.	52,5	52,5	73	
Mot. Meth.	66,65	65,0	74,5	
M. + 0,09 Blei	82,5	82,5	88,0	
Mittelöl Spez. Gewicht	0,803	--	0,802	
Anilinpunkt	76,5	--	63	
Ofen / Datum	7/19.10.39	--	4/27.10.39	
Betriebsstunden	164	--	184	
Ofenblatt	2850	--	2863	

1) unstabilisiert

7019/6434-Benzin aus Motorenkessel e--s-Mittelöl.

Einspritz-Produkt:		P 225 a--s- M'61 37 : 65	P 225-7019-B M'61 über 160°	
Spez. Gewicht		0,872	0,838	
Anilinpunkt ° C		+ 52	+ 44	
Siedebeginn ° C		220 - 350	175 - 328	
Phenolgehalt %		0,3	unter 0,2	
Kontakt		7019	6434	Mischung der beiden Benzine 33 : 67 errechnet = Endbenzin
Druck		250	200	
Temperatur ° C		485	379	
Durchsatz		1,6	1,5	
Gas : Öl		2,0	2,5	
Spez. Gewicht		0,800	0,747	
Benzinkonzentration		30	58	
Leistung		0,44	0,53 1)	
% Vergasung / B + E		24,3	9,7 1)	20,9
Benzin	Spez. Gewicht	0,727	0,715	0,723
	Anilinpunkt 1/21	42/59	50/57	47,5
	Siedebeginn ° C	40	32	39
	% - 70°	21	22	16,5
	% - 100°	40	61	54
	% - 150°	91	91	91
	% - 200°	---	---	---
	Endpunkt ° C	169/38	155/38,5	135
Zusammensetzung				
	% Paraffine	52,5	52	52
	% Naphtene	29,5	39,5	36
	% Aromaten	16,0	6,5	10
	% Ungesättigte	2,0	2,0	2
O.E.	Ben.-Meth.	---	75,5	---
	Mot.-Meth.	64	75,0	71,5
	Mot.-Meth. + 0,09 Blei	83,5	87,0	86,0
Mittelöl	Spez. Gewicht	0,838	0,806	---
	Anilinpunkt ° C	44	51	---
	Ofen / Datum	323 / 29.9.39	8/28.10.39	---
	Betriebsstunden	182	181	---
	Ofenblatt	2805	2864	---

1.) nicht stabilisiert

Tabelle IV.
Elementaranalysen von Produkten aus nieterer Stufe.

Produkt	A	B	C	D	E	F	G	H
P 225 S + S-M' 00 37,2 53	1090	5058-B' M' 02 über 1300 aus A	5058-B' M' 02 über 1400 aus A	7019-B' M' 01 über 1600 aus B	6434-Benzol bis 2000 aus B	6434-Benzol bis 1500 aus C	7019-Benzol - 1600 aus A	6434-Benzol - 1500 aus D
Er der El. an.	1090	1159	1178	1179	1228	1302	2119	1289
% C	86,78	85,85	85,89	87,17	85,11	84,82	85,52	85,21
% H	12,21	14,14	13,90	12,84	14,94	14,94	14,27	14,70
% O	0,54	—	0,20	—	—	0,23	0,20	—
% N	0,15	—	—	—	—	—	—	—
% S	0,32	0,01	< 0,01	0,03	< 0,01	< 0,01	< 0,01	—
auf 100 C : % C	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
% H	14,07	16,47	16,12	14,73	17,55	17,62	16,69	17,17
% O	0,62	—	0,23	—	—	0,27	0,23	—
% N	0,17	—	—	—	—	—	—	—
% S	0,37	< 0,01	< 0,01	0,03	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,01
E ₂ -Wert. / 100 C	13,95	16,46	16,17	14,72	17,55	17,61	16,68	17,25