ohne Verschlechterung der Kontakteigenschaften verbessert werden konnte.

Durch lediglich Veränderung der Herstellungsweise konnten die Eigenschaften des verdünnten Kontaktes nicht mehr verbessert werden, ebenso gelang es nicht, den Kontakt befriedigend zu regenerieren. Während frühere Versuche nur ergeben hatten, dass das Eisensulfid im verdünnten Kontakt bis zur Hälfte durch Tonerde gleichwertig ersetzt werden kann (Bericht Nr.161221), zeigten kürzliche Versuche, dass tonerdehaltige Kontakte bei geeigneter Herstellung (gleichzeitiger Fällung von Eisen und Aluminium) Mittelöle mit höherem und über längere Dauer konstanterem Anilinpunkt lieferten, und somit in ihrer Hydrierwirkung dem 6719 überlegen waren (z.B. Kontakt 7745 mit 10 % Tonerde).

Die Versuche mit tonerdehaltigen Kontakten werden zur Zeit fortgesetzt, da diese Kontakte geeignet erscheinen, gewisse Schwierigkeiten zu überwinden, die sich in letzter Zeit in der Benzinierungsstufe bei Scholvener Verflüssigung ergeben hatten, die auf veränderte Eigenschaften dieses Produktes in seinen höheren Fraktionen (geringerer Wasserstoffgehalt) zurückzuführen sind.

Aussichtsreich erschienen ferner zur Zeit zurückgestellte Versuche zur Entwicklung eines Vorhydrierungskontaktes auf Tonerdebasis. Nach dem bisherigen Stand sind Tonerde-Kontakte mit geringem Molybdängehalt ausgezeichnet in ihrer Raffinierwirkung, wogegen die Hydrierwirkung noch nicht ganz befriedigend war. Die so vorhydrierten Mittelöle machten infolge zu niedrigen Anilinpunktes bisher noch gewisse Schwierigkeiten in der Benzinierungsstufe. Wegen der Regenerierbarkeit dieser robusteren Tonerde-Kontakte und wegen der Möglichkeit, die Vorhydrierung über denselben mit höherem Durchsatz zu fahren, ist eine spätere Wiederaufnahme dieser Versuche wünschenswert.

gez. R e i t z

TITLE PAGE

7. Vorhydrierung.
Prehydrogenation.

Frame Nos. 226 - 235

20.Juli 1940 Tro/Py.

226

## V o r h y d r i e r u n g .

Der Zweck des Vorhydrierens ist, ein der Benzinierung zugängliches Mittelöl zu erhalten, welches sich über dem Kontakt 6434 verarbeiten lässt, d.h. Aufhydrierung und Raffination des Mittelöles, wobei der Stickstoff- und Phenolgehalt auf 0,01 bezw. 0,1 % herabgesetzt werden.

Diesen Anforderungen ist zuerst 5058 gerecht geworden. Wegen Wolframmangel sind die Eisen-Nickel-Wolfram-Kontakte entwickelt worden. Aus den Versuchen ist ersichtlich, dass man mit 6719 (75% Eisen, 3 % Nickel, 22 % Wolfram) A- und S-Mittelöle aus Steinkohle und Steinkohlenteer, Brüxer Teer, mitteldeutscher und rheinischer Braunkohle, Rohölkrackrückständen und estnischem Schieferöl aufhydrieren kann und dass sie dann ohne Schwierigkeiten über 6434 benziniert werden können. Man kann diese Versuche ohne Abklingen fahren, wenn ein Wasserstoffdruck von mindestens 250 at eingehalten wird und ein Durchsatz von 0,8 kg/Ltr.Kontakt/Std. nicht überschritten wird. Bei höherem Durchsatz (1,0) besteht die Gefahr, dass die Phenolreduktion ungenügend wird. Das Einspritzprodukt muss geschwefelt werden.

Aus dem heutigen Scholvener Sumpfphasemittelöl, welches in den höheren Fraktionen wasserstoffärmer ist als das frühere, werden über 6719 bei 250 at nur ungenügend aufhydrierte Mittelöle erhalten. Kontakte mit mehr Nickel-bezw. Wolfram-Gehalt brachten ebenfalls nicht eine genügende Mittelölaufhydrierung. Kontakte, die ausser den Bestandteilen des 6719 (teils mit höherem Nickel-Wolfram-Gehalt) auch aktive Tonerde enthielten, brachten sehr gute Aufhydrierung des wasserstoffärmeren Mittelöles und gute Phenolreduktion ( nur bei gemeinsamer Fällung von Aluminium neben Eisen), ohne wesentliches Abklingen des Kontaktes.

Mit verschiedenen dieser Tonerde-Kontakte wurden in der Vorhydrierung zahlenmässig dieselben Ergebnisse erhalten (Anilinpunkt, Phenole, Stickstoff). Die Benzinierung dieser Mittelöle über 6434 verlief jedoch bisher in manchen Fällen wider Erwarten nicht

ohne Abklingen des Kontaktes und ergab schlechtere Benzinleistung. Ein Grund kann bisher noch nicht angegeben werden.

Mit einem Kontakt, der aus 32 % $Al_2O_3$, 34 % FeS, 4 % NiS, 30 % WS (gemeinsam gefällt) besteht, wurde (der Kontakt war 50 Tage in Betrieb) ein Mittelöl mit Anilinpunkt $+30^{\circ}$, 0,005 % Phenolen und 0,01 % Stickstoff erhalten. Das Mittelöl liess sich mit Durchsatz 1,5 bei 235 at Wasserstoffpartialdruck gut über 6434 benzinieren, mit Leistung 0,90 wurde siedegerechtes Autobenzin erhalten (Oktanzahl Research-Methode 76, Motormethode 73). Zur Zeit werden Vorhydrierungsversuche mit Ton-Kontakten fortgesetzt. Ein Zusatz von 10 % Terrana zum akt. Tonkontakt bringt keinen Vorteil mit sich. Ein Versuch zur Vorhydrierung von Raschig-Teer ist angefahren worden.

gez. T r o f i m o v

/Hochdruckversuche
Lu 558

20.Juli 1940 Ps/Fy.

228

## V o r h y d r i e r u n g .

Seit 1.Dezember 1939 sind in kleinen Öfen 75 Vorhydrierungsversuche ausgeführt worden. Davon dienten 35 Versuche zur Prüfung von 6719-Kontakten und zwar Partien der technischen 6719-Herstellung, ferner zur Aufklärung der Frage, warum diese Proben weniger gute Ergebnisse lieferten als frühere 6719 und zur Prüfung verschiedenartiger Herstellungsmethoden aus verschiedenen Rohmaterialien u.s.w. und zur Prüfung der Wirkung höherer Wolframzusätze sowie Regenerationsmöglichkeiten für gebrauchte Kontakte.

3 Versuche wurden mit Molybdänzusätzen zum 6719 ausgeführt. In 28 Versuchen wurde versucht, den 6719 durch verschiedene andere Zusätze zu verbessern, wobei mit $Al_2O_3$-Zusätzen gute Effekte erzielt wurden. Auf Grund dieser Beobachtung wurde der Kontakt 7745 mit 10 % $Al_2O_3$ entwickelt und geprüft. 1 Versuch: im 6719 Wolfram durch Molybdän zu ersetzen. 5 Versuche wurden mit Tonerde-Molybdän-Kontakten mit verschiedenen Molybdän-Konzentrationen und unter verschiedenen Fahrbedingungen geprüft. Diese Versuche mussten abgebrochen werden auf Grund einer Stellungnahme des O.K.W., wonach Molybdän selbst in den erforderlichen wesentlich kleineren Mengen statt Wolfram für den Vorhydrierungskontakt nicht in Frage kam. 1 Versuch wurde mit einem Tonerde-$WO_3$-Kontakt ausgeführt, der schlechte Ergebnisse lieferte.

In 2 Versuchen wurde die Regeneration des 6434-Vorhydrierungskontakt- Ausbaues von Magdeburg geprüft.

Ausserdem wurden 22 Produktversuche mit 6719 und 5058 ausgeführt, die grösstenteils der Prüfung von Verarbeitungsmöglichkeiten verschiedener Rohstoffe dienten (Brüx, Schlesien, Pölitz, Leuna Rohölkrackrückstand, Steinkohlenteer, Nattavaara-Torfteer(Schweden)).

Ferner wurden einige Versuche über aromatisierende Vorhydrierung mit 7019 ausgeführt.

In ca. 35 Versuchen wurden Produkte aus obigen Versuchen über 6434 benziniert, um die Güte der Vorhydrierung zu prüfen, die durch die analytische Untersuchung der Vorhydrierungsprodukte (Anilinpunkt, Phenole, Stickstoff) nicht eindeutig erfasst wird. Eine grosse Zahl von Versuchen im Laboratorium waren der Nachprüfung und Verbesserung der analytischen Methoden gewidmet (v.Füner, Fürst).

Die Versuche haben ergeben:

1.) Der Kontakt 5058 kann bei einer ganzen Reihe von Produkten, wie z.B. A-Mittelöl aus Brüxer Teer, aus estnischem Schieferöl, S-Mittelöl aus Rohölkrackrückstand aus Schlesischer Kohle und Ruhrkohle durch 6719 ersetzt werden, wobei bei guter Phenol-und Stickstoffreduktion B-Produkte mit relativ niedrigem Anilinpunkt erhalten werden, sodass die 6434-Benzine daraus bessere Oktanzahlen ergeben als aus 5058-Produkten. Die 6434-Benzinierung geht mit hoher Leistung (0,8 - 1,0/150°Benzin) ohne Abklingen.

2.) Bei wasserstoffärmeren Produkten wie a+s-Mittelöl aus Teer, oder Steinkohleverflüssigungsmittelölen, wie sie jetzt z.B. in der technischen Hydrieranlage Scholven anfallen, ist die Raffinationswirkung des 6719 bei Durchsatz 0,8 und 250 at Gesamtdruck ungenügend und von Kontaktabklingen begleitet. Bei 200 at liegt die Vorhydrierwirkung auch bei Braunkohleverflüssigungsmittelöl Leuna an der Grenze des tragbaren. Kontakte mit 30 bis 44 % $WS_2$ statt 22 % dürften

aber diesen Anforderungen genügen.

3.) Tonerde-Zusatz zum 6719-Kontakt ( Kontakt 7716 und 7745) gibt eine wesentliche Verbesserung der Raffinationswirkung und Hydrierwirkung des Eisen-Wolfram-Nickel-Kontaktes. Die damit aus Scholvener Verflüssigungsmittelöl hergestellten Vorhydrierungs-B-Mittelöle lassen sich bei 21,5 MV über 6434 mit 150°Benzin-Leistg. 0,6 verarbeiten. Durch Waschen des Vorhydrierungsproduktes mit 50%-iger Schwefelsäure wird diese Leistung verbessert. 6434-Dauerversuche mit solchen Produkten liegen nicht vor.

4.) Bei Eisen-Wolfram-Nickel-Kontakten besteht offenbar eine annähernd lineare Beziehung zwischen Wolframmenge im Reaktionsraum und Aufhydrierung (Anilinpunkt). Eine klare Beziehung zur Raffinationswirkung konnte bisher nicht festgestellt werden.

5.) Bei Verwendung von Molybdän auf Tonerde wird gute Phenolreduktion (bei allerdings nicht vollständig ausreichender Stickstoffreduktion) schon bei wesentlich geringeren Raumkonzentrationen, z.B. 0,05 kg/Ltr. an Molybdän erreicht als bei Eisen-Wolfram-Kontakten, bei denen 0,3 kg/Liter schon die untere Grenze darstellen, auch wenn $Al_2O_3$ zugesetzt wird, das die Wolfram-Wirkung erheblich aktiviert. Wolframsäure statt $MoO_3$ auf Tonerde gab bei den bisherigen Versuchen schlechte Vorhydrierwirkung.

6.) Ein verdünnter Kontakt, der bei 200 at schlechtes Steinkohle- oder Braunkohle-Mittelöl bei erträglichen Durchsätzen verarbeitet, ist bisher nicht aufgefunden. Diese Anforderungen dürften von bisher entwickelten Kontakten nur von 5058 erfüllt werden, wenn der Durchsatz niedrig genug (schätzungsweise nicht über 0,5 bis 0,6) gewählt wird.

7.) Für die Entwicklung eines verdünnten Kontaktes, der extremen Anforderungen genügt, erscheint die Verwendung von aktiver Tonerde mit Molybdänsäurezusatz ( 6-10 % $MoO_3$ mindestens) alsm Basis nach den bisherigen Erfahrungen aussichtsreich. Möglicherweise könnte auch eine Verdünnung des 6719-Kontaktes mit Tonerde-Molybdän statt mit Tonerde allein eine Verbesserung bringen.

8.) Der grösste Übelstand bei den Tonerde-haltigen Kontakten ist die bei guter Phenolreduktion nicht ganz ausreichende Stickstoff-raffination, die zwar zahlenmässig vielfach nicht schlechter war als bei anderen Vorhydrierungskontakten, sich aber bei der 6434-Benzinierung störend auswirkte. Die Art der nicht abgebauten Stickstoff-verbindungen scheint auf die Schädigung des 6434 von Einfluss. Ausserdem besteht offenbar eine Abhängigkeit der Stickstoff-Empfindlichkeit des 6434 in dem Sinne, dass dieser Kontakt bei stark aufhydrierten Mittelölen wesentlich mehr Stickstoff verträgt als bei schwächer aufhydrierten Produkten.

9.) Neben der Kontaktentwicklung wäre wichtig zu prüfen

a) ob mit den vorhandenen Kontakten bei etwas geringerer Beanspruchung z.B. Durchsatz 0,6 bis 0,7 statt 0,8 ausreichende Raffination zu erzielen ist und

b) ob bei Verwendung der jetzigen Kontakte durch zusätzliche chemische Raffination nicht ausreichend saubere Produkte für die 6434-Benzinierung zu erhalten sind.

Hochdruckversuche
Hu/Lu 558

20. Juli 1940/Pr.

232

Betr. V o r h y d r i e r u n g.

Als Vorhydrierkontakt wird grosstechnisch bisher nur reines Wolframsulfid (Kat. 5058) verwendet. Die Versorgung der laufenden und neu entstehenden Anlagen mit diesem Kontakt würde bis Ende 1944 die Beschaffung von insgesamt rd. 2000 t Gelberde ($WO_3$) erfordern. Diese Mengen sind nicht zu erhalten. Die greifbaren und vom CKW zugesagten, sowie die in Form ausgebrauchter Kontakte zurückfliessenden Wolframmengen würden bereits Anfang 1941 nicht mehr zur Belieferung der Werke mit Kat. 5058 ausreichen. Es ergibt sich daraus die Notwendigkeit, beschleunigt zu einem wolframfreien oder wolframarmen Vorhydrierkontakt überzugehen.

Als solcher erschien zunächst der verdünnte Wolframkontakt 6719 (22 % $WS_2$, 3 % NiS, 75 % FeO) auf Grund von Versuchen, geeignet, die in den Jahren 1937/39 durchgeführt worden sind. Mit seiner Produktion ist in Lu Anfang 1940 begonnen worden. Er sollte erstmalig in Scholven grosstechnisch erprobt und dann, nach Aufbrauchen der vorhandenen 5058-Bestände, entsprechend unserem Kontaktversorgungsplan vom 25.1.40, in sämtlichen Werken eingesetzt werden, mit Ausnahme von Leuna, für das auf Grund der dortigen Versuchsergebnisse ein Kontakt mit 40 % $WS_2$ vorgesehen war, und von der Tieftemperaturhydrierung in Zeitz, die auf Kat. 5058 vorläufig nicht verzichten kann. Die Verwendung des Kontaktes 6719 ist indessen durch neuere Versuche in Frage gestellt, die ergeben haben, dass er mit dem jetzt in Scholven anfallenden a-Mittelöl insbesondere in der

Stickstoffreduktion nicht durchhält. Seine Produktion musste infolgedessen eingestellt werden, obwohl dadurch die an sich schon wegen zunächst mangelnder Erzeugungsmöglichkeit knapp bemessene Versorgungsdecke sich noch mehr verkürzt.

Versuche, einen Tonerde-Molybdän-Vorhydrierkontakt zu entwickeln, mussten abgebrochen werden, nachdem das OKW auf Befragen erklärte, über die für den Sumpfphasekontakt zugesagten Mengen hinaus keinerlei Molybdän bereitstellen zu können.

Ebenso musste die an sich erfolgversprechende wesentliche Steigerung des Wolframgehaltes im Eisen-Wolfram-Kontakt als aus Versorgungsgründen nicht durchführbar aufgegeben werden.

Inzwischen ist ein Eisen-Wolfram-Nickel-Aluminium-Kontakt entwickelt worden, der in Bezug auf Stickstoff- und Phenolreduktion genügt, jedoch ein Produkt liefert, das den Benzinierungskontakt aus bisher unbekannten Gründen trotzdem zum Abklingen bringt, allerdings weniger als das über 6719 hergestellte. Um die Versorgung der Werke mit Vorhydrierkontakt einigermassen zu sichern, wird dieser Kontakt jetzt technisch hergestellt. Die rasche Produktionswiederaufnahme ist um so mehr notwendig, weil die neue Kontaktfabrik, die in Pölitz oder Lu erstellt werden soll, und von der man ab 1.10.40 eine Produktion von zunächst 30 moto Vorhydrierkontakt erwartete, nicht termingerecht zum Anfahren kommt.

Nach dem bisherigen Versorgungsplan sollten 1940 540 t (darin 180 t für Betriebsreserven) hergestellt werden. Die Lieferung der Reserven kann notfalls bis 1941 hinausge-

schoben werden. Auch ist es möglich, dass der Bedarf sich dadurch etwas verringert, dass der eingebaute Kontakt 5058 eine längere Lebensdauer als vorgesehen entwickelt. Dem gegenüber steht unter teilweiser Verwendung der für Pölitz bestellten Apparate in Lu folgende Erzeugungsmöglichkeit 1940:

bisher hergestellt: 70 t (Verwendbarkeit fraglich)

noch zu erzeugen:

Juli/August: 60 t

Sept./Dezbr.: 230 t

360 t.

Damit wäre die Versorgung der Werke gerade noch gesichert.

Der jetzt erzeugte Vorhydrierkontakt benötigt bei etwa gleichem Schüttgewicht 37 % mehr Wolfram und 25 % mehr Nickel als der Kontakt 6719. Auf Grund der hier vorliegenden Unterlagen ist anzunehmen, dass diese Mehrmengen sich beschaffen lassen.

Hochdruckversuche
Lu 558

20. Juli 1940 La/Ry.

235

## Über den gegenwärtigen Stand der Vorhydrierungs-Kontaktversuche.

Zweck der Vorhydrierung ist es, die an sich nicht zur Zufriedenheit benzinierbaren Mittelöle durch Reduktion der Phenole und Stickstoffverbindungen und gleichzeitig mehr oder weniger starke Aufhydrierung der Kohlenwasserstoffe der Benzinierung über 6434 zugänglich zu machen. Die Anforderungen, die an einen guten Vorhydrierungskontakt gestellt werden müssen, sind im Allgemeinen folgende:

1.) Herabsetzung des Stickstoffgehaltes auf unter 0,01 %
2.) Reduktion der Phenole auf unter 0,1 %
3.) Genügende Aufhydrierung des Mittelöles.

Von den bisher untersuchten Kontakten wird nur der 5058 ($WS_2$) im weiteren Rahmen diesen Anforderungen gerecht. Der hohe Preis des Wolframs und die Wolframknappheit veranlassten eine Serie von Versuchen zur Herstellung eines guten Vorhydrierungskontaktes mit geringerem Wolframgehalt. Der hierbei zunächst entwickelte 6719 (Eisen-Nickel-Wolframsulfid) mit 22 % $WS_2$ ergab mit wasserstoffreicheren Produkten befriedigende Resultate, bewirkte jedoch bei wasserstoffärmeren Mittelölen nicht genügende Phenol- und Stickstoffreduktion und ungenügende Aufhydrierung der Kohlenwasserstoffe. Auch die Erhöhung des $WS_2$-Gehaltes auf 30 % (7525) führte nicht zum gewünschten Erfolg. Durch teilweisen Ersatz des Eisens im 6719 durch aktive Tonerde wurde eine Reihe von Kontakten erhalten, die die Mängel des 6719 weitgehend nicht mehr aufweisen, deren Mittelöle jedoch bei der Benzinierung über 6434 nicht genügend gespalten warden.

Die Vorhydrierung mit Molybdän-Kontakten (7360) ergab gute Phenol- und Stickstoffreduktion, jedoch ungenügende Aufhydrierung der Kohlenwasserstoffe. Die erhaltenen Mittelöle liessen sich infolgedessen nicht befriedigend benzinieren.

Die Versuche, die zur Zeit gefahren werden, sind dahin gerichtet, durch Kombination von Eisensulfid, aktiver Tonerde und Terrana möglichst verdünnte Wolfram- bezw. Molybdänkontakte von etwa der gleichen Güte zu entwickeln wie 5058.

gez. La j u s

TITLE PAGE

8. Verbesserung des 6719 durch verschiedene Zusaetze.

Improvement of 6719 by the addition of various components.

Frame Nos. 236 - 241

Hochdruckversuche
Gth/Lu.558

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier 6. Juni 1940/E

236

## Verbesserung des 6719 durch verschiedene Zusätze.

### Vorläufige Mitteilung.[1]

Aus dem heutigen Scholvener Zwischenmittelöl werden über den Eisen-Mi-W-Kontakt (6719) bei 250 Atm. Druck ganz anhydrierte Mittelöle erhalten (vgl. Tabelle I). Es zeigte sich, daß auch älterer (laborgemäß hergestellter) 6719 nicht besser hydrierte. Auch durch verschiedene Methoden des Auswaschens bzw. Verwendung reiner Reagenzien von Merck wurde kein genügend hydrierender Kontakt erhalten (vgl. Tabelle I).

Kontakte mit mehr Mi- bzw. W-Gehalt brachten ebenfalls nicht eine genügende Mittelöl-Anhydrierung[2]. (Vgl. Tabelle II).

Kontakte, die außer den Bestandteilen des 6719 (teils mit höheren Mi-W-Gehalt) auch noch $Al_2O_3$ enthielten, brachten sehr gute Anhydrierung des Mittelöls und gute Phenolreduktion, aber nur, wenn das $Al_2O_3$ gemeinsam mit dem Fe gefällt war. Zusatz von $Al_2O_3$ in Form von künstlicher Tonerde (Säulini) bzw. von reaktionsfähiger Tonerde (von Stöwener) war bei den bisherigen Versuchen ungenügend. (Vgl. Tabelle III).

Aus dem Diagramm geht hervor, daß die Anhydrierung, gemessen am Anilinpunkt des gesamten Anfallproduktes (der des B-Mittelöls über 180°C ist im allgemeinen um ca. 2°C höher) innerhalb des untersuchten Bereiches nicht in erkennbarem Ausmaß eine Funktion der Wolfram-Konzentration im Kontakt ist. Klar zu ersehen ist an Hand des Diagramms nur der starke Einfluß des Zusatzes von Aluminium in Form von Al-Salz zur Fe-Lösung. (Gemeinsame Fällung).

1) Die Versuche werden fortgesetzt.

2) Der Kontakt 7525 mit 30 % und 5 Fl hat sich inzwischen für Braunkohle-Verflüssigungsmittelöl bei 200 Atm. als brauchbar erwiesen.

M 738

Der Phenolgehalt im Mittelöl ist, entsprechend den Anilin-Punkten, bei den 6719-Kontakten schlecht, bei dem Kontakt mit gefülltem Ton gut bis sehr gut.

Bei den Stickstoffgehalten im Mittelöl erfüllten jedoch die mit gefülltem Ton hergestellten Kontakte nicht ganz die auf Grund von Anilinpunkt und Phenolreduktion gestellten Erwartungen[1], mit der Weiterverarbeitung der Anfallprodukte von diesen Kontakten über 6434 wurde erst jetzt begonnen. Das Produkt von Kontakt 7697 (Tab.III) liess sich nicht ohne Abklingen benzinieren. Das Produkt von Kontakt 7716 (Tab.III) hingegen lässt sich vorläufig (48 Stunden) sehr gut benzinieren. Ein abschliessendes Urteil hierüber kann erst später gegeben werden.

Günther

Gemeinsam mit:
Dr.Peters
Dr.Grassl
H.Trofimow
Dr.v.Pöner
Dr.Anthes
Dr.Scheiner
Dr.Fürst

1) Eine Parallele hierzu bildet der Kontakt 7360 (akt.Tonerde+6% $Co_3O_4$).

6719-Kontakte. Tabelle I.

| Kontakt | | kg $WS_2$ chm Kat. | Ofen-blatt | Zu Beginn | | nach 5 Tagen | | nach n Tagen | | | $E_2$/Tag | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | AP°C | Phenole | AP | Phenole | n | A.P. | Phenole | | |
| 6719 | Herstellung 1939 | — | 3349 | 27 | 0,07 | 17,0 | 0,03 | — | | | (2418) | 2 |
| " | techn.Herstellg. | 360 | 3064 | 30,5 | 0,04 | 21,0 | 0,14 | 11 | 18,5 | 0,03 | 0,017 | 4 |
| | Fass 1-32 | 399 | 3252 | 29,0 | 0,00 | 19,0 | 0,02 | 11 | 16,0 | 0,50 | 0,011 | 11 |
| | " 1-32 | 403 | 3236 | 27,5 | 0,07 | 20,0 | 0,10 | 16 | 17,0 | 0,17 | - | - |
| | " 33-92 | 404 | 3338 | 30,0 | 0,03 | 23,0 | 0,07 | 7 | 21,0 | 0,03 | 0,007 | 15 |
| | " 33-92 | 403 | 3237 | 26,0 | 0,03 | 12,0 | 0,13 | 5 | 12,0 | 0,13 | (2386) | 7 |
| | " 93-152 | 404 | 3256 | 19,0 | 0,10 | 12,5 | 0,48 | 5 | 12,5 | 0,48 | - | - |
| | " 93-152 | 409 | 3305 | 27,0 | 0,10 | 17,0 | 0,18 | 5 | 17,0 | 0,18 | - | - |
| | " 153-212 | 405 | 3258 | 9,0 | 0,31 | - | - | 2 | 12,0 | 0,20 | - | - |
| | " 333-391 | | | | | | | | | | | |
| 7709 | 6719 vor dem Verpillen nochmals mit dest. Wasser gewaschen | 276 | 3260 | 20,0 | 0,14 | - | - | 3 | 15,0 | 0,26 | - | - |
| 7706 | 6719-Pulver, labornachgewaschen | 352 | 3259 | 29,0 | 0,012 | 23,5 | 0,01 | 14 | 20,0 | 0,23 | - | - |
| 7707 | 6719 aus techn.FeS-Reste,i.Lab.m.Gelbsalz u.Ni-Karbonat versetzt | 365 | 3274 | -1,0 | 0,69 | - | - | - | - | - | - | - |
| 7712 | 6719, Laborherstellg. | 396 | 3287 | 24,0 | 0,008 | 22,5 | 0,264 | 8 | 18,0 | 0,40 | - | - |
| 7724 | 6719,aus sauberem FeS hergestellt | 349 | 3298 | 29,0 | 0,03 | 22,5 | 0,07 | 10 | 20,0 | - | - | - |
| 7730 | 6719 aus reinem $FeSO_4$ von Merck | 402 | 3323 | 18,0 | 0,15 | - | - | 2 | 15,0 | - | - | - |
| 7696 | 6719+3% Ni zum fertigen Kontakt | 409 | 3268 | 2,5 | 0,006 | - | - | - | - | - | - | - |

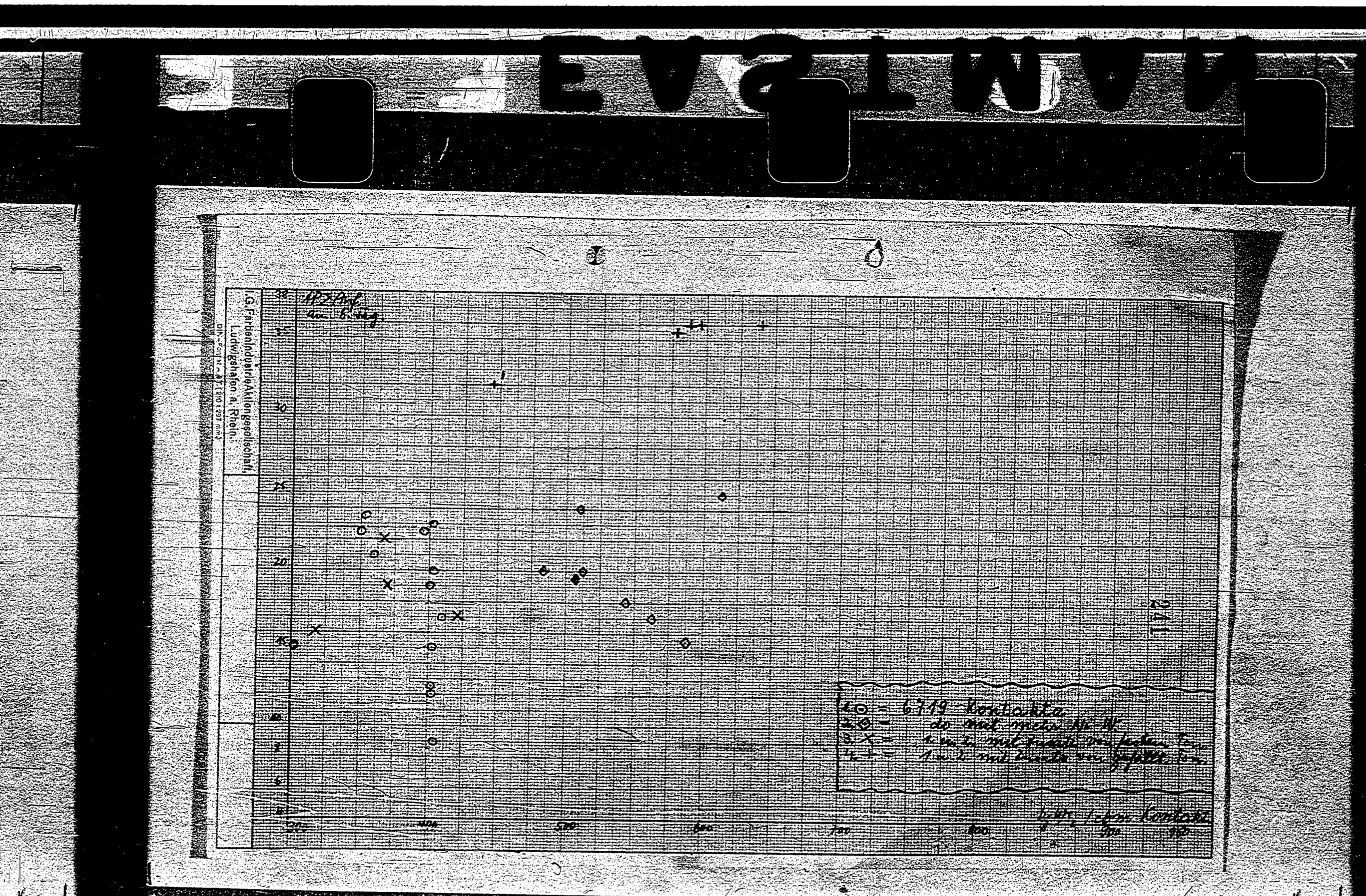
Kontakte der Zusammensetzung des 7525 und 7675. Tabelle II.

| Kontakt | | Kg $WS_2$/cbm Kat. | Ofer-blatt | Zu Beginn | | nach 5 Tagen | | nach n Tagen | | | $N_2$/Tag | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | A.P. | Phenole | A.P. | Phenole | n | A.P. | Phenole | | |
| 7525 | 1.Laborcharge (65 Fe 30 W 5 Ni) | 510 | 3223 | 35,0 | 0,03 | 24,0 | 0,28 | 30 | 22,0 | 0,10 | 0,026 | 30 |
| 7701 | 7525 aus fertigem 6719 durch Zusatz von $WS_2$ und NiS | 506 | 3276 | 25,0 | 0,14 | 19,5 | 0,27 | 8 | 19,0 | 0,19 | - | - |
| | 7525 aus technischem $FeSO_4$ | 561 | 3317 | 27,0 | 0,19 | 17,0 | 0,50 | 5 | 17,0 | 0,50 | - | - |
| | 7525 techn.Chargen I, II, III | 611 | 3326 | 30,0 | 0,13 | 25,0 | 0,06 | 11 | 22,0 | 0,24 | - | - |
| | 7525 Ch III (aus Betriebspaste labormäßig hergestellt) | 590 | 3284 | 15,5 | 0,21 | - | - | 4 | 10,0 | 0,33 | - | - |
| | 7525 Ch III | 534 | 3299 | 18,0 | 0,07 | - | - | 2 | 19,0 | - | - | - |
| | 7525 techn.Charge | 486 | 3295 | 20,0 | 0,08 | - | - | 3 | 7,5 | - | - | - |
| 7730 | 7525 über sauberes FeS hergestellt | 514 | 3307 | 21,0 | 0,20 | 20,0 | 0,29 | 5 | 20,0 | 0,29 | - | - |
| 7675 | 50 FeS + 44 $WS_2$ + 6 NiS | 940 | 3243 | ) nur mit Braunkohle geprüft; geht gut. | | | | | | | | |
| 7675 | " | 940 | 3296 | ) | | | | | | | | |

Fe-W-Ni-Kontakte unter Zusatz von Ton usw. Tabelle III.

| Kontakt No. | | kg $WS_2$/ ccm Kat. | Ofen-blatt | Zu Beginn | | nach 5 Tagen | | nach n Tagen | | | $H_2$/Tag | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | A.P. | Phenole | A.P. | Phenole | n | A.P. | Phenole | | |
| 7705 | 50 akt.Ton von Stöwener 25 FeS 22 $WS_2$ 3 NiS | 318 | 3231 | 17,0 | 0,43 | – | – | 4 | 16,0 | – | – | – |
| 7737 | 6719-Pulver+10% akt.Ton Stöwener (22% $WS_2$) | 368 | 3327 | 33,5 | 0,02 | 26,5 | 0,004 | 8 | 22,0 | 0,008 | – | – |
| 7758 | 56 FeS+30 $WS_2$+4NiS+10% akt.Tonerde v.Stöwener, zugepastet | 557 | 3355 | | | | | | | | | |
| 7744 | 65 FeS+22 $WS_2$+3NiS+10% akt.Tonerde v.Giulini, zugepastet | 369 | 3336 | 18,0 | – | – | – | 2 | 18,5 | – | Druckdifferenz | |
| 7752 | 60 Fe+30 $WS_2$+5NiS+5% akt. Tonerde v.Giulini, zugepastet. | 420 | 3344 | 24,0 | 0,02 | 17,6 | 0,04 | | | | | |
| 7760 | 56 FeS+30 $WS_2$+4NiS+10 akt. Tonerde Giulini, zugepast. | 552 | 3356 | | | | | | | | | |
| 7697 | 28 akt.Ton gef.+32 Fe + 35 W + 5 Ni | 570 | 3270 | 35,5 | 0,05 | 35,5 | 0,037 | 22 | 32,5 | 0,022 | 0,023 | 15 |
| | | | | | | | | | | | 0,015 | 22 |
| | | | | | | | | | | | 0,022 | 5 |
| | | | | | | | | | | | 0,011 | 20 |
| | | | | | | | | | | | 0.009 | 25 |
| 7716 | 32 akt.Ton gef.+34 Fe+ 30 W + 4 Ti | 445 | 3292 | 31,0 | 0,11 | 32 | 0,023 | 31 | 32,0 | 0,003 | | |
| 7738 | 28 akt.Ton gef.+32 Fe + 35 W + 5 Ni aus techn. $FeSO_4$ gekürzt | 646 | 3324 | 31,0 | 0,001 | – | – | 4 | 36,0 | 0,020 | abgestellt nach Druck-differenz | |
| 7739 | 28 akt.Ton gef.+32 Fe + 35 W + 5Ni aus techn. $FeSO_4$ umgekürzt | 598 | 3322 | 40,0 | 0,02 | 38,0 | 0,003 | 15 | 36,0 | 0,014 | 0,015 | 8 |
| | | | | | | | | | | | | 14 |
| 7745 | 10 akt.Ton gef.+30 Fe + 55 W + 4 Ti techn.Ver-gleich. | 596 | 3348 | 37,0 | 0,014 | 36,0 | | | | | | |
| 7750 | 6719 + 5% MgO | 406 | 3343 | 15,0 | 0,10 | – | – | 2 | 15,0 | 0,06 | – | – |
| 7743 | 45 $ZrO_2$ gef.+30 Fe+22 $WS_2$ +3NiS | 368 | 3334 | 27,0 | 0,009 | 24,0 | 0,07 | 9 | 22,0 | 0,13 | – | – |

0522


I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein.
DIN-Format A 4 (210 x 297 mm)
40
35
30
25
20
15
10
5
0
200
400
600
800
1000
1200
1400
1600
1800
2000
2200
2400
2600
2800
3000
3200
3400
3600
3800
4000
4200
4400
4600
4800
5000
5200
5400
5600
5800
6000
6200
6400
6600
6800
7000
7200
7400
7600
7800

TITLE PAGE

III. Hochdrucksversuche Laboratories.
Papers on dehydrogenation. Files of Dr. Pier.
Folder No. S32/VII-D-10.

TITLE PAGE

1. DHD-Benzin Endpunkt 165 und 185°C.
DHD-gasoline endpoint 165 and 185°C.

Frame Nos. 242 - 248

Hochdruckversuche
Lu 558.

6. März 1943. Do/Le. 242

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

## DHD-Benzin Endpunkt 165 und 185°C.

(Betr. Schreiben RLM. vom 15.Februar 1943)

### Zusammenfassung.

Versuche, die einen Vergleich der Benzinausbeute und Qualität bei 185 und 165° Ep. ermöglichen, liegen für Steinkohle 5058/6434 und Braunkohle 5058 - Benzin vor und sind im folgenden wiedergegeben. Danach sowie auf Grund der Dehydrierung von Benzinfraktionen und der Lage der Restbenzinsiedekurven ist beim Übergang von 165 auf 185° Endpunkt unter Beibehaltung von 50 Vol.% Aromaten im DHD-Benzin folgendes zu erwarten:

1.) Steigerung der Ausbeute in der DHD-Stufe von 1 - 2 %.

2.) Erniedrigung der Überladekurve bei $\lambda$ = 1,1 um maximal 0,3 atm.

Wird gleichzeitig mit der Steigerung des Endpunktes der Aromatengehalt von 50 auf 52,5 Vol.% erhöht, so werden Ausbeute und Qualität des DHD-Benzins praktisch unverändert bleiben.

Durch Erhöhung des Endpunktes des Einsatzbenzins von ca. 170 auf ca. 190°C wird die Vergasung der Benzinierung (vgl. Zusammenstellung Dr.Reitz No. 19554i vom 5.11.41) um 1-2 % ermässigt und damit um den gleichen Betrag die Benzinausbeute erhöht. Gleichzeitig dürfte eine Steigerung der Leistung um annähernd 20 % möglich sein.

Insgesamt bleibt also bei evtl. um bis zu 0,3 atm erniedrigter Überladekurve beim Übergang von 165 auf 185° Ep. bei der DHD-Behandlung von Hydrierbenzinen eine Ausbeutesteigerung um 2-4 % oder bei um 2,5 % erhöhtem Aromatengehalt und gleicher gehaltener Qualität eine Ausbeutesteigerung um 1-2 %. Ausserdem vermindert sich der Wasserstoffverbrauch um etwa 12-25 cbm je Tonne Hydrierbenzin; dies kann eine entsprechende, zusätzliche Ausbeutesteigerung mit sich bringen.

243

1) DHD-Benzin aus Steinkohle (5058/6434).

Nach Versuchen im 100 Ltr.-Ofen (Bericht 8 Dr.Nonnenmacher vom 26.10.1940) ergeben sich folgende Zahlen:

| Versuch | I) 185° Ep. | II) 165° Ep. |
|---|---|---|
| Einspritzprodukt % | 100 % | 78 % |
| Spez.Gewicht | 0,793 | 0,774 |
| Anilinpunkt | 32,5° | 42,5° |
| Siedebeginn | 90° | 96° |
| -100° | 2 % | - |
| 150° | 53 % | 77,5 % |
| Endpunkt | 205° | 179° |
| Endprodukt | | |
| Spez.Gewicht | 0,814 | 0,795 |
| Anilinpunkt | -15° | -10° |
| Siedebeginn | 33° | 35° |
| -100° | 23 | 32,5 |
| 150 | 70,5 | 83 |
| -180 | 83 | 92 |
| Endpunkt | 245 | 225 |
| % Aromaten | 68,5 | 63 |
| Gew.% Ausbeute | 81,3 | 79,5 |
| Gew.% Ausbeute für 65% Aromaten | 82 | 78 |

Demnach wurde hier beim höheren Abschneiden bei Steinkohlebenzin eine Mehrausbeute von 4 % erhalten. Für den Übergang von 165 auf 185° Endpunkt (Im Versuch 83 % bis 180 bzw. 150°) ergibt sich hieraus eine Erhöhung der DHD-Benzinausbeute mit 50 Vol.% Aromaten von rund 2 %.

Für den Qualitätsvergleich ergeben die 100 Ltr.-Ofenberichte 2, 4 und 7 vom 12.6., 7.8. und 26.10.40 und der 40 Ltr.-Ofenbericht vom 10.8.42 folgende Zahlen:

-3-

| 5058/6434 Benzin aus | Ep 165° Scholven (100 l) | (40 l) | Ep 185° Gelsenberg | Scholven |
|---|---|---|---|---|
| Ausgangsmaterial | | | | |
| Spez.Gewicht | 0,786 | 0,776 | 0,788 | 0,775 |
| Anilinpunkt | 40 | 40 | 38,2 | 43 |
| Siedebeginn | 110 | 85 | 96 | 71 |
| % -150° | 73,8 | 73 | 53,5 | 67 |
| Endpunkt | 180 | 180 | 197 | 196 |
| DHD-Benzin: | | | | |
| Spez.Gewicht | 0,786 | 0,775 | 0,808 | 0,794 |
| % -70° | 7,5 | 24,0 | 4,0 | 8,0 |
| -100° | 41,0 | 56,0 | 37 | 41 |
| 150° | 90,0 | 95,0 | 80 | 85 |
| Endpunkt | 165° | 165° | 191 | 197 |
| Gew.% Aromaten | 55,5 | 56,5 | 62,0 | 60 |
| Oktanzahl M.M. | 80,5 | 81 | 82,5 | 83,5 |
| " " + 0,12 Pb | 91,5 | 95,5 | 91 | 92 |
| Restbenzin | | | | |
| Spez.Gewicht | 0,703 | 0,685 | 0,707 | 0,695 |
| Anilinpunkt | 55,4 | 58,5 | 53,5 | 57,5 |
| % -100° | 80° | 86° | 78,0 | 82,5 |
| Endpunkt | 147° | 157° | 170° | 158° |
| Oktanzahl M.M. | 76,5 | 73,5 | 71,5 | 74,5 |
| Überladung | fast wie VT 706 | 6482 H Min. 2,5 atm über $CV_2^b$ (= VT 706) | Besser als VT 706 | - |

Die Überladekurven aus Oppau[1] lassen keine Qualitätsunterschiede erkennen. Die Restbenzinoktanzahlen liegen i.M. bei 165° Endpunkt um 1,5 Punkte höher als bei 185° Endpunkt; daraus ergibt sich (bei $\lambda$ = 1,1) eine um etwa 0,3 atm bessere Überladekurve.

2) DHD-Benzin aus Braunkohle Me.

Nach 100 Ltr.-Ofen Berichten 5, 6 und 10 (Dr.Nonnenmacher, 28.8./12.9. 1940 und 21.1.41).

1) Zum Teil aus einer Zeit, da der Oppauer Motor noch Überhitzungen hatte.

| | 5058 Bi Me -185° | 5058 Bi Me -165° | 6434 Bi Me -185 |
|---|---|---|---|
| Ausgangsmaterial | | | |
| Spez.Gewicht | 0,786 | | |
| Anilinpunkt/Acc | 41,8/11,5 | 44 | 48,5 |
| Siedebeginn | | | |
| -100° | 4,5 % | (30) | (20) |
| -150° | 56,5 % | (81) | (60) |
| Endpunkt | 2040 | 174° | 214° |
| Schwerbenzin % -100° | 45, | 0 | 0 |
| % DHD-Abstreifer/Schwerbi bei 65 Gew.% Aromaten im Abstreifer | 82,5 %[1] | 78[1]-82,5[2] | 77,5 % |
| Bei 3 % Redest.Rückstand Gew.% DHD-Benzin mit 50 Vol.% Aromaten | 82,5 % | 78-82,5 % | 78 % |
| DHD-Benzin | | | |
| Spez.Gewicht | 0,793 | 0,790 | 0,784 |
| % -70° | 4,0 | 7,0 | 3,5 |
| 100° | 42,5 | 44,0 | 40,5 |
| 150° | 86,0 | 92,0 | 85,0 |
| Endpunkt | 179° | 166° | 174° |
| Gew.% Aromaten | 58 % | 57,5 % | 53 % |
| Oktanzahl M.M./0,12 pb | 81/92 | 79,5/95,5 | 79/91 |
| Restbenzin | | | |
| Spez.Gewicht | 0,701 | 0,695 | 0,702 |
| Anilinpunkt | + 56 | + 55,6 | 58 |
| % -100° | 76 | 80 | 74 |
| Endpunkt | 162° | 148° | 165° |
| Oktanzahl M.M. | 69 | 69 | 71,5 |
| Überladung | 4020 H | 4254 H | 4025 H |

Die Überladekurven aus Oppau[3] lassen keine Qualitätsunterschiede erkennen, ebenso sind bei der Verarbeitung des Vorhydrierungsbenzins keine Unterschiede in der Restbenzin-Oktanzahl bei 165° bzw. 185° Endpunkt sichtbar.

1) Durchsatz 0,5 bei 5058 Bi Me -185°; etwas besser als $CV_2b$
bei 5058 Bi Me -165°; wie VM 706
bei 6434 Bi Me -185°; wie $CV_2b$

2) Durchsatz 0,37 bei 5058 Bi Me -185°; bei $\lambda$=1,1 $p_{me}$ = 14,4 atm!
bei 5058 Bi Me -165°; bei $\lambda$=1,0 $p_{me}$ = 5 atm!
bei $\varepsilon$ = 8

3) zum Teil aus einer Zeit, da der Oppauer Motor noch Überhitzungen hatte.

246

Die Ausbeuten lagen bei dem 165° Benzin bei gleichem Durchsatz (0,5) kleiner, bei kleinerem Durchsatz (0,17) ebenso wie bei 185° Ep. Benzin.

Für Erdölbenzine liegen keine vergleichbaren Werte für 165° und 185° Ep. vor.

Tabelle

Produktuntersu

K 8952 pept.

| Produkt | Polymerbenzin v. Dr. Schütze Oppau Fraktion -100° | Fraktion 100-170° | Fraktion >170° | DHD-Abstreifer aus Fraktio v. 100-170° Ofen 304 10.12.42 | Ofen 304 11.12.42 | Ofen 30 12.12.4 |
|---|---|---|---|---|---|---|
| Temperatur MV | | | | 27 | 27 | 27 |
| $H_2$-Druck atm (Ofeneingang) | | | | 10 | 5 | 2 |
| Durchsatz kg/Std. | | | | 0,5 [1] | 0,5 [1] | 0,2 [1] |
| cbm Gas/kg Öl | | | | 1 | 1 | 1 |
| Zykluslänge Stdn. | | | | 8 | 8 | 16 |
| % Ausbeute an flüssigem prod. ($O_4$-frei) | | | | 61,5 | ~ 55 | ~ 55 |
| Gas Mittleres C/% Unges. | | | | 2,3/0 | 2,1/? | 2,4/5-10 |
| Produkt (unstabilisiert) | | | | | | |
| spez. Gewicht/20° | 0,684 | 0,745 | 0,822 | 0,721 | 0,731 | 0,783 |
| A.P. I | +38 | +46 | +57 | +36,5 [2] | +34,0 [3] | +5,1 |
| II | +84 | +85 | +83 | +69,5 | +72,5 | +67,2 |
| ASTM Beginn | 25 | 112 | 181 | 20 | 22 | 40 |
| % 50 | 12,5 | - | - | 17,5 | 10,5 | 1,5 |
| 70 | 23,5 | - | - | 29 | 22 | 8,5 |
| 90 | 32 | - | - | 39 | 32 | 19 |
| 100 | 59,5 | - | - | 43,5 | 37,5 | 25 |
| 110 | 81,5 | - | - | 49,5 | 44,5 | 32,5 |
| 120 | 90,5 | 11 | - | 54,5 | 52,5 | 42 |
| 150 | - | 70,5 | - | 76 | 74 | 71,5 |
| 170 | - | 80 | - | 83,5 | 80,5 | 80,5 |
| 200 | - | 97 | 7 | 88 | 87 | 88,5 |
| 225 | - | - | 52 | 89,5 | 89,5 | 93 |
| 250 | - | - | 79,5 | - | - | ? |
| Ende | 120 | 205 | 275 | 232 | 248 | 274 |
| Rückst./Verlust | 1,5/8,0 | 1,5/- | 3,5/- | 1,5/8,0 | 1,5/7,0 | 1,0/2,0 |
| Jodzahl (Hanus 38) | 210 | 205 | 186 | 7 | 87 | - |
| Zusammensetzung: | | | | | | |
| Gew.% Paraffine | | | | 59,5 | 50 | |
| Naphthene | | | | 1,0 | 0 | |
| Aromaten | | | | 35,5 | 40(?) | |
| Ungesättigte | | | | 4,0 | 10 | |
| O.Z. Motor-Meth./M+M+0,12 Pb | 15,5 | 17,5 | 14,5 | | | |
| Res. Meth. | | | | | | |

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

Tabelle 1

[redacted]ktuntersuchungen.



[redacted] K 8952 pept.

K 8500 896-911

[redacted]-Abstreifer aus Fraktion
V: 100-170

| Ofen 304 10.12.42 | Ofen 304 11.12.42 | Ofen 304 12.12.42 | | | Ofen 303 11.2.43 | | Ofen 303 12.2.43 | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 27 | 27 | 27 | | | 26 | | 18 | |
| 10 | 5 | 2 | | | 10 | | 25 | |
| 0,5 1) | 0,5 1) | 0,2 1) | | | 0,5 | | 0,5 | |
| 1 | 1 | 1 | | | 1 | | 1 | |
| 8 | 8 | 16 | | | 8 | | 8 | |
| 61,5 | ~ 55 | ~ 55 | | | 63,5 | | 98-99 | |
| 2,3/0 | 2,1/? | 2,4/5-10 | | | 2,5/0 | | 1,8/0 | |
| [redacted]21 | (0,731 | 0,783 | dto.rédest. -170°4) 0,763 | dto.Rest-benzin(43%) 0,700 | dto.Extrakt (54,5%) 0,849 | 0,704 | red.-165° (83,2%) 0,695 | 0,726 | red.-165° (75,5%) 0,714 |
| 6,5 2) | +34,0 3) | +5,1 | +12,3 | +67,3 | +47,4 | +54,5 | +60,5 | +71,5 | +71,5 |
| 9,5 | +78,5 | +67,2 | +69,3 | +70,0 | | +71,5 | +71,5 | +75,5 | +75,5 |
| 0 | 22 | 40 | 35 | 47 | | 35 | 32 | 98 | 97 |
| 7,5 | 10,5 | 1,5 | 2,5 | 1 | | 7 | 7 | - | - |
| 9 | 2 | 8,5 | 9 | 9,5 | | 16,5 | 16 | - | - |
| 9 | | 19 | 22 | 28,5 | | 26 | 28,5 | - | - |
| 3 | | 25 | 30 | 41 | | 31,5 | 35 | 1 | 2,5 |
| 9 | | 32,5 | 39 | 57 | | 39 | 45 | 4,5 | 9 |
| 4 | | 42 | 53 | 78 | | 51,5 | 67 | 18 | 63 |
| 6 | | 71,5 | 87 | 93 | | 80,0 | 91 | 71,5 | 86-130 |
| 3,5 | | 80,5 | 96 | - | | 84,5 | - | 78,5 | 91-140 |
| 8 | 87 | 88,5 | - | - | | 90,5 | - | 93 | 93,5-150 |
| 9,5 | 89,5 | 93 | - | - | | 94,5 | - | - | 95-160 |
| [redacted]1 | [redacted] | ? | - | - | | - | - | - | - |
| [redacted]0 | 248 | 274 | 172 | 168 | | 225 | 165 | 207 | 165 |
| | 1,5/7,0 | 1,0/2,0 | 1,0/1,0 | 1,5/1,5 | | 3,0/2,5 | 3,0/2,5 | 2,5/2,0 | 2,5/1,0 |
| | 87 | - | (~15) | - | 37 | 13,1 | - | 1,5 | - |
| 9,5 | 50 | | 44 | 97 | | | 86 | 95 | 94 |
| ,0 | 0 | | 1 | 0 | | | 0 | 0 | 0 |
| ,5 | 1,0(?) | | ~50 | 3 | | | 13 | 5,0 | 5 |
| ,0 | 10 | | ~ 5 | 0 | | 20 | (1) | - | 1 |
| | | | | 76,2/- | | | 75,8/93,0 | | 79,2/94,5 |
| | | | | - | | | 79,5 | | 75,5 |

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

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

Reis

Gemeinsam mit:

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

Untersuchungen:

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

TITLE PAGE

2. Dehydrierung und Raffination von Polymerbenzin.
Dehydration and refining of polymer gasoline.

Frame Nos. 249 - 256

1 DHD-Hmg

249

Hochdruckversuche
Lu 558

8.März 1943 Rtz/Eb

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

## Dehydrierung und Raffination von Polymerbenzin.

### Zusammenfassung.

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

Bei der Dehydrierung unter Drucken von 2 bis 10 atm muß zur Erzielung eines Benzins mit 50 Gew.% Aromaten eine Vergasung von etwa 45 % in Kauf genommen werden, wobei das Restbenzin trotz tiefliegender Siedekurve mit 0,2. 76 schlechter als das bei der Raffination erhaltene Benzin ist.

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

---

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

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

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

- 2 -

d1232c

# Ofen 408

● Erster Wert
○ Weitere Werte mit reg. Kontakt
x Wiederholungswerte mit reg. Kontakt

| Ofen Nr. | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 5331a | 5931b | 7360/977 | 7360/978 | 7360/979 | 7360/974 | 5931 | 2360 |
| | Ofen 2456 | kurze Achse | Op. Ch. Mg 3 kV | do. ohne Mg | Nutzlänge | ohne Dach | Temp. v. 28 bis | T 577 - 582 |

Einbau vom 10.3.45 — Gew. % Aromaten

| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 | 8 |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | 9052/942 | 9053/943 | 9054/944 | 9055/945 | 9056/950 | 9057/951 | 9058/945 | 9059/952 |
| | alte Ofenfüllung | do. wie Nr. 1 | do. wie Nr. 2 | do. wie Nr. 3 | do. Nutzlänge 30 cm | do. Nutzlänge 30 cm | wie 944, aber | do. 952 |
| | Nutzlänge 30 cm | 30 cm | 30 cm | 30 cm | | | | |

Einbau vom 10.3.45 — Gew. % Aromaten

mV: 25 26 27 28 26 27 28 26 27 28 26 27 28 26 27 28 26 27 28 26 27 28 26 27 28

# Ofen 408

● Erster Wert
○ Weitere Werte mit reg. Kontakt
× Wiederholungswerte mit reg. Kontakt

Ofen Nr.: 1 2 3 4 5 6 7 8

Einbau vom 26.3.43

Gew.-% Aromaten

7360/296 Temperatur 0h 2h

7360/977 Rhein-Sendig

7360 T 477–458

7360 T 477–458 (Wiederholung)

7935 Gasbenzol Kogl.

7360/886/1050 Ruhr-Sendig + Gasbenzol

7935/892 WP 6/35

9054/1058 (Neubau)

7935 T 455–477

7935/1031 WR 97

5931a Temperatur 1 Stunde 2h 475°C

7935/1031/1052 do + Rhein-Sendig

9057/1067 0h 2h 500°C

7560/977 Rhein-Sendig

Einbau vom 3.4.43

Gew.-% Aromaten

7360 T 477–458

7360/977 Rhein-Sendig

7360 T 477–458 (Wiederholung)

7360/886/1050 Ruhr-Sendig + Gasbenzol

9054/1058 (Neubau)

7935/1031 WR 97

7935/1031/1052 do + Rhein-Sendig

7560/977 Rhein-Sendig

T 500°C

0 % 100°

80 70 65 60 50 40 30 20 10 0

mV 25 26 27 28 26 27 28 26 27 28 26 27 28 26 27 28 26 27 28 26 27 28 26 27 28

| Kontakt | Zusammensetzung | Träger |
|---|---|---|
| **Blatt:** 8/43 Einbau vom 11.3.43 | | |
| 5931a | akt.$Al_2O_2$+70 g $MoO_3$/Ltr. | Betriebsherstellung Leuna, Sendung v. 24. |
| 5931b | " + 55g " | " " |
| 7360/977 | " " | Akt.Tonerde v.Op,Durchschn.Probe v.9.3.43 |
| 7360/978 | " " | " " " |
| 7360/973 | " " | " " v.6.3.43, |
| 7360/974 | " " | " " " |
| 5931 | " + 70g $MoO_3$/Ltr. | Betriebsherstellung Leuna, Sendung v.28.1. |
| 7360,Faß 1577-1638 | " + 55g " | Betriebsherstellung |
| **Blatt:** 9/43 Einbau vom 19.3.43 | | |
| 9031/946 | akt.$Al_2O_3$+ZnO + 55g $MoO_3$/Ltr. | $Al(NO_3)_3$+$Zn(NO_3)_2$ (9:1) mit NaOH + $NH_3$(72, |
| 9053/947 | " | gefällt, mit $NH_3$-W |
| 9054/948 | " | " mit NaOH bei 90° ge |
| 9055/949 | " | " mit KOH + $NH_3$(72,5 |
| 9056/950 | " | gefällt, mit $NH_3$-W |
| 9057/951 | " +CdO + " | " mit KOH bei 90° gef |
| 9031/845 | " +ZnO + " | mit NaOH+$NH_3$(72,5: |
| 9058/952 | " " | $Al(NO_3)_3$+$Cd(NO_3)_2$ (9:1) gefällt, mit reine |
| | | $Al(NO_3)_3$+$Zn(NO_3)_2$ (9:1) mit NaOH+$NH_3$(72,5) |
| | | " " gefällt, mit $NH_3$-W |
| | | usw. wie Ofen 1, a |
| | | usw. wie Ofen 1, h |
| **Blatt:** 10/43 Einbau vom 26.3.43 | | |
| 7360/998 | akt.Tonerde+ 55g $MoO_3$/Ltr. | Akt.Tonerde v.Op v.20.3.43, 7to-Sendung |
| 7360/945 | " " | Reaktionsfäh.Tonerde, gepillt, auf 350° erh |
| 7360/F.1577-1638 | " " | Betriebsherstellung |
| 7935/F. 403-417 | " " | " Ausbau Ka.801, Ofen 1 v. |
| 7935/972 | " " | Akt.Tonerde v.Pölitz,WPö 83/v.22.2.43,Pulv |
| 7935/F.135-177 | " | 350° erhitzt |
| 5931a | " + 70g $MoO_3$/Ltr. | Betriebsherstellung |
| 9067/997 | " +100g " | " Leuna, Sendung vom 24.2. |
| | | " " " mit 30g |
| **Blatt:** 11/43 Einbau vom 3.4.43 | | |
| 7360/F.1577-1638 | akt.Tonerde + 55g $MoO_3$/L. | Betriebsherstellung |
| 7360/977 | " | akt.Tonerde v.Op, Durchschn.Probe v.9.3.43 |
| 7360/F.1577-1638 | " | 12 to-Sendung |
| 7360/80/1030 | " + 80g " | Betriebsherstellung, Ausbau Ofen 408/8, Bla |
| 9054/948 | " + 55g " | Akt.Tonerde v.Op. Durchschn.Probe v.9.3.43, |
| 7935/1031 | " | 12 to-Sendung |
| 7935/80/1032 | " + 80g $MoO_3$/L. | $Al(NO_3)_3$+$Zn(NO_3)_2$ mit KOH + $NH_3$(72,5:3,6 Mo |
| 7360/977 | " + 55g $MoO_3$/L. | Ausbau Of.408/3, |
| | | Akt.Tonerde von Pölitz, WPö 92, P 81-120 |
| | | " " " |
| | | " v.Op, Durchschn.Probe v.9.3.43, |
| | | 408/3, Blatt 8/4 |

Blatt: 7/43 Spaltung von DHD-Rückstand.
Blatt: 12/43 Entmethylierung von Xylol.

| Träger | g $MoO_3$/Ltr. nach Analyse | Schütt-gewicht | Abrieb (Rückst. a/8 mm Sieb | Temp. in MV für 65 Gew.% Aromaten gefunden | Temp. in MV für 65 Gew.% Aromaten berechnet auf 55g $MoO_3$/Ltr. | % -100° bei 65 Gew.% Aromaten | Ofen 408 Nro. |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | nicht zuverlässige Werte | | | |
| ng Leuna, Sendung v. 24.2.43 | 66,5 | 0,74 | 86,0 | 27,8 | - | ca.12 | 1 |
| Durchschn.Probe v.9.3.43,$NH_3$-beh.,gesiebt, | 73,7 | 0,77 | 81,4 | 27,8 | - | ca.13 | 2 |
| " " 12 to-Sendung. | 59,5 | 0,72 | 92,5 | 27,2 | 27,4 | 18 | 3 |
| " v.6.3.43,dialys.m.Zwischen-ohne $NH_3$-Behandlg. | 57,0 | 0,68 | 80,4 | 27,7 | 27,8 | ca.15 | 4 |
| trocknung | 60,2 | 0,79 | - | 25,7 | 25,9 | 16 | 5 |
| " dialys.ohne Zwi-schentrocknung | 58,5 | 0,75 | - | 27,1 | 27,2 | 21 | 6 |
| ng v.28.1.42 | 69,9 | 0,73 | 98,2 | 27,0 | | 20 | 7 |
| ng | 51,4 | 0,64 | 92,0 | 27,1 | 26,9 | 21 | 8 |
| (9:1) mit NaOH + $NH_3$(72,5:3,6 Mol)bei 90° gefällt, mit $NH_3$-Wasser gewaschen | 57,3 | 0,45 | - | ca.26,7 | ca.26,8 | 15 | 1 |
| mit NaOH bei 90°gefallt,m.$NH_3$-Wass.gew. | 47,1 | 0,43 | - | 26,1 | 25,8 | 9 | 2 |
| mit KOH + $NH_3$(72,5:3,6 Mol) bei 90° gefällt, mit $NH_3$-Wasser gew. | 57,6 | 0,46 | - | 25,6 | 25,7 | 10 | 3 |
| mit KOH bei 90°gefällt,m.$NH_3$-Wass.gew. | 60,6 | 0,52 | - | 26,7 | 26,9 | 6 | 4 |
| mit NaOH+$NH_3$(72,5:3,6Mol) bei 90° gefällt, mit reinem Wasser gew. | 59,2 | 0,51 | - | 26,2 | 26,4 | 12 | 5 |
| (9:1) mit NaOH+$NH_3$(72,5:3,6 Mol) bei 90° gefällt, mit $NH_3$-Wasser gew. | 61,5 | 0,39 | - | 28,3 | 28,5 | 14 | 6 |
| (9:1) usw. wie Ofen 1, alte Herstellung | 49,5 | 0,42 | - | ca.26,9 | ca.26,6 | 16 | 7 |
| " usw. wie Ofen 1, bei 50° gefällt | 62,4 | 0,80 | - | 26,3 | 26,6 | 10 | 8 |
| .20.3.43, 7to-Sendung | 46,2 | 0,54 | 91,2 | 26,0 | 25,7 | ca.15 | 1 |
| ie, gepillt, auf 350° erhitzt(unpeptis.) | 48,3 | 0,46 | - | 26,6 | 26,3 | 12 | 2 |
| Ausbau Ka.801, Ofen 1 v.2.3.43 | 50,3 | 0,64 | 92,0 | 26,2 | 26,0 | 16 | 3 |
| tz,WP8 83,V.22.2.43,Pulver, gepillt, auf 350° erhitzt | 56,9 | 0,51 | 94,0 | 26,2 | 26,2 | 12 | 4 |
| | 54,6 | 0,49 | - | 26,4 | 26,4 | 12 | 5 |
| Leuna, Sendung vom 24.2.43 | 49,7 | 0,56 | 98,1 | ca.27,5 | 27,2 | ca. 12 | 6 |
| " " " mit 30g $MoO_3$/Ltr.nachgetr. | 70,0 | 0,73 | 86,0 | 26,4 | - | 15 | 7 |
| | 95,8 | 0,72 | - | 25,8 | - | 12 | 8 |
| | | | | nicht zuverlässige Werte | | | |
| ur .9.3.43 $NH_3$beh.,gesiebt, | 48,9 | 0,64 | 92,0 | 25,6 | 25,4 | 13 | 1 |
| ndung | 60,7 | 0,71 | 92,5 | 25,6 | 25,8 | 11 | 2 |
| 8/8, Blatt 8/43 | 51,4 | 0,72 | 92,0 | 25,5 | 25,3 | 12 | 3 |
| urch v.9.3.43, $NH_3$-beh.,gesiebt, 12 to-Sendung | 66,3 | 0,72 | 92,5 | 26,3? | - | ca.13 | 4 |
| it KOH + $NH_3$(72,5:3,6 Mol) bei 90° gef., Ausbau Of.408/3, Blatt 9/43 | 57,6 | 0,47 | - | 25,5 | 25,6 | ca.11 | 5 |
| itz, WP8 92, P 81-120 | 54,0 | 0,41 | - | 26,4 | 26,4 | ca.14 | 6 |
| " " " | 76,0 | 0,41 | - | 25,8 | - | ca.10 | 7 |
| urchsohn.Probe v.9.3.43, Ausbau Ofen 408/3, Blatt 8/43 | 59,5 | 0,69 | 92,5 | 25,4 | 25,6 | ca.12 | 8 |

Die Ausbauprobe Kammer 801, Ofen 1 vom 2.3.43 zeigt nach 4917 Betriebsstunden auffallend gute Aktivität bei geringer Spaltung (26,2 mV, 12 % -100°). Der von dem Frisch-Kontakt vorliegende Wert aus einer Prüfung im 1 Ltr-Ofen gibt eine Aktivität von etwa 26,8 mV an. Unter Berücksichtigung der Tatsache, dass die im 1 Ltr-Ofen gefundenen Werte für Kontakte des Type 7935 etwa mit jenen der 100 ccm Öfen übereinstimmen, ist für diesen Kontakt eine Aktivitätszunahme festzustellen.

Zwei Proben von Oppauer Tonerde, die zur Entfernung des bei der Trocknung mit schwefelhaltigen Abgasen entstandenen $SO_4$ einige Wochen lang dialysiert worden waren, unterschieden sich voneinander dadurch, dass einer der beiden Kontakte, (mit Zwischentrocknung) besonders hohe Dehydrieraktivität zeigte. Dieser Effekt müsste, da die ganze Serie gefundener Werte unzuverlässig ist, noch einmal festgestellt werden.

Unpeptisierte Tonerde von Oppau ("Reaktionsfähige Tonerde") ist im Vergleich mit peptisierter Tonerde (z.B. Vergleichskontakt 7360) etwas weniger aktiv als diese, jedoch bei etwa gleich niedriger Spaltung um etwa 0,8-1,0 mV besser als die gleichfalls unpeptisierte Tonerde nach Dr.v.Füner:

| | Aktivität berechn. auf 55 g $MoO_3$/Ltr. | Spaltung |
|---|---|---|
| Vergleichskontakt 7360, Fass 1577-1638 | 26,0 | 16 |
| Reaktionsfähige Tonerde, (unpeptisiert) | 26,3 | 12 |
| Tonerde Dr.v.Füner, K 7935 Faß 135-177 | ca.27,2 | ca. 12 |

Ferner wurde gefunden, dass kein Unterschied zwischen bei 50° und bei 90° gefällten Kontakten wahrnehmbar ist.

Mit $Cd(NO_3)_2$ hergestellte Kontakte sind sehr wenig aktiv.

Zu 2.) Aus Leuna wurden zwei Kontakte, 5931a und 5931 b, Sendung vom 24.2.1943, mit einer früheren Sendung, 5931 v.28.1.1942 verglichen. Die Untersuchung auf $MoO_3$-Gehalt ergab

| | Schüttgewicht | g $MoO_3$/Ltr. |
|---|---|---|
| 5931 vom 28.1.1942 | 0,73 | 69,9 |
| 5931 a v.24.2.1943 | 0,73-0,74 | 66,5-70,0 |
| 5931 b v. " | 0,77 | 73,7 |

Da die gefundenen Aktivitätswerte, wie der Versuch mit dem Vergleichskontakt zeigt, nicht zuverlässig sind, kann über diese Kontakte nur allgemein gesagt werden, dass Kontakt 5931 vom 28.1.1942 etwa gleich gut ist, wie der verwendete Vergleichskontakt 7360, Fass 1577-1638, während die beiden anderen Leuna-Kontakte deutlich (ca. 0,5 mV) schlechter sind als dieser.

Es muss noch hinzugefügt werden, dass alle drei Leuna-Kontakte etwa 20 g $MoO_3$/Ltr. mehr enthalten, als der Vergleichskontakt.

Nachtränkung des Kontaktes 5931a mit 30g $MoO_3$/Ltr. (auf ca. 100 g $MoO_3$/Ltr.) verbessert die Aktivität um ca. 0,6 mV.

Von den von Pölitz zugesandten 2 Proben WPö 83 vom 22.2.43 (Pulver) u. WPö 92, P 81-120, ist Probe WPö 83 in Aktivität fast so gut wie der Vergleichskontakt 7360 und besitzt eine Spaltung von 12 % -100 , während WPö 92 etwa 0,8 mV schlechtere Aktivität zeigt als dieser und etwa 14 % Spaltung ergibt. Durch Tränken mit 60 g $MoO_3$/Ltr. wird dieser Kontakt um etwa 0,6 mV besser.

Bei der Prüfung von 2 größeren Sendungen aus Oppau, 12 to-Sendung vom 0.3.43 und 7 to-Sendung vom 20.2.43 wurde Test-gestellt:

| | Aktivität berechnet auf 55 g $MoO_3$/Ltr. | Spaltung |
|---|---|---|
| Vergleichskontakt 7360, Fass 1577-1638 | 26,0 | 16 |
| 12-to Sendung, $NH_3$ behandelt | ca. 26,5 | ca. 18 |
| " " , ohne $NH_3$-Behandlung | ca. 26,9 | ca. 15 |
| 7-to Sendung | 25,7 | ca. 15 |

Die 7 to-Sendung ist danach besser als der 7360 Vergleichskontakt, während die 12 to-Sendung, besonders die Tonerde ohne $NH_3$-Nachbehandlung, weniger gut ist.

-5-

Einteilung der geprüften Kontakte:

1. Prüfung von Tonerden, die in Anwesenheit von Zn- und Cd-Nitrat gefällt wurden.

2. " " Betriebsherstellung Leuna, Pölitz, Oppau, Ausbau Kammer 801,

3. Prüfung von peptisierter bzw. unpeptisierter und dialysierter Tonerde mit und ohne Zwischentrocknung.

Zu 1. In Fortsetzung der Versuche mit Trägern aus gemeinsam gefälltem $Al_2(SO_4)_3$ oder $Al(NO_3)_3$ mit Sulfaten oder Nitraten zweiwertiger Metalle wurde gefunden:

Durch Fällung von Al- und Zn-Nitrat (9:1) mit Natronlauge und Ammoniak werden, wie bereits festgestellt wurde, weniger aktive Kontakte erhalten als durch Fällung mit reiner Natronlauge. Mit dieser Aktivitätssteigerung scheint eine ziemlich starke Verringerung der Schaltung parallel zu gehen.

Wäscht man mit NaOH + $NH_3$ gefällte Tonerde nachträglich mit Wasser anstatt mit verdünntem $NH_3$, dann wird eine gewisse Aktivitätsverbesserung erhalten.

Zahlenmässig verglichen, ergeben diese drei Kontakte folgendes Bild:

| Träger + 55 g $MoO_3$/Ltr. | Aktivität(mV) berechn.auf 55 g $MoO_3$/Ltr. | Spaltung |
|---|---|---|
| Al- u.Zn-Nitrat (9:1) mit NaOH + $NH_3$ (80:20 Gew.) bei 90° gefällt, mit $NH_3$ gewaschen | 26,6-26,8 | 15-16 |
| Al- u.Zn-Nitrat (9:1) mit NaOH + $NH_3$ (80:20 Gew.), mit Wasser gewaschen | 26,4 | 12 |
| Al- u.Zn-Nitrat (9:1) mit NaOH bei 90° gefällt, mit $NH_3$ gewaschen | 25,8 | 9 |

Wird für die Fällungen Kalilauge anstatt Natronlauge verwendet, dann ist nach den Versuchsergebnissen der mit KOH + $NH_3$ gefällte Kontakt etwa ebenso gut wie der mit NaOH allein gefällte, während Fällung mit KOH allein zu einem viel weniger aktiven Kontakt führt.

| Fällung von Al- und Zn-Nitrat (90°) | Aktivität berechn.auf 55g $MoO_3$/Ltr. | Spaltung |
|---|---|---|
| mit KOH + $NH_3$ (80:20) | 25,7 | 10 |
| " NaOH allein | 25,8 | 9 |
| " KOH " | 26,9 | 6 |

Unpeptisierte Tonerde nach Herstellung Oppau ist weniger aktiv als peptisierte und um ca. 0,8 - 1,0 mV besser als die unpeptisierte Tonerde (K 8500) nach Dr.v.Füner.

Gemeinsam mit
Dr.Donath
" Nonnenmacher
" Reitz
" v.Füner
" Günther.

Reitz

TITLE PAGE

3. DHD-Kontaktpruefungen in 100 ccm-Oefen.
DHD catalyst tests in 100 cc
furnaces.

Frame Nos. 257 - 266

Hochdruckversuche
Lu 558.

28. Mai 1943. Ro/Le.

257

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

## DHD-Kontaktprüfungen in 100 ccm-Öfen.

### 12. Bericht

### Zusammenfassung.

Bei Fortsetzung der in den vorherigen Berichten erwähnten Versuche über gemeinsame Fällung von Al-Salzen mit Salzen zweiwertiger Metalle ergab sich:

Die gefundene Aktivitätssteigerung durch Fortlassen von Ammoniak bei der Fällung der Mischung der Salzlösungen (und zwar bei Verwendung von NaOH) wird bestätigt. Mit der Aktivitätssteigerung verläuft eine Abnahme der Spaltung parallel.

| Nro. | Träger + 55 g $MoO_3$/Ltr. | Aktivität | Spaltung |
|---|---|---|---|
| 1 | Al- u. Zr-Nitrat (9:1) mit NaOH + $NH_3$ (80:20) bei 90° gefällt, mit $NH_3$-Wasser gewaschen | 26,6-26,8 | 15-16 |
| 2 | " (9:1) mit NaOH + $NH_3$ (80:20) bei 90° gef. mit reinem Wasser gewaschen | 26,4 | 12 |
| 3 | " (9:1) mit NaOH bei 90° gefällt, mit $NH_3$-Wasser gewaschen | 25,8 | 9 |

Bei Verwendung von Kalilauge ist dieser Effekt nicht feststellbar. Ein mit KOH + $NH_3$ (80:20) gefällter Träger war als Kontakt ebenso gut (25,7 mV, 10 % -100°) wie Kontakt Nr.3.

Die aus Leuna gesandten Kontaktproben 5931a und 5931 b mit ca. 70 g $MoO_3$/Liter sind gegenüber einem älteren Leunakontakt 5931 vom 28.1.42 und dem Vergleichskontakt um etwa 0,5 mV schlechter.

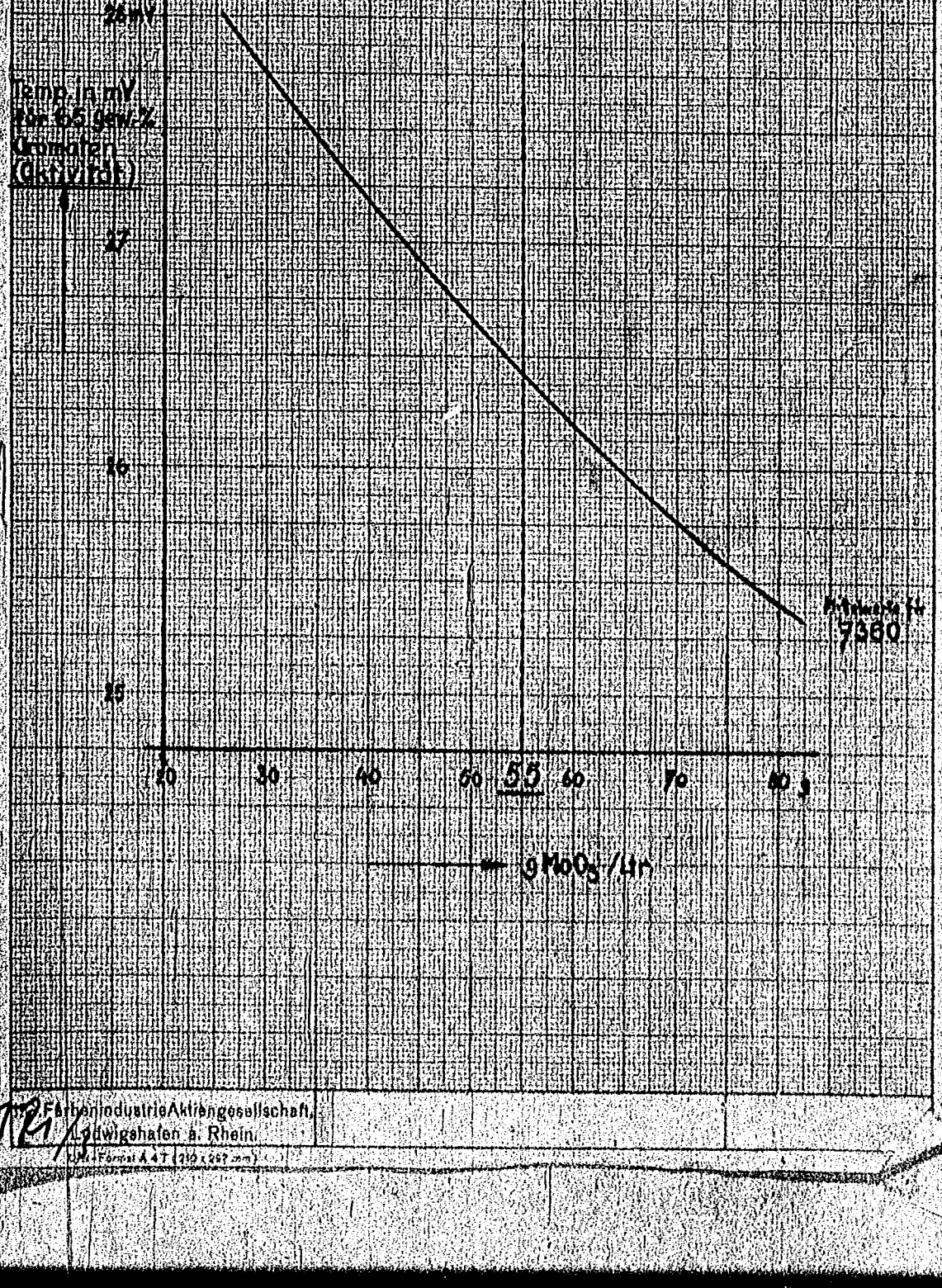
Die Kontaktprobe aus Pölitz WPö 92 (Partie 81-120) ist etwa so gut wie Kontakt 7935, Fass 135-177; WPö 83 besitzt fast die Aktivität des Vergleichskontaktes 7360 Fass 1577-1638 bei günstiger Spaltung (12 % -100°).

Die 7 to-Tonerdesendung von 20.3.43 von Oppau ist sehr gut (mit 25,7 mV um 0,3 mV besser als der 7360-Vergleichskontakt), die 12 to-Sendung mittelmässig (26,5 mV).

Der Kontaktausbau von Kammer 801, Ofen 1 von 2.3.43, 7935 Fass 403-417 zeigt nach 4917 Betriebsstunden sehr gute Werte, die etwas besser liegen als bei dem Frischkontakt.

Blatt-Nr. 258

## Abhängigkeit der Aktivität von OHD-Kontakten vom $MoO_3$-Gehalt




Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Ludwigshafen a. Rhein.
Form. Format A 4 T (210 x 297 mm)

Ofen 408

Einbau vom 16.2.43

Gew.-% Aramid

Einbau vom 29.2.43

Gew.-% Aramid

Ofen-Nr.

Lage

Stapel

Farbe

Wert

Datum

Name

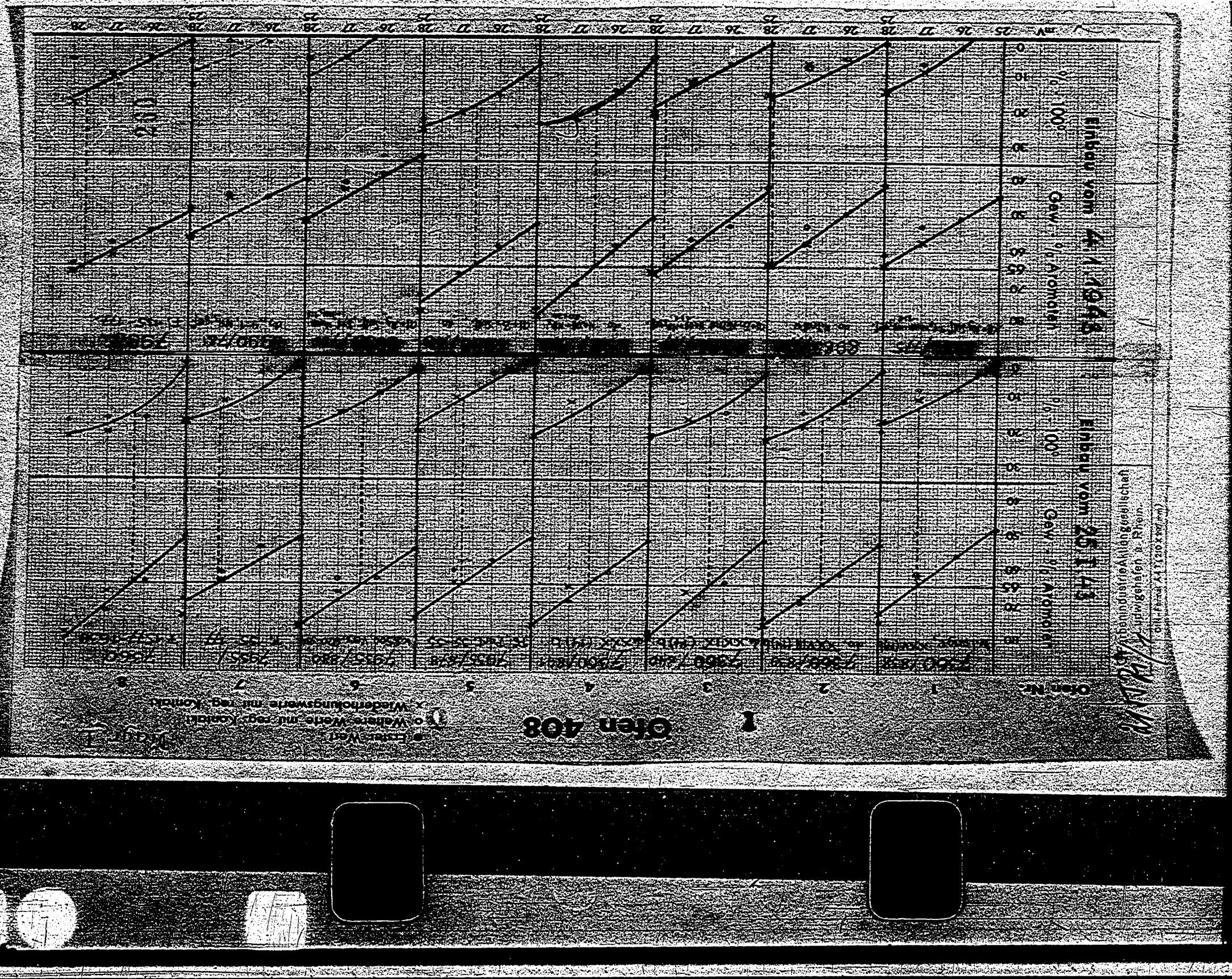
Bild-Nr.

Stapel II

Farbe Wert

Wiederholungswerte mit rog. Kontakt

Wiederholungswerte mit rog. Kontakt


Ofen 408
Ofen Nr.
Gew.-% Aromaten
Gew.-% Aromaten
Gew.-% Aromaten
Gew.-% Aromaten

| Kontakt | Zusammensetzung | Träger |
|---|---|---|
| Blatt 1/43, Einbau vom 4.1.43 | | |
| 8984/775 | akt.Tonerde+MgO+55g $MoO_3$/Ltr | $Al_2(SO_4)_3$+$MgSO_4$ (9:1 Gew) mit NaOH+$NH_3$ (1:1 Mol) |
| 8985/776 | " | $Al(NO_3)_3$ $Mg(NO_3)_2$ " " " |
| 8986/777 | " +ZnO+55g $MoO_3$/Ltr | $Al(NO_3)_3$+$Zn(NO_3)_2$ " " |
| 8987/778 | " " " | " " " |
| 8988/779 | " " " | " mit NaOH+$NH_3$ (72,5:3,6 |
| 8989/780 | " +MgO+55g $MoO_3$/Ltr | $Al_2(SO_4)_3$+$ZnSO_4$ (9:1 Gew) " " |
| 8990/781 | " " " | $Al_2(SO_4)_3$+$MgSO_4$ (3:1 " ) mit NaOH+$NH_3$ (1:1 Mol) |
| 7935 Faß | " + 55 g $MoO_3$/Ltr | " (9:1 " ) " $NH_3$ |
| 135-177 | | Betriebsherstellung |
| Blatt 3/43, Einbau vom 25.1.43 | | |
| 7359/838 | akt.Tonerde + 55 g $MoO_3$/Ltr | Akt.Tonerde Dr. Lange v.6.1.43 Vers.XXV (14) b |
| 7360/839 | " | " " " " " XXVIII (14 |
| 7360/840 | " | " " " " " XXIX " |
| 7360/841 | " | " " " " " XXX " |
| 7935/878 | " | K 8500 P 35-55 v. Pölitz |
| 7935/880 | " | K 8500 Vers. 920-934 |
| 7935 Faß | " | Betriebsherstellung |
| 135-177 | " | " |
| 7360 Faß | " | |
| 1577-1638 | " | |
| Blatt 4/43, Einbau vom 5.2.43, Entmethylierung von Xylol | | |
| Blatt 5/43, Einbau vom 16.2.43 | | |
| 8997/843 | akt.Tonerde+ZnO+55g $MoO_3$/Ltr | $Al(NO_3)_3$+$Zn(NO_3)_2$ (9:1) mit NaOH+$NH_3$ (72,5:3,6 M |
| 9031/845 | " " " | " " " |
| 9032/846 | " " " | " " " bei 90 |
| 9033/847 | " +MgO+ " " | $Al(NO_3)_3$+$Mg(NO_3)_2$ (9:1) mit NaOH kalt gefällt |
| 9034/848 | " +CaO+ " " | " +Ca$(NO_3)$ " " " |
| 9035/849 | " +CuO+ " " | " +Cu$(NO_3)_2$ " " " |
| 9036/850 | " +ZnO+ " " | " +Zn$(NO_3)_2$ (9:1) " KOH+$NH_3$ " |
| 7935 Faß 135-177 | akt.Tonerde + 55 g $MoO_3$/Ltr. | Betriebsherstellung |
| Blatt 6/43, Einbau vom 23.2.43 | | |
| 7935/890 | akt.Tonerde + 55 g $MoO_3$/Ltr. | K 8500 Paste, im Labor gewaschen, getrocknet, ge |
| 9039/891 | " | " " " und auf 350° erhitzt |
| 9040/892 | " | " " " mit Aceton angerührt, auf -20° ge erwärmt, abgesaugt usw. |
| 7935 Faß 135-177 | " | mit Toluol angerührt u. abdestill. (wasserfrei gemacht) usw. wie ober |
| 7935/85 Faß 69-102 | " +85g $MoO_3$/Ltr | Betriebsherstellung |
| " " " | " " | " Ausbau Of.306 v. 23.12.42 |
| " Faß 760+761 | " +55g " | " frisch |
| " " 104+105 | " | " Ausbau Ka 504 v. 8.2.43, Of. |
| | | " " " " Of. |

| Träger | g $MoO_3$/Ltr. | Schütt-gew. | Abrieb (Rückst. auf 8 mm Sieb | Temp mV für 65 Gew% Aromaten gefunden | Temp mV für 65 Gew% Aromaten berechnet auf 55 g $MoO_3$/Ltr. | % - 100° bei 65 Gew% Arom. | Ofen 408 Nr. |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| [redacted] | | | | | | | |
| [redacted] 3 (1:1 Mol) gefällt | 56,0 | 0,84 | - | 28,1 | 28,1 | 15 | 1 |
| " " | 45,0 | 0,74 | - | 27,9 | 27,3 | 16 | 2 |
| " mit NaOH+$NH_3$ (72,5:3,6 Mol) gefällt | 66,0 | 1,09 | - | 27,7 | 28,2 | 18 | 3 |
| Gew.) " " " | 62,0 | 0,97 | - | 25,5 | 26,8 | 20 | 4 |
| " ) mit NaOH+$NH_3$ (1:1 Mol) " | 57,5 | 0,86 | - | 26,6 | 26,7 | 19 | 5 |
| " ) " $NH_3$ " | 46,8 | 0,94 | - | ca 30,0 | ca 30,0 | ca 16 | 6 |
| " " " | 55,8 | 1,14 | - | ca 29,5 | ca 29,5 | ca 15 | 7 |
| | 48,5 | 0,52 | 98,1 | 27,7 | 27,4 | 16 | 8 |
| e V.6.1.43 Vers. XXV (14) b | 45,7 | 0,91 | - | 27,0 | 26,5 | 14 | 1 |
| " " XXVIII (14) b | 52,0 | 0,91 | - | 26,5 | 26,4 | 16 | 2 |
| " " XXIX " | 56,0 | 0,83 | - | 26,4 | 26,4 | 15 | 3 |
| " " XXX " | 53,0 | 0,85 | - | 26,5 | 26,4 | 14 | 4 |
| 1bz | 42,2 | 0,38 | - | 26,8 | 26,2 | 12 | 5 |
| | 50,0 | 0,45 | - | 26,4 | 26,2 | 14 | 6 |
| | 49,5 | 0,56 | 98,1 | 27,1 | 26,9 | 16(?) | 7 |
| | 47,5 | 0,64 | 92 | 26,3 | 26,0 | 17 | 8 |
| ) mit NaOH+$NH_3$ (72,5:3,6 Mol) kalt gefällt | 43,9 | 0,74 | - | 28,1 | 27,4 | ca 12 | 1 |
| " bei 90°C " | 40,0 | 0,40 | - | 26,3 | 25,7 | 12 | 2 |
| gefällt | 23,5(?) | 0,43 | - | 26,9 | ? | 16 | 3 |
| 72,5:3,6 Mol) kalt gefällt | 43,6 | 0,55 | - | 27,9 | 27,3 | 9 | 4 |
| " " " | 48,1 | 0,67 | - | 27,9 | 27,5 | ca 13 | 5 |
| ) " KOH+$NH_3$ " " " | 42,0 | 0,68 | - | 27,2 | 26,4 | 19 | 6 |
| | 51,0 | 0,72 | - | 27,0 | 26,8 | 14 | 7 |
| | 50,1 | 0,56 | 98,1 | 27,0 | 26,8 | 13 | 8 |
| r gewaschen, getrocknet, gepillt | 49,0 | 0,53 | - | 26,3 | 26,1 | 15 | 1 |
| 350° aktiviert | | | | | | | |
| ton angerührt, auf -20° gekühlt, | 50,7 | 0,43 | - | 26,4 | 26,2 | 16 | 2 |
| abgesaugt usw. | | | | | | | |
| Mol angerührt u. abdestilliert | 53,4 | 0,37 | - | 26,0 | 25,9 | 15 | 3 |
| frei gemacht) usw. wie oben | | | | | | | |
| uebau Of 306 v. 23.12.42 | 50,5 | 0,56 | 98,1 | 26,8 | 26,2 | 13 | 4 |
| risch | 95,2 | 0,64 | - | 25,5 | - | 14 | 5 |
| uebau Ku 504 v. 8.2.43, Of. 1 | 92,9 | 0,63 | 99,2 | 25,6 | - | 13 | 6 |
| " " " Of. 3 | 51,4 | 0,44 | - | 26,8 | 26,6 | 16 | 7 |
| | 43,5 | 0,46 | - | 26,3 | 25,8 | 13 | 8 |

Vom Ausbau Ofen 1 läßt sich feststellen, daß er sich gegenüber den Einbau-Werten nicht geändert hat.

Von Ausbau Ofen 3 sind keine Einbauuntersuchungen vorhanden; die gefundenen Werte ergeben jedoch den einwandfreien Zustand des ausgebauten Kontaktes.

Zu 5. Die geprüfte Tonerde von Lu, K 8500, Vers. 920-934, ist viel aktiver als der Vergleichskontakt 7935, Faß 135-177; sie besitzt die durchschnittliche Aktivität der 7360-Kontakte.

Auf gleichen $MoO_3$-Gehalt bezogen, ist die Pölitzer Produktionscharge P 35-55 der eben erwähnten Tonerde gleichwertig.

Zu 6. Die für Kontakt 7935, Faß 135-177 gefundenen Werte stimmen sehr schlecht überein, während Kontakt 7360 (nur 1 Versuch) die üblichen Werte zeigt.

Zu 2. Die Kontakte von Dr. Lange, Oppau, liegen in ihrer Aktivität (unter Berücksichtigung des $MoO_3$-Gehaltes) etwa gleich hoch und besitzen die Durchschnittsqualität von 7360.

Zu 3. Verglichen wird Tonerde K 8500 (mit $MoO_3$), die der Betriebsfällung entnommen ist, im Laboratorium gewaschen und auf 3 Arten weiterbehandelt wurde:

1. getrocknet, gepillt und auf 350° erhitzt,
2. mit Aceton angerührt, auf -20° gekühlt, erwärmt, abgesaugt und weiter wie oben gepillt und auf 350° erhitzt,
3. mit Toluol verestzt und zur Befreiung von Wasser abdestilliert und wie oben weiterbehandelt.

Während die mit Aceton behandelte Tonerde mit der unbehandelten Tonerde praktisch gleich aktiv ist, zeigt die mit Toluol entwässerte etwa 0,2 mV bessere Aktivität.

Zu 4. Zur Prüfung der Reproduzierbarkeit der in Ofen 408 gefundenen Werte wurde der Kontakt 7935/85, Faß 69-102, frisch und als Ausbau aus Ofen 306 vom 23.12.1942 untersucht. Es ergab sich:

| | Aktivität | Spaltung |
|---|---|---|
| frühere Prüfung (28.11.42) in Ofen 408/4 | 25,4 | 14 |
| neue " (23. 2.43) " " 408/6 | 25,6 | 13 |
| " (23. 2.43), Ausbau Ofen 306 in 408/5 | 25,5 | 14 |

Die Übereinstimmung ist gut, die Reproduzierbarkeit liegt bei einwandfrei gelaufenen Öfen innerhalb der früher angegebenen Fehlergrenzen.

Die untersuchten Ausbauproben vom 8.2.43 aus Ka 504 ergaben, verglichen mit den Einbauproben, folgende Werte:

| | g $MoO_3$ im Ltr | Aktivität | Spaltung |
|---|---|---|---|
| Einbau Ofen 1, Faß 760+761, geprüft Faß 735-774 | 54,0 | 26,8 | 14 |
| Ausbau Ofen 1, Faß 760+761, nach 412 Betriebsstunden | 51,4 | 26,8 | 16 |
| Einbau Ofen 3, Faß 104+105 | nicht geprüft | | |
| Ausbau Ofen 3, Faß 104+105 nach 3459 Betriebsstunden | 43,5 | 26,3 | 13 |

Fällung bei 90° bringt offensichtlich eine starke Aktivitätssteigerung gegenüber Kontakten, die bei etwa 20° gefällt wurden.

| | Aktivität berechnet auf 55 g $MoO_3$/Ltr. | Spaltung |
|---|---|---|
| $Al(NO_3)_3$ + $Zn(NO_3)_2$, 9:1, mit NaOH + $NH_3$ (72,5:3,6) kalt gefällt | 27,4 | ca. 12 |
| $Al(NO_3)_3$ + $Zn(NO_3)_2$, 9:1, mit NaOH +$NH_3$ bei 90° gefällt | 25,7 | 12 |

Nicht ganz sicher sind die positiven Effekte, die durch Fällung mit Natronlauge allein oder durch Ersatz der Natron- durch Kalilauge erzielt wurden.

Beim Vergleich von Mg, Ca und Cu in Kontakten, die durch Fällung der Nitrate und Aluminiumnitrat mit Natronlauge + Ammoniak bei 20° hergestellt wurden, zeigte sich, daß

1. alle drei nicht besonders aktiv waren,
2. die Aktivität in der Reihenfolge Cu, Mg, Ca abfällt und daß
3. Mg die geringste Spaltung ergibt.

| | Aktivität berechnet auf 55 g $MoO_3$/Ltr. | Spaltung |
|---|---|---|
| $Al(NO_3)_3$ + $Cu(NO_3)_2$, 9:1, mit NaOH + $NH_3$ (72,5:3,6) kalt gefällt | 26,4 | 19 |
| $Al(NO_3)_3$ + $Mg(NO_3)_2$, 9:1, mit NaOH + $NH_3$ (72,5:3,6) kalt gefällt | 27,3 | 9 |
| $Al(NO_3)_3$ + $Zn(NO_3)_2$, 9:1, mit NaOH + $NH_3$ (72,5:3,6) kalt gefällt | 27,4 | ca. 12 |
| $Al(NO_3)_3$ + $Ca(NO_3)_2$, 9:1, mit NaOH + $NH_3$ (72,5:3,6) kalt gefällt | 27,5 | ca. 13 |

Zu 1. Bei den zuerst geprüften Kontakten, (Blatt 1,43), die durch Fällung von Al-Sulfat bezw. -Nitrat und Zn- oder Mg-Sulfat bezw. -Nitrat mit Natronlauge und Ammoniak in verschiedenen Mischungsverhältnissen hergestellt wurden, zeigte sich folgendes:

1. Fällung mit Ammoniak allein ergibt unaktive Kontakte;
2. Fällung mit Natronlauge und Ammoniak im Molverhältnis 1:1 ergibt etwas aktivere Kontakte;
3. Die aktivsten Kontakte ergaben Fällungen, bei denen das Natronlauge-Ammoniak-Molverhältnis 72,5 : 3,6 betrug.

| | Aktivität berechnet auf 55 g $MoO_3$/Ltr. | Spaltung |
|---|---|---|
| $Al_2(SO_4)_3$ + $MgSO_4$, 9:1, mit $NH_3$ gefällt | ca. 29,5 | ca. 15 |
| $Al(NO_3)_3$ + $Zn(NO_3)_2$, 9:1, mit NaOH +$NH_3$ (1:1) gefällt | 28,2 | 18 |
| " " mit NaOH+$NH_3$ (72,5:3,6) " | 26,8 | 20 |

Ferner zeigte sich: Die Kombination Aluminium-Magnesium ist etwas vorteilhafter als Aluminium-Zink, wobei jedoch eine Erhöhung des Magnesium-Gehaltes von 10 % auf 25 % einen starken Rückgang der Aktivität mit sich bringt.

| | Aktivität berechnet auf 55 g $MoO_3$/Ltr. | Spaltung |
|---|---|---|
| $Al(NO_3)_3$ + $Mg(NO_3)_2$, 9:1, mit NaOH + $NH_3$ (1:1) gefällt | 27,3 | 16 |
| $Al(NO_3)_3$ + $Mg(NO_3)_2$, 3:1, mit NaOH + $NH_3$ (1:1) gefällt | ca. 30,0 | ca. 16 |
| $Al(NO_3)_3$ + $Zn(NO_3)_2$, 9:1, mit NaOH + $NH_3$ (1:1) gefällt | 28,2 | 18 |

Nitrate als Ausgangssalze zeigen sich bei Magnesium vorteilhafter als Sulfate, bei Zink ist kein Unterschied feststellbar.

Eine weitere Kontaktreihe führte zu folgenden Ergebnissen, wie aus dem Vergleich der Kontakte dieses Einbaues (Blatt 5/43) untereinander hervorgeht (die Ergebnisse dieses Versuches sind mit jenen des erstgenannten, Blatt 1/43, nicht vergleichbar, da anscheinend eine Schädigung der Kontakte durch Produktreste des vorher gefahrenen Entmethylierungsversuches mit Xylol und DMD-Rückstand eingetreten ist):

Einteilung der geprüften 32 Kontakte:

1. Prüfung von Tonerden, die in Anwesenheit von Mg-, Zn- und anderen zweiwertigen Salzen gefällt wurden
2. Prüfung von Tonerden aus Oppau (Dr. Janve)
3. Einfluß der Aceton- bezw. Toluolbehandlung auf gefällte Tonerde
4. Prüfung gebrauchter Kontakte vom Typ 7935 (Ausbaukammer 504 vom 8.2.43, Ofen 306 vom 23.12.42)
5. Prüfung der Produktionsproben Lu, Vers. 920-934 und WPö 35-55
6. Vergleichskontakte.

Die Kontaktprüfungen wurden in üblicher Weise in 100 ccm Öfen mit Durchsatz 0,5 und Gas:Öl = 1:1 durchgeführt. Testprodukt war das in Bericht 10 beschriebene P 1518, Schwerbenzin aus ungarischem Rohöl.

---

Da es bei der laboratoriumsmäßigen Tränkung der Tonerden mit Molybdatlösung nicht möglich scheint, die für normale DHD-Kontakte übliche und für Vergleiche notwendige Menge von 55 g $MoO_3$/Ltr. auf jeden zu prüfenden Kontakt genau aufzubringen, hat es sich für die Beurteilung der Kontakte auf ihre Aktivität nötig gezeigt, die gefundenen Aktivitätswerte auf Werte, die einem Kontakt mit einem Gehalt von genau 55 g $MoO_3$/Ltr. entsprechen, umzurechnen.

Dies geschieht mit Hilfe der inzwischen genauer bestimmten Kurve, Diagr. III, die die Abhängigkeit der Kontaktaktivität vom $MoO_3$-Gehalt wiedergibt und den analytisch festgestellten tatsächlichen $MoO_3$-Gehaltes des Kontaktes.

Die Umrechnung der gefundenen Aktivität auf jene, die bei 55 g $MoO_3$/Ltr. vorhanden wäre, erfolgt danach so, daß man den analytisch gefundenen Wert für den $MoO_3$-Gehalt (der von 55 g/Ltr. meist bis zu ±5 g/Ltr. abweicht, - nach der hier angewandten älteren Tränkmethode noch etwas mehr - ) auf dem Kurvenblatt einträgt und durch diesen Punkt eine Parallele zur Kurve bis zum Schnitt mit der über 55 g $MoO_3$/Ltr. errichteten Senkrechten zieht. Der zu diesem Schnittpunkt gehörende Temperaturwert (mV) ist die gesuchte Aktivität für 55 g $MoO_3$/Ltr.

Die oberhalb der Kurve (Mittelwerte für Kontakt 7360) liegenden Schnittpunkte zeigen geringere, die unterhalb liegenden, höhere Aktivität der untersuchten Prüfsubstanz an.

Der durch die Kurve selbst mit der Senkrechten gebildete Schnittpunkt, der den Mittelwert für zahlreiche 7360-Kontakte wiedergibt, zeigt eine Aktivität von etwa 26,4 mV an, während der von uns benützte Vergleichskontakt, 7360, Faß 1577-1638, die Aktivität von ca. 26,0 mV besitzt.

Diese Werte, vermutlich auch die Lage der Kurve, treffen nur für das verwendete Testprodukt P 1518, Ungarisches Schwerbenzin, zu.

Die auf 55 g $MoO_3$/Ltr. berechneten Werte werden künftig neben den gefundenen Werten für die Aktivität zur Aromatenbildung eingetragen und zur Bewertung der Kontakte verwendet.

TITLE PAGE

4. DHD-Kontaktpruefungen in 100 ccm-Oefen.
DHD-catalyst tests in 100 cc furnaces.

Frame Nos. 267 - 272

Hocharuckversuche
Lu 558

20. Mai 1943 Ro/Fu

DHD

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

237

DHD-Kontaktprüfungen in 100 ccm-Öfen

11. Bericht (10. Bericht, 19.2.43, 211371, Ro)

Zusammenfassung.

Zur Beurteilung der geprüften Kontakte wird, wie früher erwähnt, der analytisch festgestellte tatsächliche $MoO_3$-Gehalt verwendet, da es sich gezeigt hatte, daß die genaue Aufbringung von 55 g $MoO_3$/Ltr. zur Erzielung absoluter Vergleichbarkeit der Kontakte nicht möglich ist. Zum Zwecke der Umrechnung der Aktivität eines Kontaktes mit einem $MoO_3$-Gehalt um 55 g/Ltr. auf die Aktivität, die er bei genau 55 g $MoO_3$/Ltr. besäße, wird die Kurve der Abhängigkeit der Aktivität vom $MoO_3$-Gehalt und die Art der Umrechnung bekannt gegeben.

Versuche zur Herstellung aktiverer und weniger spaltender Träger, als es die für Kontakt 7360 und 7935 verwendete Tonerde ist, führten bei gemeinsamer Fällung von Aluminiumsulfat (bezw. Nitrat) mit den Sulfaten (bezw. Nitraten) der zweiwertigen Metalle Mg, Zn, Ca, Cu unter Verwendung von NaOH bezw. KOH und $NH_3$ in verschiedenen Mischungsverhältnissen als Fällungsmittel zu folgenden Erkenntnissen:

1. Die Reihenfolge der nach fallender Dehydrier-Aktivität der fertigen Kontakte geordneten mit Aluminium im Verhältnis 9:1 mitgefällten Metallsalze ist: Cu, Mg, Zn, Ca, wobei Mg, Zn, Ca fast gleichwertig sind.
2. Die geringste Spaltung zeigte der Mg-enthaltende Kontakt.
3. Wird der Gehalt an Mg von 10 auf 25 % erhöht, dann fällt die Dehydrieraktivität des Kontaktes stark ab.
4. Verringerung des Ammoniakgehaltes im Fällmittel, wahrscheinlich auch Fortlassen, erhöht die Aktivität der gewonnenen Kontakte, ebenso wie die Steigerung der Fälltemperatur von etwa 20° auf 90°C.
5. Nitrate sind als Ausgangssalze wahrscheinlich günstiger als Sulfate. Unterschiede zwischen NaOH und KOH sind nicht sicher feststellbar.

Andere untersuchte Kontakte brachten folgende Ergebnisse:

Die Ausbaukontakte 7935, Faß 760 + 761 und Faß 104 + 105 aus Ka 504 vom 8.2.43, Ofen 1 (412 Betriebsstunden) und Ofen 3 (3459 Betriebsstunden) besitzen praktisch noch die alte Aktivität.

Kontakt 7935 aus Tonerde Lu Vers. 920-934, und Tonerde Pölitz P 35-55 haben beide bei geringerer Spaltung die durchschnittliche Aktivität von gutem Kontakt 7360.

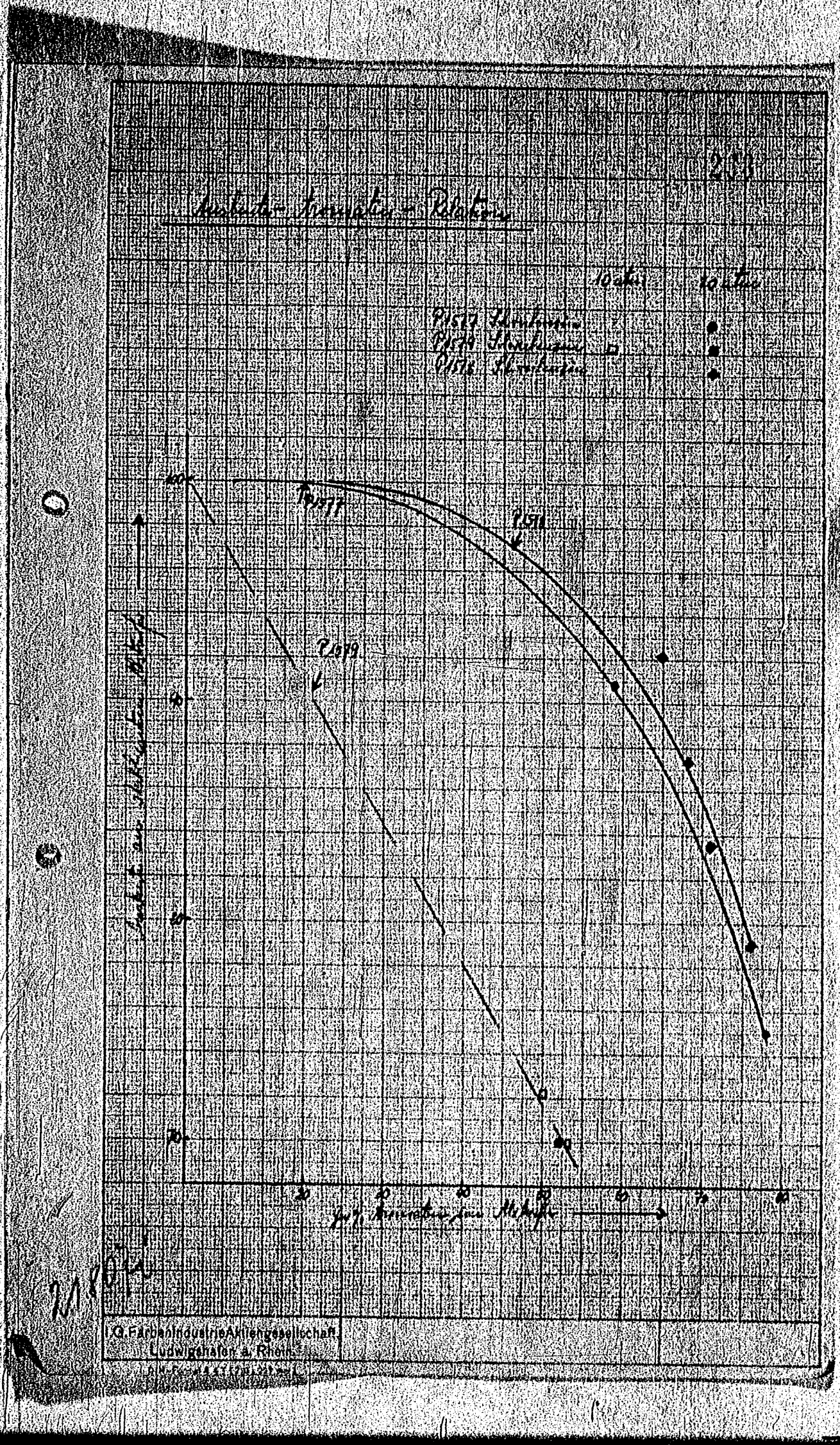
Mit Aceton behandelte Tonerde wird weder in Aktivität noch Spaltung besser als unbehandelte, während Entwässerung mit Toluol die Aktivität um ca. 0,2 mV verbessert.

Gemeinsam mit:
Dr. Donath
" Nonnenmacher
" Reitz
" v. Fünor
" Günther

Rotter.

+) Diese Kontakte haben, da kalt gefällt, nicht Spitzenaktivität.

- 2 -


Kolbe-Trennkolonne Platten
10 cm
10 cm
Platte Hempel
Platte Hempel
Platte Metallgaze
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
P 577
P 576
P 579

Anlage 4

## Reathensinuntersuchungen zweier Anfallprodukte

| Eingesetztes Schwerbenzin | P 1577 Schwerbenzin | | P 1579 Schwerbenzin | |
|---|---|---|---|---|
| Anfallprodukt Ofen 307 vom | 25.6.43 | | 27.6.43 | |
| Produkt | Straub. Anfallprod. | Reathensin | Straub. Anfallprod. | Reathensin |
| Spez.Gew./15° | 0,795 | 0,809 | 0,771 | 0,708 |
| Anilinpunkt I | - 1,6 | + 63,4 | + 62,4 | 66,4 |
| II | + 64,7 | + 65,0 | + 69,1 | 69,4 |
| Siedebeginn | 51 | 43 | 46 | 50 |
| % - 50 | - | 1,0 | 0,5 | - |
| - 70 | 2,5 | 15,0 | 5,0 | 6,5 |
| - 100 | 24,5 | 58,0 | 21,0 | 35,0 |
| - 120 | 50,0 | 93,0 | 37,0 | 54,0 |
| - 150 | 91,5 | - | 78,5 | 86,0 |
| + 150 | 96,6 | - | 89,0 | 93,5 |
| Endpunkt | 169/98,8 | 148/97,5 | 178/98,6 | 171/98,0 |
| Zusammensetzung | | | | |
| % Paraffine | 29,5 | 82,0 | 36,0 | 77,5 |
| % Naphthene | 6,0 | 16,0 | 15,5 | 19,0 |
| Aromaten | 64,5 | 2,0 | 47,5 | 3,5 |
| Oktanzahl nach Motormethode | | 85,0 | | 43,0 |
| + 0,12 Pb | | 81,5 | | 77,7 |

Anlage 3

Versuchsbedingungen und -ergebnisse

| Kontakt | 7935 pept. (Journalnr.1214) Temperaturnote: 92 Ausbeutenote: 115 | | | | | | | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Eingesetztes Schwerbenzin | P 1577 Schwerbenzin | | | P 1579 Schwerbenzin | | | P 1518 Schwerbenzin | | | |
| Versuchsbedingungen: | | | | | | | | | | |
| $H_2$-Druck atü | 20 | 20 | 20 | 20 | 10 | 10 | 20 | 20 | 20 | 20 |
| Temperatur °C | 494 | 510 | 527 | 510 | 510 | 527 | 494 | 510 | 510 | 527 |
| Durchsatz kg/L x Std. | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0,5 |
| Gas/Öl cbm/kg x Std. | 1,0 | 1,0 | 1,0 | 1,0 | 1,0 | 1,0 | 1,0 | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Zyklusdauer | 8 | 8 | 8 | 8 | 8 | 8 | 8 | 8 | 8 | 8 |
| Zahl der Regenerationen | 8 | 7 | 9 | 12 | 10 | 11 | 3 | 1 | 5 | 2 |
| Ausbeute an stab. Abstreifer (für Rohbilanz 100) | 90,8 | - | 75 | 70 | 72,2 | 70 | 92,2 | 83,5 | 87,5 | 79,1 |
| Rohbilanz | 95 | - | 94 | 98 | 102 | 104 | 96 | 94,5 | 99 | 99,6 |
| Eigenschaften des Anfallproduktes: | | | | | | | | | | |
| spez.Gew./20° | 0,783 | 0,786 | 0,802 | 0,764 | 0,765 | 0,772 | 0,792 | 0,797 | 0,794 | 0,800 |
| Anilinpunkt | 2,0 | 1,0 | -16,0 | 20,0 | 21,5 | 16,0 | -1,0 | -7,5 | -5,0 | -12,0 |
| Siedebeginn | | ber. | ber. | | | | ber. | ber. | ber. | ber. |
| % - 100 | 59 | 47 | 48 | 39 | 45 | 37 | 64 | 36 | 54 | 42 |
| Endpunkt | 16 | 22 | 24 | 21 | 20 | 21 | 9,5 | 21,5 | 16,5 | 23,0 |
| % Aromaten[1] | 179 | 194 | 200 | 248 | 240 | 240 | 195 | 196 | 199 | 190 |
| | 59 | 64 | 73 | 52 | 50 | 53 | 65 | 71 | 68 | 76 |
| Ofen 307 | | | | | | | | | | |
| Datum 43 | 24.6. | 23.6. | 26.6. | 29.6. | 27.6. | 28.6. | 16.6. | 14.6. | 18.6. | 15.6. |

1) ber. vom stab. Produkt mit Gasbi

Anlage 2

Eigenschaften der Ausgangsmaterialien

| Produkt | Benzin aus Lispe P 1577-170° | Leichtbi P 1577-75° | Schwerbi P 1577 75 - 170° | Benzin aus Holiot P 1579-170° | Leichtbenzin P 1579-75° | Schwerbi P 1578 75-170° | P 1578 Schwerbi |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Gew.% von Bi - 170° | 100 | 15,6 | 84,4 | 100 | 15,2 | 84,8 | 99 |
| Spez.Gew. / 15° | 0,747 | 0,675 | 0,763 | 0,742 | 0,696 | 0,769 | 0,772 |
| Anilinpunkt I | 46,7 | 57,2 | 44,8 | 65,5 | 60,6 | 67,1 | 39 |
| II | 58,0 | 58,6 | 57,8 | 69,7 | 63,4 | 71,3 | 59 |
| Siedebeginn °C | 55 | 40 | 98 | 76 | 53 | 125 | 107 |
| % - 50 | - | 18,5 | - | - | - | - | - |
| - 70 | 1,5 | 92,0 | - | - | - | - | - |
| - 100 | 32,5 | - | 1,5 | 4,0 | 10,0 | - | - |
| - 120 | 61,5 | - | 51,5 | 16,0 | 95,0 | - | - |
| - 150 | 94,0 | - | 93,0 | 55,5 | - | - | 37 |
| - 160 | 97,0 | - | 97,0 | 69,5 | - | 43 | 87 |
| - 170 | - | - | - | 83,0 | - | 66 | 94 |
| Endpunkt | 163/98 | 74/98 | 165/98,5 | 193/97,8 | 110/98 | 80 | 96,5 |
| Verlust | 0,8 | 1,0 | 0,2 | 0,7 | 1,0 | 198/98 | 176/98,5 |
| % Paraffine | 51,5 | 60,0 | 49,5 | ca. 95 | - | 0,3 | 0,5 |
| % Naphthene | 34,0 | 37,0 | 34,0 | - | - | ca.96 | 48,5 |
| % Aromaten | 13,5 | 2,0 | 15,5 | ca. 5 | - | - | 27,5 |
| % Ungesättigte | ca. 1,0 | ca. 1,0 | ca. 1,0 | - | - | ca. 4 | 23,0 |
| | | | | | | - | 1,0 |

Anlage 1

Destillationsbilanzen

| Rohöl | P 1577 | | P 1579 | |
|---|---|---|---|---|
| Gew.% Destillat | 67,2 | | 46,1 | |
| " " Rückstand | 32,8 | | 53,9 | |
| Vom Destillat: | bezogen auf: | | bezogen auf: | |
| | Destillat | Rohöl | Destillat | Rohöl |
| Gew.% Bi - 170°C | 42,5 | 28,6 | 12,3 | 5,6 |
| " " M'Öl 170-325°C | 50,9 | 34,1 | 82,8 | 37,8 |
| " " Rü 325°C | 6,2 | 4,3 | 4,9 | 2,3 |
| " " Verlust | 0,4 | 0,2 | 1,0 | -,4 |

TITLE PAGE

5. Verarbeitung ungarischer Benzine auf DHD Benzin.
   Processing of Hungarian gasoline to DHD gasoline.

Frame Nos. 273 - 276

Nach dem Verarbeitungsgang werden aus 1000 kg Benzin - 170° aus
Kasper - Rohöl 824 kg DHD-Hochleistungsbenzin (bei Rückführung
des Redestillationsrückstandes) erhalten. Diese Menge liegt etwa
1 % über der Ausbeute, die sich nach dem Bericht von Dr. Donath
vom 25.7.41 aus dem Anilinpunkt 44,8 des in die DHD-Stufe ein-
gesetzten Schwerbenzins ergibt. (815 kg). Die Verarbeitung des
Benzins nach dem DHD-Verfahren fällt mithin unter Berücksichtigung
der Unsicherheit hinsichtlich der Umschätzung von Kleinversuchen
auf Großanlage wohl kaum aus dem Rahmen der bekannten Gesetzmäßig-
keiten. Die Restbenzinoktanzahl des aus dem Benzin erzeugten DHD-
Hochleistungskraftstoffes berechnet sich aus der Restbenzinoktan-
zahl 55 des DHD-Abstreifers und der geschätzten Oktanzahl 78 des
Leichtbenzins zu etwa 64. Der DHD-Hochleistungskraftstoff dürfte
mithin (unter Berücksichtigung des überwiegend paraffinischen
Charakters des Restbenzins) in der Überladekurve etwas über dem
Vergleichskraftstoff $CV_2B$ liegen.

Von dem Holioter Benzin wurde kein Verarbeitungsgang angegeben,
der eine Überführung des Benzins in einen Kraftstoff mit 55 Gew.%
Aromaten nur unter sehr hohen Verlusten möglich wäre und die Über-
ladekurve dieses Kraftstoffes in keiner Weise den gestellten An-
forderungen entspräche (ca. 2 atm unter dem Vergleichs-$CV_2B$-
Kraftstoff).

gez. Nonnenmacher

Gemeinsam mit:

Dr. Donath
Dr. Reitz
Dr. Rotter
Dr. Hirschberger, Lajus

## Verarbeitung ungarischer Benzine auf DHD-Benzin

### Versuchsbericht

Durch Vermittlung des RLM erhielten wir je einen Kesselwagen ungarischer Rohöle aus Lovaszi, Lispe und Holiot. Die Eigenschaften dieser Rohöle sind im Bericht von Dr. Schiffmann vom 17.6.1943 "Untersuchung ungarischer Rohöle" zusammengestellt. Nach Seite 2 dieses Berichtes unterscheiden sich die Benzine - 200° aus den Rohölen von Lovaszi und Lispe nicht sehr stark voneinander. Sie sind beide gemischtbasisch[1]) und haben die ausgezeichnete Oktanzahl von ca. 56. Das aus dem Holioter Rohöl herausgeschnittene Benzin - 200° dagegen ist fast rein paraffinisch und seine Oktanzahl beträgt nur 16.

Je ca. 80 kg der Rohöle aus Lispe und Holiot wurden in Benzin - ca. 170°, Mittelöl 170-325° und Rückstand > 325° zerlegt und die Benzine - 170° nach dem DHD-Verfahren verarbeitet. Die Destillationsbilanzen sind in Anlage 1, die Siedekurve und Zusammensetzung der Benzine sowie der zugehörigen Leicht- (ca. 15 %) und Schwerbenzinfraktionen (ca. 85 %) in Anlage 2 enthalten. Zum Vergleich ist ein ungarisches Schwerbenzin, das als Richbenzin für die Prüfung von DHD-Kontakten verwendet wird (P 1518), mitaufgeführt. Die Versuchsbedingungen, unter denen die Dehydrierung der Schwerbenzinfraktionen und des Richbenzins durchgeführt wurde, und die Versuchsergebnisse sind in Anlage 3, die Untersuchung der Restbenzine zweier Anfallprodukte in Anlage 4 enthalten. Auf dem Kurvenblatt sind für die einzelnen Schwerbenzine die Ausbeuten an stabilisiertem Abtreifer in Abhängigkeit vom Aromatengehalt aufgetragen. Danach erhält man aus dem Lisper Schwerbenzin eine Ausbeute an stabilisiertem Abtreifer von 84 Gew.% bei einem Aromatengehalt von 69 Gew.%. Sie liegt damit erwartungsgemäß um etwa 2 % niedriger als bei dem Richbenzin P 1518. Aus dem Holioter Schwerbenzin wurde unter den normalen DHD-Bedingungen nur ein Aromatengehalt von ca. 52 Gew.% bei einer Ausbeute an stabilisiertem Abtreifer von 70 Gew.% erhalten.

Auf Grund der Kleinversuche wurde ein DHD-Verarbeitungsgang für die großtechnische Verarbeitung von Benzin aus dem Lisper Rohöl berechnet (siehe Zusammenfassung), wobei ein Ausbeuteabschlag von 4 % in der DHD-Stufe gemacht wurde.

Der Abschlag wurde deswegen so hoch gewählt, weil 1) die Zykluslänge bei den Kleinversuchen nur 8 Std. betrug, während in großtechnischen Anlagen Betriebsperioden von mindestens 60 Stunden gefahren werden, 2) die bei den Kleinversuchen zufällig verwendete Kontaktcharge eine überdurchschnittliche Aktivität hatte.[2])

---

1) Bi - 200° aus Lovaszi: Ap 40,2
   Bi - 200° aus Lispe: " 46,7

2) Die Auswertung der mit dem Richbenzin durchgeführten DHD-Versuche ergibt für die bei den Kleinversuchen verwendeten Chargen die ausgezeichneten Noten von 115 für die Ausbeute und 92 für die Temperatur.

Man erhält demnach aus dem straight-run-Benzin aus Lisper Rohöl mit etwa 82 % Ausbeute ein DHD-Hochleistungsbenzin von mindestens $OV_2B$-Qualität.

Zum Vergleich sei erwähnt, daß in der großtechnischen Apparatur in Ludwigshafen ein ungarisches Benzin mit Anilinpunkt 41,8 (F 1518 - 170°) ohne Abtrennung der leichten Anteile mit ca. 80 Gew.% Ausbeute[1]) in ein DHD-Hochleistungsbenzin mit 61 Gew.% Aromaten und einer etwa 1 atm über der $OV_2B$-Kurve liegenden Überladekurve übergeführt wurde. Auf richtige Fahrweise (Abschneiden von ca. 13 Gew.% leichter Anteile) und richtigen Aromatengehalt umgeschätzt, ergibt dies eine Ausbeute von ca. 83 - 84 Gew.% an DHD-Hochleistungsbenzin), also ca. 1 - 2 % mehr als für das Lisper Benzin F 1577 - 170° geschätzt wurde in Übereinstimmung mit der Tatsache, daß F 1518 - 170° einen um 5 Punkte tieferen Anilinpunkt als F 1577 - 170° besitzt.

Aus dem Holioter Benzin F 1579 - 170° ist nur unter sehr hohen Verlusten ein Kraftstoff mit 55 Gew.% Aromaten zu gewinnen, dessen Überladekurve schätzungsweise 2 atm unter der des $OV_2B$-Vergleichskraftstoffes liegen dürfte.

Gen. Nonnenmacher

---

1) bei Rückführung des Redestillationsrückstandes

Hochdruckversuche
Lu 556

14. August 1943 Ho/Fu

276

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

## Verarbeitung ungarischer Benzine auf DHD-Benzin.

### Zusammenfassung

Straight-run-Benzine aus zwei ungarischen Rohölen (aus Lispe und aus Rojlot), von denen das erstere gemischtbasisch (Anilinpunkt 46,7, 0Z Mot. - 200° 55,6), das letztere paraffinbasisch (Anilinpunkt 66,2 0Z Mot. - 200° ; 16) ist, wurden im Kleinversuch geprüft, ob und mit welchen Ausbeuten sie sich in DHD-Hochleistungskraftstoffe überführen lassen.

Erwartungsgemäß ließ sich das Lispe Benzin sehr gut nach dem DHD-Verfahren verarbeiten. Verarbeitungsgang, Ausbeute und Qualität, auf großtechnische Anlagen umgeschätzt, zeigt folgendes Schema:

1000 kg straight-run-Benzin aus Lispe (F 1577- 170°)
Spez.Gew. (bei 20°):
Anilinpunkt: 46,7
% - 100: 32,5
Endpunkt: 163

Vor-Destillation

150 kg - 75°

850 kg Schwerbenzin
Anilinpunkt 44,7
DHD-Anlage 40 atm
0,4 kg/L x Std Durchsatz
Zyklusdauer geschätzt 60 Std.

680 kg stab. Abstreifer
69 Gew.% Aromaten

660 kg Benzin

20 kg Redestillat + Crackrückstand

810 kg DHD-Hochleistungsbenzin

bezw. bei Rückführung des Redestillationsrückstandes:

924 kg DHD-Hochleistungsbenzin

Vol.% Aromaten: 50
0Z Mot des Restbenzins: 64 (berechnet)
Überladung (geschätzt): etwas besser als $CV_2R$-Vergleichs-Kraftstoff.

21 10 11

TITLE PAGE

6. DHD-Kontaktpruefungen in 100-ccm-Oefen.
DHD-catalyst tests in 100 cc furnaces.

Frame Nos. 277 - 291

# Ofen 408

● Erster Wert
○ Weitere Werte mit reg. Kontakt
x Wiederholungswerte mit reg. Kontakt

Ofen Nr. 1 2 3 4 5 6 7 8

Einbau vom 12. 6. 43

% Gew. % Aromaten

7360/1237 Draeger 12/43 | 7360/1238 do. 12/43 | 7360/1239 do. 12/43 | 7360 Draeger 1639 | 7360/1192 Draeger K 1591 | 7360/1238 do. K 1760 | K 7360/1260 Yees 1208 7955 | 7360 Draeger K 1761

Einbau vom 20. 6. 43

% Gew. % Aromaten

7360 Rokal 2 of 1 | 7360 do. 2 of 3 | 7935 do. 2 of 4 | 7935 do. 2 Ofen | 7935 do. Schwarz | 7360 do. 2 of 5 | 7360 Draeger K 1762 | 7360/1260 Yees 1208 7955

% Gew. % Aromaten

mV 25 26 27 28 25 26 27 28 25 26 27 28 25 26 27 28 25 26 27 28 25 26 27 28 25 26 27 28

# Ofen 408

● Erster Wert
○ Weitere Werte mit reg. Kontakt
× Wiederholungswerte mit reg. Kontakt

Ofen Nr. 1 2 3 4 5 6 7 8

Einbau vom 25.6.43 — Gew. % Aromaten

7935/1152 Kontakt nur als Grundgerüst | 7935/1153 do + Wolframsäure | 7935/1154 do + Schwefelsäure | 7935/1155 do + Wolframsäure + SO2-gesättigt | 7935/1156 do + Schwefelsäure + normal hergestellt | 7560 Tab. 1577 1638 | 7360/1158 Leuna 5240 C | 7360/1159 Leuna 5240 D

Einbau vom 2.6.43 — Gew. % Aromaten

7560 Tab. 1577 1638 | 7935/180 WTo 9* | 7935/180 WTo 3* | 7935/180 WTo 2* | 7360/1124/1126 Leuna | 7360/1125/1127 Leuna | 7360/1124/1126 Leuna

Ausbeute % 100

mV 25 26 27 28 (25) 26 27 28 (25) 26 27 28 (25) 26 27 28 (25) 26 27 28 (25) 26 27 28 (25) 26 27 28 (25) 26 27 28

Deutsche Hydrierwerke Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein
Abt. Forschung Anlagenbau

# Ofen 408

● Erster Wert
○ Weitere Werte mit reg. Kontakt
⊗ x Wiederholungswerte mit reg. Kontakt

Ofen/Nr. 1 2 3 4 5 6 7 8

Einbau vom 8.5.43 — Gew.-% Aromaten

7360/1085 — 7360/1086 — 7360/1087 — 7360/1088 — 7935/999 — 7935/1000 — 7935/1001 — 7360/1077 / 658

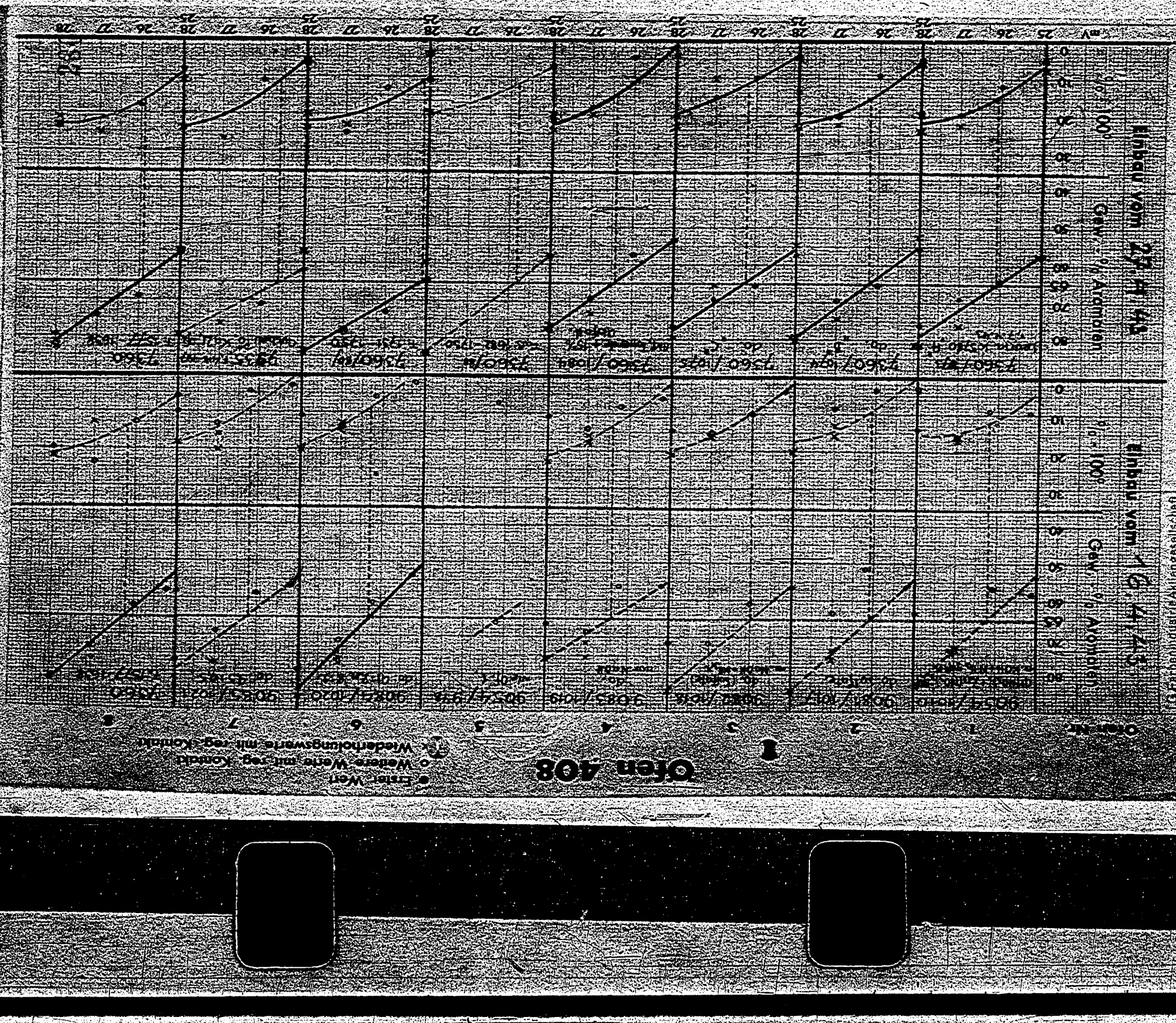
Einbau vom 16.5.43 — Gew.-% Aromaten

7935/80 — 7935/80 — 7935/80 — 7935/80 — 7935/80 — 7935/80 — 7935/80 — 7935/80

80 70 65 60 50 40 30 20 10 0

100° C

mV: 25 26 27 28 25 26 27 28 25 26 27 28 25 26 27 28 25 26 27 28 25 26 27 28 25 26 27 28 25 26 27 28


Ofen 408
Ofen-Nr.
Gew.-% Asche
Gew.-% Wasser
Härte vom 24.4.47
Härte vom 18.4.47
Wiederholungsware mit reg.-Kontakt
Erster Wert

| Kontakt | Zusammensetzung | Träger |
|---|---|---|
| Blatt 20/43, Einbau vom 20. 6. 43: | | |
| 7360 | akt. Tonerde + 55 g $MoO_3$/l | Ausbau Pölitz, Ka 22 vom 26.5 Ofen 1, Mitte (Probe I) |
| 7360 | desgl. | Ausbau Pölitz, Ka 22 vom 26.5 Ofen 3, Mitte (Probe II) |
| 7935 | desgl. | Ausbau Pölitz, Ka 22 vom 26.5 Ofen 4, Mitte (Probe III) |
| 7935 - | desgl. | Ausbau Pölitz, Ka 22 vom 26.5 Ofen 4, unten, weiße Körner, (Probe IV) |
| 7935 | desgl. | Ausbau Pölitz, Ka 22, vom 26. Ofen 4, unten, schwarze Körne (Probe IV) |
| 7360 | desgl. | Ausbau Pölitz, Ka 22 vom 26.5 Ofen 5, Mitte, (Probe V) |
| 7360/Faß 1577-1635 | desgl. | Betriebsherstellung |
| 7360/1309 | akt.Tonerde+80 g $MoO_3$/l | akt. Tonerde Außig, TeLa 17/4 |

| Träger | g $MoO_3$/l nach Analyse | Schüttgewicht | Abrieb (Rückstd. a. 8 mm Sieb) | Temperatur in MV für 65 Gew.% Aromat, gefunden | ber.a. 55 g $MoO_3$/l | %-100° bei 65 Gew.% Aromaten | Ofen 408 Nr. |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| [redacted] | | | | | | | |
| bau Pölitz, Ka 22 vom 26.5.43, n 1, Mitte (Probe I) | 42,3 | 0,62 | - | 25,7 | 25,2 | 7 | |
| bau Pölitz, Ka 22 vom 26.5.43, n 3, Mitte (Probe II) | 47,3 | 0,64 | - | 26,0 | 25,7 | 9 | 1 |
| bau Pölitz, Ka 22 vom 26.5.43, n 4, Mitte (Probe III) | 48,1 | 0,49 | - | 25,9 | 25,6 | 8 | |
| bau Pölitz, Ka 22 vom 26.5.43, n 4, unten, weiße Körner, obe IV) | 39,3 | 0,48 | - | 26,1 | 25,4 | 9 | |
| bau Pölitz, Ka 22, vom 26.5.43, n 4, unten, schwarze Körner, obe IV) | 46,7 | 0,51 | - | 25,8 | 25,4 | 9 | |
| bau Pölitz, Ka 22 vom 26.5.43, n 5, Mitte, (Probe V) | 40,2 | 0,71 | - | 26,0 | 25,3 | 11 | |
| riebsherstellung | 44,5 | 0,67 | 92,0 | 25,8 | 25,4 | 10 | |
| Tonerde Aufig, Tela 17/43 (TPi | 85,3 | 0,53 | - | 27,9 | ca.28,5 | 12 | |

| Kontakt | Zusammensetzung | Träger |
|---|---|---|
| **Blatt 17/43, Einbau vom 25. 5. '43:** (Fortsetzung) | | |
| 7935/1154 | akt.$Al_2O_3$+55 g $MoO_3$/l | K 8500 v.Schwelofen,mit $MoO_3$/ (55 g $MoO_3$/l, bez. auf Trock subst.), angepastet, getrock gepillt, 350° erhitzt |
| 7935/1155 | desgl. | K 8500 v.Walzentrockner, im auf 85% getrocknet,mit $MoO_3$/ (55 g $MoO_3$/l, bez.a.Trockens angepastet, getrocknet, gepi 350° erhitzt |
| 7935/1156 | desgl. | K 8500 v. Schwelofen, notmal tränkt, auf 350° erhitzt |
| 7360/Faß 1577-1638 | desgl. | Betriebsherstellung |
| 7360/1159 | akt.$Al_2O_3$+80 g $MoO_3$/l | K 5780 C, Leuna, v. 30.4.43 |
| 7360/1158 | desgl. | 5780 D, " " " " " |
| **Blatt 18/43, Einbau vom 2.6.43:** | | |
| 7360/Faß 1577-1638 | akt.Tonerde+55 g $MoO_3$/l | Betriebsherstellung |
| 7935/80 | " " +80 " " " | Sendg. Pölitz WPÜ "A" v/27.4. |
| 7935/80 | " " +80 " " " | " " " "B" " " " |
| 7935/80 | " " +80 " " " | " " " "C" " " " |
| 7360/1228/1229/161 | " " +80 " " " | Tonerde Leuna K 5780 I + K 57 |
| 7360/1230/1231/161 | " " +80 " " " | " " K " III + " " |
| 7360/1232/1233/1:1 | " " +80 " " " | " " K " V + " " |
| 7360/1234/1235/1:1 | " " +80 " " " | " " K " VII + " " |
| | | (4 Tonerdeproben Leuna vom 29. |
| **Blatt 19/43, Einbau vom 12. 6. 43:** | | |
| 7360/1237 | akt.Tonerde+55 g $MoO_3$/ltr | akt.Tonerde Aussig, Te La 19/ |
| 7360/1238 | desgl. | " " " " " 18/ |
| 7360/1239 | desgl. | " " " " " 17/ |
| 7360/Faß 1577-1638 | desgl. | Betriebsherstellung |
| 7360/1273 | desgl. | akt.Tonerde Nr.1591 v/Dr.Drexl |
| 7360/1281 | desgl. | " " " 1601 " " " |
| 8500/1860 | aktive Tonerde | K 8500(Vers.1208) 2 Faß für 79 |
| 7360/1248 | akt.Tonerde+55 g $MoO_3$/l | Herstellung<br>akt.Tonerde Nr.1605(75% Abfall |

| Träger | g $MoO_3$/l nach Analyse | Schüttgewicht | Abrieb (Rückst. auf 8 mm Sieb) | Temperatur in mV für 65 Gew.% Aromaten gefunden | Temperatur in mV für 65 Gew.% Aromaten ber. auf 55 g $MoO_3$ pro ltr | % - 100° bei 65 Gew.-% Aromaten | Ofen 408 Nr. |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| V. Schwelofen, mit $MoO_3/NH_3$ 1/, bez. auf Trocken-3 angepastet, getrocknet, 350° erhitzt | 46,0 | 0,54 | - | 27,2 | 26,8 | 13 | 3 |
| V. Zentrockner, im Labor % getrocknet, mit $MoO_3/NH_3$ $MoO_3$/l, bez. a. Trockensubst.) etet, getrocknet, gepillt, rhitzt | 51,0 | 0,57 | - | 26,9 | 26,8 | 15 | 4 |
| V. Schwelofen, notmal ge-, auf 350° erhitzt | 43,3 | 0,47 | - | 27,0 | 26,4 | 14 | 5 |
| bsherstellung | 47,0 | 0,64 | 92,0 | 26,2 | 26,0 | 16 | 6 |
| O, Leuna v. 30.4.43 | 60,2 | 0,69 | 69,4 | 25,1 | 25,2 | 9 | 7 |
| D, " " " " " | 61,9 | 0,74 | 73,4 | 25,5 | 25,7 | 13 | 8 |
| [redacted] | 48,5 | 0,64 | 92,0 | 26,1 | 25,9 | ca. 14 | |
| [redacted] V/27.4.43 | 82,5 | 0,58 | - | 26,0 | 27,0 | 9 | |
| " " III " " " " | 79,4 | 0,58 | - | ca.25,4 | 26,4 | ca.9 | |
| " " "IV" " " " | 78,0 | 0,50 | - | " 25,4 | 26,4 | " 10 | |
| e Leuna K 5780 I + K 5780 II | 75,6 | 0,72 | 96/96,8 | 25,5 | 26,3 | " 13 | |
| " K " III + " " IV | 59,6 | 0,65 | 96,5/95 | 25,9 | 26,1 | 14 | |
| " K " V + " " VI | 67,4 | 0,65 | 91,3/95,4 | 26,0 | 26,5 | 13 | |
| " K " VII + " " VIII | 66,8 | 0,68 | 94,3/91,4 | 25,9 | 26,4 | 13 | |
| roben Leuna vom 29.5.43) | | | | | | | |
| onerde Aussig, Te La 19/43 | 47,0 | 0,61 | - | ca.30,5 | ca.30,2 | - | |
| " " " " " 18/43 | 57,8 | 0,66 | - | 27,9 | " 28,0 | 14 | |
| " " " " " 17/43 | 53,0 | 0,51 | - | " 30,0 | " 30,0 | - | |
| bsherstellung | 47,8 | 0,70 | 92,0 | 25,6 | " 25,3 | 14 | |
| nerde Nr. 1591 v/Dr. Drexler | 57,1 | 0,81 | - | " 26,4 | " 26,5 | ca.14 | |
| " " 1601 " " " | 56,7 | 0,94 | - | " 26,0 | " 26,0 | 11 | |
| (Vers.1208) 2 Faß für 7935-lung | 71,0 | 0,36 | - | " 30,0 | - | - | |
| erde Nr. 1605 (75% Abfall) | 85,9 | 0,62 | - | 25,1 | " 26,2 | 11 | |

| Kontakt | Zusammensetzung | Träger |
|---|---|---|
| Blatt 15/43 Einbau vom 8. 5. 43: (Fortsetzung) | | |
| 7935/1000 | akt.Tonerde+55 g $MoO_3$/l | K 8500, Vers. 1072 v.Schwelo 2 Stdn. m/$NH_3$ gekocht, 8 Tag $NH_3$ dialysiert |
| 7935/1001 | desgl. | K 8500, Vers. 1072 v. Schwel 2 Stdn. m/$NH_3$ gekocht, kalt dialysie |
| 7360/Faß 1577-1638 | desgl. | Betriebsherstellung |
| Blatt 16/43 Einbau vom 16. 5. 43: | | |
| 7935/80/Faß 17-28 + 514-528 | akt.Tonerde+80 g $MoO_3$/l | Betriebsherstellung, Einbau 801, Ofen 3 vom 4. 10. 1942 |
| 7935/80/Faß 498-516 | desgl. | Betriebsherstellung, Einbau 801, Ofen 4 vom 30. 9. 1942 |
| 7935/80/Faß 17-18 + 517-528 | desgl. | Betriebsherstellung, Ausbau 801, Ofen 3 vom 7. 4. 43, obe Schwarzkern |
| 7935/80/Faß 17-28 + 517-528 | desgl. | Betriebsherstellung, Ausbau 801, Ofen 3 vom 7. 4. 43, obe Weißkern |
| 7935/80/Faß 498-516 | desgl. | Betriebsherstellung, Ausbau 801, Ofen 4 vom 7. 4. 43, oben |
| 7935/80/Faß 498-516 | desgl. | Betriebsherstellung, Ausbau 801, Ofen 4, Mitte, vom 7.4.43 |
| 7935/80/Faß 17-28 + 517-528 | desgl. | Betriebsherstellung, Ausbau 801, Ofen 3 v.7.4.43, unten, Schwarzkern |
| 7935/80/Faß 17-28 + 517-528 | desgl. | Betriebsherstellung, Ausbau 801, Ofen 3, v. 7.4.43, unten Weißkern |
| Blatt 17/43 Einbau vom 25. 5. 43: | | |
| 7935/1152 | akt.$Al_2O_3$+55 g $MoO_3$/l | K 8500 Paste v.Vers. 1170, mit $MoO_3/NH_3$ (55 g $MoO_3$/l, bezoge Trockensubstanz), angepastet, trocknet, gepillt, 350° erhit |
| 7935/1153 | desgl. | K 8500 v. Walzentrockner, mit $MoO_3/NH_3$ (55 g $MoO_3$/l, bezoge Trockensubstanz), angepastet, trocknet, gepillt, 350° erhit |

| Träger | g $MoO_3$/l nach Analyse | Schüttgewicht | Abrieb (Rückstand auf 8 mm-Sieb) | Temperatur in mV für 65 Gew.-% Aromaten gefunden | Temperatur in mV für 65 Gew.-% Aromaten ber. auf 55 g $MoO_3$/l | % - 100° b/65 Gew.-% Aromaten | Ofen 400 Nr. |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 00, Vers. 1072 v. Schwelofen, dn. m/$NH_3$ gekocht, 8 Tage m/ dialysiert | 53,7 | 0,57 | - | 26,5 | 26,4 | 13 | 6 |
| 00. Vers. 1072 v. Schwelofen, $H_3$ gekocht, kalt dialysiert | 45,5 | 0,62 | - | 26,6 | 26,2 | 12 | 7 |
| levsh. stellung, | 43,6? | 0,64 | 92 | 26,2 | ca. 26,0 | 16 | 8 |
| ebenerstellung, Einbau Ka Ofen 0, 1942 | 87,7 | 0,64 | 98,0 | 25,2 | - | 12 | 1 |
| eb Einbau Ka O( , 1942 | 85,0 | 0,55 | 97,7 | 25,1 | - | 9 | 2 |
| eb Ausbau Ka Of , 43, oben, rzkern | 81,7 | 0,65 | - | ca. 25,0 | - | 12 | 3 |
| ebenerstellung, Ausbau Ka Ofen 3 vom 7. 4. 43, oben, ern | 77,3 | 0,59 | - | " 25,0 | - | 12 | 4 |
| stellung, Ausbau Ka vom 7. 4. 43, oben, | 104,2 | 0,60 | - | " 25,0 | - | 10 | 5 |
| stellung, Ausbau Ka Mitte, vom 7.4.43, | 85,7 | 0,49 | - | 25,0 | - | 7 | 6 |
| benerstellung, Ausbau Ka Ofen 3 v. 7.4.43, unten, zkern | 73,4 | 0,58 | - | 25,0 | - | 8 | 7 |
| benerstellung, Ausbau Ka Ofen 3, v. 7.4.43, unten, rn | - | 0,56 | - | 27,9 | - | 12 | 8 |
| Paste v. Vers. 1170 mit $H_3$ (55 g $MoO_3$/l, bezogen a. nsubstanz), angepastet, ge- et, gepillt, 350° erhitzt | 45,6 | 0,55 | - | ca. 27,0 | ca. 26,5 | ca. 14 | 1 |
| V. lzentrocknet, mit $H_3$ g $MoO_3$/l, bezogen a. Amg), angepastet, ge- et, 0 erhitzt | 548 | 0,60 | - | 27,3 | 27,3 | 14 | 2 |

| Kontakt | Zusammensetzung | Träger |
|---|---|---|
| Blatt 13/43 Einbau vom 16. 4. 1943: | | |
| 9054/1010 | akt. $Al_2O_3$ + 55 g $MoO_3$/l | $Al(NO_3)_3$ + $Zn(NO_3)_2$ 9:1 mit K + $NH_3$ (80 : 20) bei 90° gefäl |
| 9081/1017 | desgl. | $Al_2(SO_4)_3$ + $ZnSO_4$ 9 : 1 mit K + $NH_3$ (80:20) bei 90° gefällt |
| 9082/1018 | desgl. | $Al_2(SO_4)_3$ + $ZnSO_4$ 9 : 1 mit NaOH + $NH_3$ (80:20) bei 90° ge |
| 9083/1019 | desgl. | $Al_2(SO_4)_3$ + $ZnSO_4$ 9:1 mit NaO alfein bei 90° gefällt |
| 9054/948 | desgl. | $Al(NO_3)_3$ + $Zn(NO_3)_2$ 9:1 mit K + $NH_3$ (80:20) bei 90° gefällt (wie bei Ofen 1) |
| 9084/1020 | desgl. | $Al(NO_3)$ + $Zn(NO_3)_2$ 8:2 mit KO + $NH_3$ (80:20) bei 90° gefällt |
| 9085/1021 | desgl. | $Al(NO_3)_3$ + $Zn(NO_3)_2$ 9,5:0,5 m KOH+$NH_3$ (80:20) b/90° gefällt |
| 7360/Faß 1577-1638 | desgl. | Betriebsherstellung |
| Blatt 14/43 Einbau vom 27. 4. 43: | | |
| 7360/1073 | akt. $Al_2O_3$+55 g $MoO_3$/l | K 5780 A Leuna vom 7. 4. 43 |
| 7360/1074 | desgl. | K 5780 B, Leuna, vom 7. 4. 43 |
| 7360/1075 | desgl. | K 5780 C, Leuna, vom 7. 4. 43 |
| 7360/1084 | desgl. | akt.Tonerde Nr.1586 Op + 15% Abfall 7360 vom 8. 4. 43 |
| 7360/Faß 1682-1730 | akt. $Al_2O_3$+80 g $MoO_3$/l | Betriebsherstellung |
| 7360/Faß 1731-1750 | desgl. | " |
| 9935/Faß 418-497 | akt. $Al_2O_3$+55 g $MoO_3$/l | " , Ausbau Ka 21,Of.2,Pö 20. |
| 7360/Faß 1577-1638 | desgl. | Betriebsherstellung |
| Blatt 15/43 Einbau vom 8. 5. 43: | | |
| 7360/1085 | akt. $Al_2O_3$+55 g $MoO_3$/l | akt.Tonerde 14a v/31.3.43 Haub |
| 7360/1086 | desgl. | " " 11a " 15.3.43 " |
| 7360/1087 | desgl. | " " 1583 " 8.4.43 " (Strangpreßlinge) |
| 7360/1088 | desgl. | akt.Tonerde 1583 v/8.4.43 Dr. Haubach (handgeschnitten) |
| 7935/999 | desgl. | K 8500,Vers.1068,v.Walzentrock 2 Stdn. m/$NH_3$ gekocht, 8 Tage $NH_3$ dialysiert |

| Träger | g $MoO_3$/l nach Analyse | Schüttgewicht | Abrieb (Rückst. a/ 8 mm Sieb) | Temperatur in mV für 65 Gew.% Aromat. gefunden | ber. auf 55 g $MoO_3$/l | %-100° b/ 65 Gew.% Aromaten | Ofen 408 Nr. |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| $Al_2O_3$ + $Zn(NO_3)_2$ 9:1 mit KOH [illegible] 90° gefällt | 43,3 | 0,44 | - | ca. 26,2 | ca. 25,6 | ca. 12 | 1 |
| [illegible] 1 mit KOH [illegible] gefällt | 44,4 | 0,59 | - | " 26,1 | " 25,6 | " 9 | 2 |
| [illegible] 1 mit [illegible] bei 90° gef. | 40,7 | 0,43 | - | " 26,0 | " 25,3 | " 10 | 3 |
| $Al_2(SO_4)_3$ + $ZnSO_4$ 9:1 mit NaOH in bei 90° gefällt | 40,7 | 0,51 | - | " 26,4 | " 25,7 | " 14 | 4 |
| $Al_2O_3$ + $Zn(NO_3)_2$ 9:1 mit KOH (80:20) bei 90° gefällt (bei Ofen 1) | 58,7 | 0,49 | - | " 26,2 | " 26,4? | | 5 |
| $Al_2O_3$ + $Zn(NO_3)_2$ 8:2 mit KOH (80:20) bei 90° gefällt | 44,0 | 0,48 | - | " 26,3 | " 25,8 | " 9 | 6 |
| $Al_2O_3$ + $Zn(NO_3)_2$ 9,5:0,5 mit $H_2$ (80:20) 6/90° gefällt | 43,8 | 0,35 | - | " 26,2 | " 25,7 | " 9 | 7 |
| Sphärenteilung | 48,2 | 0,64 | 92,0 | " 26,2 | " 26,0 | " 14 | 8 |
| OA Jena vom 7. 4. 43 | 63,0 | 0,87 | 85,7 | 26,1 | 26,5 | 15 | 1 |
| O B, Jena, vom 7. 4. 43 | 52,1 | 0,75 | 75,4 | 26,2 | 26,1 | 16 | 2 |
| O O, Jena, vom 7. 4. 43 | 55,0 | 0,80 | 67,0 | 26,2 | 26,2 | 12 | 3 |
| onerde Nr. 1586 Op + 15% 1/7360 vom 8. 4. 43 | 62,4 | 0,81 | - | 26,4 | 26,8 | 14 | 4 |
| ehenteilung | 78,2/82,8 | 0,77 | 78,3 | ca. 25,8 | 26,8 | ca. 12 | 5 |
| [illegible] | 72,4 | 0,62 | - | 25,1 | 25,8 | 11 | 6 |
| [illegible] Ka 21,0; 2,P8 20.4.43 | 50,0 | 0,59 | - | 25,6 | 25,5 | 11 | 7 |
| [illegible] | 49,9 | 0,64 | 92,0 | 25,9 | 25,8 | 17 | 8 |
| [illegible] 3.43 Haubach | 47,2 | 0,71 | - | 26,0 | 25,7 | 15 | 1 |
| [illegible] .43 " | 33,2? | 0,63 | - | 26,3 | 25,2? | 16 | 2 |
| [illegible] 8.4.43 " (1kg) | 52,7 | 0,68 | - | 26,2 | 26,1 | 11 | 3 |
| [illegible] 1563 V/8.4.43 Dr. ch (handgeschnitten) | 48,2 | 0,64 | - | 26,5 | 26,3 | 13 | 4 |
| O, Vera 1063, v. Walzentrockner, [illegible] m/NH3 gekocht, 8 Tage mit [illegible] alyiert | 45,2 | 0,52 | - | 26,5 | 26,2 | 12 | 5 |

| Nr. | Träger mit 55 g $MoO_3$/ltr | Aktivität, auf 55 g $MoO_3$/ltr berechnet |
|---|---|---|
| 1 | K 8500 von Vers. 1170, Paste, mit $MoO_3/NH_3$ (55 g pro ltr bezogen auf Trockens.) verpastet, getrocknet, gepillt, 350° erhitzt | ca. 26,5 |
| 2 | K 8500 von Walzentrockner, " " " " " " | 27,3 |
| 3 | K 8500 von Schwelofen, | 26,8 |
| 4 | K 8500 von Walzentrockner, im Labor auf 85 % getrocknet, gepillt, 350° erhitzt | 26,8 |
| 5 | K 8500 von Schwelofen, normal getränkt, auf 350° erhitzt | 26,4 |

Wie die Ergebnisse zeigen, hat der normal hergestellte Kontakt ( Nr. 5 ) die beste Aktivität; die verschiedenen Behandlungsarten sind also unzweckmäßig.

Ausbau Lu, Kammer 801, Ofen 3 und 4:

| Nr. | Kat. 7935/80 | Aktivität Einbau | Aktivität Ausbau | g $MoO_3$/ltr nach Analyse |
|---|---|---|---|---|
| 1 | Ofen 3, oben, Schwarzkern, Faß 17-28, 517-528 | 25,2 | 25,0 | 81,7 |
| 2 | Ofen 3, oben, Weißkern, Faß 17-28, 517-528 | | 25,0 | 77,3 |
| 3 | Ofen 3, unten, Schwarzkern, Faß 17-28, 517-528 | | 25,0 | 73,4 |
| 4 | Ofen 3, unten, Weißkern, Faß 17-28, 517-528 | | 27,9 | - |
| 5 | Ofen 4, oben, Faß 498-516 | 25,1 | 25,0 | 104,2 |
| 6 | Ofen 4, Mitte, | | 25,0 | 85,7 |

Die Ausbauproben sind auch hier bezüglich Aktivität einwandfrei; sie sind, bis auf Kontakt Nr. 4, praktisch so aktiv wie die gleichzeitig geprüften Frischkontakte. Für Kontakt 4 läßt sich über seine auffallend geringe Aktivität nur [illegible] aussagen, daß diese vermutlich auf geringen $MoO_3$-Gehalt zurückzuführen ist.

Zu 8:

Zur Feststellung eines Effektes, der eventuell durch Entfernung von Sulfat aus der Tonerde durch lang andauernde Dialyse entstehen könnte, wurden von Dr. v. Füner folgende drei Kontakte zur Prüfung gegeben:

| Nr. | Träger + 55 g $MoO_3$/ltr | Aktivität auf 55 g $MoO_3$/ltr bezogen | Spaltung |
|---|---|---|---|
| 1 | K 8500, Vers. 1068 v. Walzentrockner, 2 Stunden mit $NH_3$ gekocht, 8 Tage mit $NH_3$ dialysiert | 26,2 | 12 |
| 2 | K 8500, Vers. 1072 v. Schwelofen, 2 Stunden mit $NH_3$ gekocht, 8 Tage mit $NH_3$ dialysiert | 26,4 | 13 |
| 3 | K 8500, Vers. 1072 v. Schwelofen, 2 Stunden mit $NH_3$ gekocht, kalt dialysiert | 26,2 | 12 |

Alle drei Kontakte zeigen etwa gleiche Aktivität, die jedoch um etwa 0,8 - 1,0 MV besser ist als der Durchschnittswert vom Vergleichskontakt 7935, Faß 135-177. Ein absoluter Vergleich für die Aktivitätsverbesserung durch Dialyse ist jedoch nicht möglich, da keine Parallelprüfung für unbehandelten Kontakt durchgeführt wurde.

Weitere Proben von Kontakten, die an verschiedenen Stellen des Produktionsganges unternommen wurden und verschiedene Trocknungsstufen darstellen, gaben folgende Ergebnisse:

Die geprüften Kontakte 1 und 2 der Tabelle, die mit 15 bzw. 75 % Abfall aus der 7360-Tränkung angeteigt sind, zeigen entsprechend ihrem hohen $MoO_3$-Gehalt gute bzw. hervorragende Aktivität, auf 55 g $MoO_3$/ltr berechnet, liegt, besonders bei Kontakt 1, die Aktivität schlechter als bei dem 7360-Vergleichskontakt.

Die übrigen Kontakte 3-6 und 7-8 zeigen durchschnittliche Aktivität; Kontakt 3, Nr. 14a von Dr. Haubach, ist besonders aktiv, während dies bei Kontakt 4, 11a, unsicher ist.

Die Unterschiede in der Verformungsart (nr. 5 und 6), d.h. zwischen handgeschnittenem Kontakt und Strangpreßlingen aus der gleichen Tonerde, sind nicht wesentlich; die Strangpreßlinge sind jedoch nach diesen Ergebnissen etwas besser.

Die Kontakte 7 und 8 zeigen ziemlich hohes Schüttgewicht.

Zu 5:

Von Aussig erhielten wir die Tonerdeproben mit der Bezeichnung

TeLa 17/43
TeLa 18/43
TeLa 19/43.

Die Tonerden besitzen das bei den DHD-Tonerden übliche Schüttgewicht.

Alle drei sind auffallend unaktiv; am besten ist TeLa 18/43 mit einer Aktivität von etwa 28,0 MV. $MoO_3$-Zugabe auf 80 g/ltr erhöht die Aktivität in dem zu erwartenden Maße, reicht jedoch nicht aus, um einen brauchbaren Kontakt zu erhalten.

Zu 6:

Von Betriebsherstellungen Lu wurden folgende Kontakte geprüft:

| | $MoO_3$/ltr nach Analyse | Schütt-gewicht | Abrieb | Aktivität gefunden | Aktivität berechnet | Spaltung |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 7360, Faß 1682-1730 | 78,2-82,8 | 0,77 | 78,3 | ca. 25,8 | 26,8 | ca. 12 |
| 7360, " 1731-1750 | 72,4 | 0,62 | 81,5 | 25,1 | 25,8 | 11 |
| K 8500 (Vers. 1208) 2 Faß für 7935 | 7,1 | 0,36 | - | ca. 60,0 | - | - |

Die beiden 7360-Kontakte sind mit dem hohen $MoO_3$-Gehalt sehr aktiv; die Fässer 1731-1750 sind, auf 55 g $MoO_3$/ltr bezogen, um etwa 0,3 MV besser als der Vergleichskontakt 7360.

Die Tonerde K 8500 ist infolge des geringen $MoO_3$-Gehaltes unaktiv.

Zu 7:

Ausbau Pölitz, Kammer 21, Ofen 2, vom 20. 4. 43,
Kammer 22, Ofen 1, 3, 4, 5 vom 16. 5. 43.

Für diese Kontakte stehen keine einwandfreien Vergleichswerte mit Frischkontakt zur Verfügung.

Die Ausbaukontakte zeigen jedoch durchwegs sehr hohe Aktivität, die, soweit vergleichbar, stark über dem Werten der Frischkontakte liegt. Die Proben von weißen Kontaktkörnern sind um etwa 0,3 MV weniger aktiv als die an der gleichen Stelle genommenen Proben von schwarzen Körnern. Die geringere Aktivität hängt mit dem geringeren $MoO_3$-Gehalt (39,3 gegen 46,7 g $MoO_3$/ltr) zusammen. Auf 55 g $MoO_3$/ltr sind beide Kontakte gleich aktiv.

Die Kontakte sind durchwegs mittel- bis hochaktiv und geben geringe Spaltung. Bezogen auf gleichen $MoO_3$-Gehalt, z.B. 55 g $MoO_3$/ltr, ergibt sich, nach fallender Aktivität geordnet, folgende Reihenfolge:

| | Aktivität, bezogen auf 55 g $MoO_3$ pro Liter: |
|---|---|
| K 5780 C vom 30. 4. 43 | 25,4 |
| K 5780 D vom 30. 4. 43 | 25,8 |
| K 5780 B vom 7. 4. 43 | 26,1 |
| K 5780 III + IV vom 29. 5. 43 | 26,1 |
| K 5780 C vom 7. 4. 43 | 26,2 |
| K 5780 I + II vom 29. 5. 43 | 26,3 |
| K 5780 VII + VIII vom 29. 5. 43 | 26,4 |
| K 5780 V + VI vom 29. 5. 43 | 26,5 |
| K 5780 A vom 7. 4. 43 | 26,5 |
| K 5931 vom 28. 1. 42 | ca. 26,7 |

Die Kontakte K 5780 A - D zeigen schlechte Abriebfestigkeit; K 5780 I - VIII sind sehr fest und übertreffen darin z.T. den Vergleichskontakt 7360/F, 1577-1638 aus Oppauer Tonerde. Als weiterer Vergleichskontakt wird der Leuna-Kontakt 5931 vom 28. 1. 42 angeführt. Die neuen Kontakte sind durchwegs besser als dieser.

Zu 3:

Die Tonerden der Pölitzer Herstellung

WPÜ "A" vom 27. 4. 43,
WPÜ "B" vom 27. 4. 43,
WPÜ "C" vom 27. 4. 43,

die mit etwa 80 g $MoO_3$/ltr getränkt sind, sind in dieser Form sehr aktiv (25,4-26,0 MV) und zeigen auffallend geringe Spaltung; berechnet auf 55 g $MoO_3$/ltr und verglichen mit dem Vergleichskontakt 7935, Faß 135-177, ist deren Aktivität mit Ausnahme von WPÜ "A" um etwa 0,6 MV besser.

Zu 4:

| lfd. Nr. | Oppauer Tonerde | g $MoO_3$/ltr nach Analyse | Schütt-gewicht | Aktivität auf 55 g $MoO_3$ gef. | Aktivität auf 55 g $MoO_3$ ber. | Spaltung |
|---|---|---|---|---|---|---|
| 1 | akt.Tonerde Nr. 1586 Op+15% Abfall v. 7360 v. 8.4.43 | 62,4 | 0,81 | 26,4 | 26,8 | 14 |
| 2 | akt.Tonerde Nr.1605 Op.+75% Abfall von 7360 | 85,9 | 0,62 | 25,1 | ca.26,2 | 11 |
| 3 | akt.Tonerde 14a v.31.3.43 Dr. Haubach | 47,2 | 0,71 | 26,0 | 25,7 | 15 |
| 4 | akt.Tonerde 11a v.15.3.43 Dr. Haubach | 33,2? | 0,63 | 26,3 | 25,2? | 16 |
| 5 | akt.Tonerde 1583 v.8.4.43 (Dr. Haubach, Strangpr.) | 52,7 | 0,68 | 26,2 | 26,1 | 11 |
| 6 | akt.Tonerde 1583 v.8.4.43 (handgeschnitten) | 48,2 | 0,64 | 26,5 | 26,3 | 13 |
| 7 | akt.Tonerde 1591 v.Dr.Drexler | 57,1 | 0,81 | ca.26,4 | ca.26,5 | ca.14 |
| 8 | " " 1601 " " " | 56,7 | 0,94 | "26,0 | " 26,0 | 11 |

Einteilung der geprüften Kontakte:

1. Prüfung von Tonerden, die in Anwesenheit von Zn-Nitrat und -Sulfat gefällt wurden.
2. " " Tonerden, Betriebsherstellung Leuna,
3. " " " , Herstellung Pölitz,
4. " " " , Herstellung Oppau,
5. " " " , Herstellung Aussig,
6. " " " , Herstellung Ludwigshafen,
7. Ausbau Ka 21 und Ka 22 Pölitz, Ka 801 Lu,
8. Prüfung von Tonerden mit verschiedener Vorbehandlung,

Zu 1:

Die frühere Feststellung, daß kein Aktivitätsunterschied zwischen Kontakten besteht, die einerseits aus den Sulfaten von Al und Zn, andererseits aus deren Nitraten gefällt werden, ist zu bestätigen.

Fällung mit NaOH + $NH_3$ zeigt gegenüber Fällung mit KOH + $NH_3$ einen gewissen Vorteil (0,3 mV in der Aktivität), der in der gleichen Richtung einmal beobachtet wurde; eine weitere Aktivitätsverbesserung durch Fällung mit NaOH ohne $NH_3$ konnte, wie früher, nicht gefunden werden; der so hergestellte Kontakt zeigte vielmehr eine um 0,4 mV geringere Aktivität. Kontakte mit geringen Änderungen in der Zinkkonzentration zeigen keine wesentlichen Aktivitätsunterschiede, wie aus der folgenden Tabelle ersichtlich ist:

| Al : Zn | mV Aktivität | Spaltung |
|---|---|---|
| 9,5 : 0,5 | 25,7 | 9 |
| 9 : 1 | 25,6 | 9 |
| 8 : 2 | 25,8 | 9 |

Ein Optimum scheint bei dem Verhältnis 9 : 1 zu liegen.

Zu 2:

Von Leuna wurden 13 Kontakte zur Prüfung zugesandt. Die für den Einbau der DHD-Kammer 1, Leuna, bestimmt waren und die folgende Eigenschaften besitzen:

| | g $MoO_3$/Ltr nach Analyse | Schütt-gewicht | Abrieb (Rückst.) | Gefund. Aktivität | auf 55g $MoO_3$ ber. Aktiv. | Spaltung |
|---|---|---|---|---|---|---|
| K 5780 A, Leuna v. 7.4.43 | 63,0 | 0,87 | 85,7 | 26,1 | 26,5 | 15 |
| K 5780 B, " " 7.4.43 | 52,1 | 0,75 | 75,4 | 26,2 | 26,2 | 16 |
| K 5780 C, " " 7.4.43 | 55,0 | 0,80 | 67,0 | 26,2 | 26,2 | 12 |
| K 5780 C, " "30.4.43 | 63,4 | 0,69 | 69,0 | 25,1 | 25,4 | 9 |
| K 5780 D, " "30.4.43 | 62,0 | 0,74 | 73,4 | 25,5 | 25,8 | 13 |
| K 5780 I + K 5780 II vom 29.5.43 | 75,6 | 0,72 | 96/968 | 25,5 | 26,3 | 13 |
| K 5780 III+K 5780 IV vom 29.5.43 | 59,6 | 0,65 | 965/95 | 25,9 | 26,1 | 14 |
| K 5780 V+K 5780 VI" " " | 67,4 | 0,65 | 913/954 | 26,0 | 26,5 | 13 |
| K 5780 VII + K 5780 VIII vom 29.5.43 | 66,8 | 0,68 | 943/914 | 25,9 | 26,4 | 13 |
| K 5931 vom 28.1.42 | 69,9 | 0,73 | 98,2 | 26,1 gesch. | ca. 26,7 | 20 |

7360 Betriebsherstellung Lu. Die beiden 7360/80-Faßdurchschnitte sind als sehr aktiv (O-Qualität) zu bezeichnen.

| | g $MoO_3$/l | Abrieb | Aktivität gef. | Aktivität ber. auf 55 g | Spaltung |
|---|---|---|---|---|---|
| 7360, Faß 1682-1730 | 78,2-82,8 | 78,3 | ca. 25,8 | ca. 26,8 | ca. 12(?) |
| 7360, " 1731-1750 | 72,4 | 81,5 | 25,1 | 25,8 | 11 |
| 7360, " 1577-1638 Vergleichskontakt | 49,0 | 92 | 26,2 | 26,0 | 16 |

Auf 55 g $MoO_3$/ltr bezogen ist Faß 1682-1730 um ca. 0,8 mV schlechter, 1731-1750 um ca. 0,2 mV besser als der Vergleichskontakt; die Abriebfestigkeit der beiden Partien ist etwas gering.

Sämtliche Ausbauproben (Pülitz Ka 21 und 22, Lu Ka 801) von 7360- und 7935-Kontakten zeigen ausgezeichnete Aktivität, die zum Teil über jener der Frischkontakte liegt.

Drei Proben von acht Tage lang dialysiertem Kontakten auf K 8500 zeigen, dem 7935-Vergleichskontakt gegenübergestellt, um 0,8 - 1,0 mV bessere Aktivität als dieser; ein Parallelversuch mit gleicher unbehandelter Tonerde wurde nicht durchgeführt.

Einige Proben, die an verschiedenen Stellen des Produktionsganges von K 8500 entnommen und im Laboratorium verschiedenartig weiter bearbeitet wurden, besitzen geringere Aktivität als der auf normale Weise hergestellte Kontakt 7935 aus der gleichen Tonerde. Diese Abwandlungen sind also unzweckmäßig.

Gemeinsam mit:
Dr. Donath
" Nonnenmacher
" Reitz
" v. Füner
" Mesée

Rotter.

HOCHDRUCKVERSUCHE
Lu 1

15. Oktober 1943 Ro/Fe 291

Zurück an
Verzimmer Dir. Dr. Pier

## DHD-Kontaktprüfungen in 100 - ccm - Öfen.

13. Bericht (12. Bericht v. 28.5.43)

Kontaktträger, die aus Al- und Zn-Salzen (9:1) gefällt werden, ergeben, gleichgültig ob sie aus Sulfat oder Nitrat entstanden sind, praktisch gleiche Aktivität.

Fällung mit NaOH + $NH_3$ ist vorteilhafter als mit KoH + $NH_3$.

Änderung der Zinkkonzentration zwischen 5-20 % gibt keine wesentlichen Verschiedenheiten in Aktivität und Spaltung.

Die Tonerdeproben von Leuna ergeben, nach fallender Aktivität geordnet, folgende Reihe:

| | Aktivität, bezogen auf 55 g $MoO_3$/ltr |
|---|---|
| K 5780 G vom 30. 4. 43 | 25,4 mV |
| K 5780 D " 30. 4. 43 | 25,8 " |
| K 5780 B " 7. 4. 43 | 26,1 " |
| K 5780 III + IV vom 29. 5. 43 | 26,1 " |
| K 5780 C vom 7. 4. 43 | 26,2 " |
| K 5780 I + II vom 29. 5. 43 | 26,3 " |
| K 5780 VII + VIII vom 29. 5. 43 | 26,4 " |
| K 5780 V + VI vom 29. 5. 43 | 26,5 " |
| K 5780 A vom 7. 4. 43 | 26,5 " |
| K 5931 vom 28. 1. 42 | ca. 26,7 " |

Die Tonerdeproben von Pölitz sind, verglichen mit dem 7935-Vergleichskontakt, zum Teil bedeutend aktiver:

| | Aktivität bei 55 g $MoO_3$/ltr |
|---|---|
| 7935, Faß 135-177 | 27,2 mV |
| WPö "A" vom 27. 4. 43 | 27,0 " |
| WPö "B" " 27. 4. 43 | 26,4 " |
| WPö "C" vom 27. 4. 43 | 26,4 " |

Die gefundene Aktivität der Kontakte mit ca. 80 g $MoO_3$/ltr beträgt: WPö "A" 26,0 mV, "B" ca. 25,4 mV, "C" ca. 25,4 mV, ist mithin sehr gut.

Tonerdeproben Oppau. Zumischung von 7360-Abfall zum Tonerdebrei ergibt nach Tränkung mit 55 g $MoO_3$/ltr, infolge des höheren $MoO_3$-Gehaltes sehr aktive Kontakte. Auf 55 g $MoO_3$/ltr bezogen, sind diese weniger aktiv als der 7360-Vergleichskontakt.

Die Prüfung von Tonerde von Dr. Haubach und Drexler gab zum Teil sehr gute, zum Teil gute Werte.

Tonerdeproben Aussig. Die drei Tonerdeproben TeLa 17-19/43 sind auffallend unaktiv.

S 2196

TITLE PAGE

7. Verarbeitung von Sumpfbenzin aus K 1242 auf DHD-Benzin im 40 Ltr.-Ofen 601.
Processing of Sumpf gasoline from K 1242 to DHD-gasoline in 40 litre furnace 601.

Frame Nos. 292 - 300

## Produktuntersuchungen.

Versuch im Ofen 601 vom 19.3. bo 1942

| Produkt | I Abstreifer red.und stab. (ohne Gasbi.) | II Restbenzin von I | III DHD-Benzin Mischung I mit stab.Leichtbi. -80 : 86:14 | Restbenzin von III |
|---|---|---|---|---|
| Gew.% bezogen auf stab. Abstreifer | 92,6 | - | - | - |
| Spez.Gewicht/15° | 0,810 | 0,719 | 0,791 | 0,715 |
| Dampfdruck nach Reid bei 38°C | - | - | 0,262 | - |
| Anilinpunkt I/II | -7,8 ber./53° | 52/54 | -4,2/54,3 | 53/54,8 |
| Siedebeginn °C | 65 | 40 | 52 | 53 |
| % -50 | - | 1,5 | - | - |
| -70 | 1 | 16 | 7,5 | 28,0 |
| -100 | 40,5 | 72 | 51,5 | 75,5 |
| -120 | 68,5 | 85 | 70,5 | 86,0 |
| -150 | 92,0 | 94 | 92,0 | 95,0 |
| -160 | 96,0 | - | 96,0 | - |
| -180 | - | - | - | - |
| Endpunkt | 168/98,5 | 159/96,5 | 167/98,2 | 154,97 |
| Zusammensetzung: | | | | |
| % Paraffine | 15,5 | 44,0 | 20,0 | 48,0 |
| "Naphthene | 19,5 | 53,0 | 21,0 | 49,0 |
| " Aromaten | 64,0 | 2,0 | 56,0 | 2,0 |
| % Ungesättigte | 1,0 | 1,0 | 3,0 | 1,0 |
| Gew.% Aromaten im Benzin einschl.Gasbenzin | 63 | - | - | - |
| Jodzahl | - | - | 7,6 | - |
| O; | | | 88,31 | - |
| H: | | | 11,59 | - |
| Oktanzahlen: Res.Meth. | | -100 / >100° | - - | - |
| Mot. " | | 60 70,5 34 | 78,0 | - |
| Mot. " +0,12Pb | | 83,5 90,6 - | 91,0 | - |
| Bombenteste | | | leichter Abfall | |
| Glasschale vorher | | | 2,0 | |
| nachher | | | 10,6/7,8 | |
| Cu-Schale | | | 8,5 | |
| Überladung: | | | 0,7 atm über $OV_b$ 1) | |
| Aromatenzerlegung: | | | | |
| Vorlauf % | 1,6 | | | |
| Benzol " | 13,2 | | | |
| Zwfrakt." | 2,0 | | | |
| Toluol " | 29,4 | | | |
| Zwfrakt." | 3,2 | | | |
| Xylol " | 25,6 | | | |
| höh.Arom." | 24,0 | | | |

1) Techn.Prüfstand Oppau Überladung Nr.7588 H.

Anlage 2.

## Bilanz und Untersuchung des Abstreifers.

| | | |
|---|---|---|
| Datum 1942 | 19.3. abc | |
| Gesamtbetriebsstunden | 24 | |
| Datum der bilanzierten Teilperiode | 19.3. bo | |
| Kontakt/Zahl der Regen. | 7935 / 25 | |
| Bilanzierte Teilperiode: | | |
| Druck/$H_2$-Druck atü | 48 / 22 | |
| Ofen 1: Eingang | 520° | |
| Ausgang | 518° | |
| Mittel | 520° | |
| Ofen 2: Eingang | 530° | |
| Ausgang | 518° | |
| Mittel | 523° | |
| Ofen 3: Eingang | 537° | |
| Ausgang | 530° | |
| Mittel | 533° | |
| Raffinationsofen Mittel | 315° | |
| Durchsatz kg/L & Std. | 0,40 | |
| cbm Gas/kg Einspritzung | (1,5) | |
| Zyklusdauer | 16 | |
| Ausbeute Gew.%: | | |
| Produkt $C_4$ frei einschl. Gasbi. | 81,3 | 82,6 |
| $H_2$ | 0,3 | 0,3 |
| $C_1$-$C_4$ | 16,5 | 16,8 |
| Koks | 0,3 | 0,3 |
| Verlust | 1,6 | n.o. |
| Abstreifer: Spez.Gew./20° | 0,806 | |
| Anilinpunkt I/II | -6,2 ber./53,4 | |
| Siedebereich | 47-200 | |
| % -70 | 3,0 | |
| -100 | 38,0 | |
| -120 | 62,5 | |
| -150 | 87,0 | |
| -160 | 90,5 | |
| -180 | 96,0 | |
| Zusammensetzung: % Paraffin | 16,5 | |
| Naphthene | 19,5 | |
| Aromaten | 62,5 | |
| Ungesättigte | 1,5 | |
| Jodzahl | 9,8 | |
| S | 0,01 | |
| N | 0,014 | |
| Phenole | 0,01 | |
| cbm Überschussgas/to Einspr. | 65 | |
| deren % $H_2$ | 45,4 | |
| cbm Produktgas/to Einspr. | 86,5 | |
| kg gelöstes Gas/to Einspr. ($C_4$) | 18,3 | |

Anlage 1.

Ausgangsmaterial.

| Produkt | Sumpfbi aus K 1242 von Ka.804 aus KW 526045 3.3.42 | dto. -80° unstab. | dto. -80° stab. | dto. 80-180° |
|---|---|---|---|---|
| Gew.% bezogen auf Benzin -180° stab. | 153 | 11,9. | 10,0 | 90,0 |
| Produkteigenschaften: | | | nach Laugewäsche | |
| Spez.Gew./20° | 0,795 | 0,670 | 0,680 | 0,788 |
| Anilinpunkt I | 19 | - | 51 | 19,5 |
| " II | 53 | - | - | - |
| Siedebeginn | 53 | 30 | 39 | 84 |
| % - 50 | - | 55 | 53 | |
| - 70 | 4 | 93 | 96 | |
| -100 | 22,5 | - | - | 14 |
| -120 | 39,0 | - | - | 49 |
| -150 | 60,0 | - | - | 77 |
| -160 | 66,0 | - | - | 84,5 |
| -180 | 78,5 | - | - | 95,0 |
| -200 | 88,5 | - | - | |
| Endpunkt/ | 217/97 | 75/95 | 74/97,5 | 188/95,0 |
| Gasverluat | 1,0 | 3,5 | 1,5 | 1,0 |
| Zusammensetzung | | | | |
| %Paraffine | 22,0 | | 46 | |
| "Naphthene | 28,0 | | 41,5 | |
| "Aromaten | 36,5 | | 6,0 | |
| "Ungesättigte | 13,5 | | 6,5 | |
| Jodzahl | 32,8 | | 18,5 | 43,1 |
| S | | | | (ca.0,02)[1] |
| N | | | | 0,22 |
| Phenole % | | | | 2,6 |
| C | | | | 86,34 |
| H | | | | 13,29 |
| Bombentest | | | kein Abfall | |
| Glasschale vor mg | | | 7,7 | |
| nach " | | | 7,5 | |
| Cu-Schale " | | | 16,2 | |

1) Geschätzt nach Untersuchungen anderer Steinkohlensumpfbenzine.

Tabelle.

| | Anfallprodukt Ofen V.19.3.bo 601<br>red$_6$+ stab. + Leichtbenzin<br>-80° stab. aus K 1242 (86:14) |
|---|---|
| Spez.Gew./15° | 0,791 |
| Anilinpunkt | -4,2 |
| Dampfdruck bei 38°C | 0,262 |
| Siedebeginn | 52 |
| % -100° | 51,5 |
| -150° | 92 |
| Endpunkt | 167/98 |
| Gew.% Aromaten | 56 |
| Jodzahl | 7,6 |
| OZ.Motor-Methode | 78 |
| Restbenzin | |
| % -100° 1) | 75,5 |
| OZ.Motormeth.(berechn.) | 63 |
| Überladung | 0,7 atm über CV$_2$b (Nr.7588 H) |
| Gew.% Pentan bezogen auf DHD-Bi zum Stellen desselben auf DD. 0,4 atm (berechn.) | 10 |
| Gew.% Aromaten | 51 |
| Überladung | ca. 1/2 atm über CV$_2$b. |

Man erhält demnach aus dem Sumpfbenzin ein DHD-Benzin, dessen Überladekurve trotz des niedrigen Dampfdruckes von 0,26 atm über der CV$_2$b-Vergleichskurve liegt. Durch etwa 10% Pentanzusatz[2] müsste sich das Benzin auf DD. 0,4 atm stellen lassen, ohne dabei das Minimum der Überladekurve zu senken. Die Teste des Benzins sind einwandfrei. Die Jodzahl liegt mit 7,6 etwas über der bis jetzt noch vorgeschriebenen Grenze, ist aber wahrscheinlich durch etwas höhere Temperatur des Raffinationsofens in Ordnung zu bringen. Jedenfalls dürfte sich eine an sich mögliche Raffination des Leichtbenzins etwa durch Einspritzung in den Raffinationsofen der DHD-Apparatur erübrigen.

Gemeinsam mit:
Dr.Donath
Dr.Reitz
Dr.Rotter
Dr.Hirschberger
" Lajus.

1) nach OZ des Restbenzins des DHD-Abstreifers,
2) An Gasbenzin stehen ca. 2% zur Verfügung.

Zunächst zeigt ein Vergleich der beiden Einspritzprodukte, dass das Sumpfbenzin bei etwa gleichem Aromaten- + Naphthengehalt mehr Aromaten enthält[1]) als das 5058/6434 Schwerbenzin Scholven. Es müsste sich also, wenn keine hemmende Wirkung durch die Ungesättigten, N-, S- und O-Verbindungen ausgeübt wurde, bei tieferer Reaktionstemperatur und mit besserer Ausbeute verarbeiten lassen, als das 5058/6434-Benzin. Nach der aufgeführten Tabelle ist aber gerade das Gegenteil der Fall. Das Sumpfbenzin benötigt zur Erreichung des gleichen Aromatengehaltes eine um 21 °C höhere mittlere Eingangstemperatur der drei DHD-Öfen und liefert eine um ca. 1 % schlechtere Ausbeute als das 5058/6434-Benzin. Nach diesem Befund ist in Erwägung zu ziehen, das Sumpfbenzin in den DHD-Analysen in 2 Stufen, einer milden Dehydrierung zur Entfernung der Ungesättigten und N-, S-, und O-Verbindungen bei geringer Aromatenneubildung und einer scharfen Dehydrierung zur Erreichung des vorgeschriebenen Aromatengehaltes zu verarbeiten. Bei der einstufigen Verarbeitung des Sumpfbenzins ist schätzungsweise mit einer maximalen Zyklusläge von 60 Std. in grosstechnischen Anlagen, ähnlich wie bei der Verarbeitung von Erdölbenzinen, zu rechnen.

Der DHD-Abstreifer aus Sumpfbenzin wurde auf 168 °C redestilliert, stabilisiert und mit stabilisiertem und mit Lauge gewaschenen Leichtbenzin etwa im Anfallverhältnis vermischt. Die Untersuchungen des red. und stabilisierten Abstreifers und des fertigen DHD-Benzins sind in Anlage 3 enthalten. Die wichtigsten Analysendaten des DHD-Benzins sind in der folgenden Tabelle wiederholt.

1) Eine genaue Angabe der Zusammensetzung des Sumpfbenzins nach der Anilinpunktsmethode ist wegen des hohen Gehaltes an Ungesättigten nicht möglich.

Tabelle.

| Kontakt 7935 10 mm Pi, Zahl der Regen. | 25 | 15 |
|---|---|---|
| in die DHD-Stufe eingesetztes Schwerbenzin | Sumpfbenzin 80-180° aus K 1242 v.2.3.43 | 5058/6434-Benzin Scholven 80-175° C |
| Einspritzprodukt | | |
| Spez.Gew./20° | 0,788 | 0,775 |
| Anilinpunkt I | 19,5 | 4,9 |
| " II | ca. 52 | 52 |
| Jodzahl (nach Han.38) | 43,1 | ca. 2 |
| S | ca.0,02 | <0,01 |
| N | 0,22 | <0,01 |
| Gew.% Phenole | 2,6 | <0,01 |
| Druck atü | 48 | 50 |
| $H_2$-Druck atü | 22 | 21 |
| Temperaturen der ersten bilanzierten 16 Std.Periode °C | | |
| Ofen 1. Eingang | 520 | 508 |
| Ausgang | 518 | 468 |
| Mittel | 520 | 494 |
| 2. Eingang | 530 | 507 |
| Ausgang | 518 | 503 |
| Mittel | 523 | 501 |
| 3. Eingang | 537 | 508 |
| Ausgang | 530 | 507 |
| Mittel | 533 | 507 |
| Raffinationsofen Mittel | 315 | 305 |
| Durchsatz kg/L & Std. | 0,40 | 0,41 |
| cbm Gas/kg Einspritzung | (1,5) | 1,60 |
| Ausbeute an $C_4$-freiem Abstreifer einschl.Gasbi | 82,6 | 83,7 |
| Abstreifer: | | |
| Spez.Gew./20° | 0,806 | 0,795 |
| Anilinpunkt I | -6,2 ber. | -2,1 ber. |
| " II | 53,4 | 59,2 |
| Siedebereich | 47-200 | 47-193 |
| % -100° | 38 | 38 |
| % -150° | 87 | 85 |
| % Aromaten | 62,5 | 63 |
| Jodzahl | 9,8 | - |
| Ofen 601 | | |
| Datum 1942 | 19.3. bo | 27.2. 17h-28.2.9h |

9,8 (?)[1]. Sie dürfte durch Einhaltung einer etwas höheren Temperatur des Raffinationsofens wohl ohne Schwierigkeit unter 4 gesenkt werden können.

Um beurteilen zu können, welchen Einfluss der verhältnismässig hohe Gehalt des Einspritzproduktes an Ungesättigten, Stickstoffverbindungen und Phenolen (vergl.Anlage 1) auf die Reaktionstemperatur, Zykluslänge und Ausbeute hat, sind in der folgenden Tabelle die erhaltenen Ergebnisse mit Versuchsdaten verglichen, die in der gleichen Apparatur über den gleichen Kontakt mit Scholvener 5058/6434-Benzin erhalten wurden (Bericht Dr.Nö vom 10.8.42 DHD-Versuche im 40 Ltr.-Ofen).

1) Steht nicht ganz im Einklang mit der niedrigeren Jodzahl des fertigen DHD-Benzins von 7,6.

Aus 1000 kg stabilisiertem Sumpfbenzin -180° aus oberschlesischer Steinkohle können demnach in Betriebsperioden von schätzungsweise 60 Stunden Länge und ohne Verbrauch von Frischwasserstoff 791 kg DHD-Benzin und 46 kg Rückstand, bzw. bei Rückführung des Rückstands in die Gasphase 821 kg DHD-Benzin erzeugt werden. Die Teste des DHD-Benzins sind bei Einschaltung einer Laugeraffination für das Leichtbenzin einwandfrei. Die nach den bisher noch gültigen Vorschriften etwas zu hohe Jodzahl kann wahrscheinlich durch Erhöhung der Temperatur des Raffinationsofens gesenkt werden. Eine weitere Senkung kann dadurch erzielt werden, dass das Leichtbenzin mit in den Raffinationsofen der DHD-Anlage eingespritzt wird. Die Überladekurve des DHD-Benzins liegt nach einer Bestimmung des Techn. Prüfstandes Oppau etwa 3/4 atm über der Vergleichskurve des $CV_2$b-RUM.

Durch einen Vergleich der beschriebenen Versuche mit Versuchen die in der gleichen Anlage über den gleichen Kontakt mit 5058/6434-Benzin Scholven durchgeführt wurden, ergibt sich, dass die im Sumpfbenzin enthaltenen Ungesättigten und O-N- und S-Verbindungen eine Erhöhung der mittleren Ofeneintrittstemperatur von ca. 21°, eine entsprechende Verringerung der Periodenlänge, sowie eine geringe Ausbeuteminderung verursachen. Danach wäre zu überlegen, das Sumpfbenzin in den DHD-Anlagen in 2 Stufen, einer milden Dehydrierung (ohne $H_2$-Verbrauch) zur Entfernung der störenden Verbindungen mit verhältnismässig geringer Aromatenneubildung und einer daran anschliessenden scharfen Dehydrierung zur Erreichung des gewünschten Aromatengehaltes zu verarbeiten.

## Versuchsbericht.

Zwei Fass Sumpfbenzin aus K 1242 (Beuthen- und Heinitz-Kohle) vom Heizölgrossversuch in Ka.804 (Juli bis Dez.1941) wurden in 7,8 Gew.% Leichtbenzin -80 °C, 58,8 Gew.% Schwerbenzin von 80-180 °C und 33,4 Gew.% Rückstand >180 °C zerlegt. Die Untersuchungen des gesamten Sumpfbenzins sowie der Leicht- und Schwerbenzinfraktion sind in Anlage 1 enthalten.

Die Schwerbenzinfraktion wurde in einen 24-Std-Versuch im 40 Ltr.-Ofen 601 (3 DHD-Öfen mit Zwischenaufheizung, 1 Raffinationsofen; Kreislaufgas) über Kontakt 7935 (10 mm Pillen) dehydriert, wobei die letzten 16 Stunden bilanziert wurden. In den ersten 8 Stunden hatte das Anfallprodukt den zu hohen Anilinpunkt von ca. +2 (ber.) im Mittel, während in der bilanzierten Teilperiode ein Anilinpunkt von -6,2 (ber.) im Mittel erreicht wurde. Die Bilanz des Versuchs sowie die Eigenschaften des erhaltenen Abstreifers sind in Anlage 2 enthalten. Danach wurde mit einer Ausbeute von 82,6 Gew.% ein Abstreifer mit 62,5 Gew.% Aromaten und befriedigenden Testen (S<0,01, N 0,014, Phenole 0,01) erhalten. Die Jodzahl des Abstreifers beträgt

-3-

---

1) Bezüglich der Aktivität des verwendeten Kontaktes vergl. Bericht Dr.No v.10.8.42. DHD-Versuche im 40 Ltr.-Ofen.

Hochdruckversuche
Lu 1.

20. Oktober 1943. No/Le.

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

## Verarbeitung von Sumpfbenzin aus K 1242 auf DHD-Benzin im 40 Ltr.-Ofen 601.

### Zusammenfassung.

Sumpfphasebenzin -180°C aus oberschlesischer Kohle (Beuthen- und Heinitz-Grube) der Heizölfahrweise (ca. 35 Gew.% vom Sumpfphase-abstreifer) wurde nach dem DHD-Verfahren in einem 24 Std.-Versuch im 40 Ltr.-Ofen 601 bei 50 atm Gesamtdruck und 0,4 kg/L & Std. Durchsatz in Hochleistungsbenzin mit 50 Vol.% Aromaten übergeführt.

Das folgende Schema zeigt Verarbeitungsgang, Qualität und Ausbeute. Für die Übertragung auf grosstechnische Apparaturen wurde ein Ausbeuteabschlag von 2 Gew.% in der DHD-Stufe mit Rücksicht auf die grössere Periodenlänge von 60 Stunden, die nach den Versuchsergebnissen als max. erreichbar angenommen wurde, gemacht.

1000 kg stabil. Sumpfphasebenzin -180°C

- 110 kg Bi -ca.85°
  - Laugewäsche
  - 109 kg
- 890 kg Bi 85-180°
  - Jodzahl 43
  - S: ca.0,02%
  - N: 0,22 %
  - Phen: 2,6%
  - DHD-Verarbeitung.
  - 40-50 atm Gesamtdruck, 18-22atm $H_2$-Druck; Durchsatz 0,4 kg/L & Std.
  - Gas/Öl 1,5 cbm/kg;
  - Zykluslänge: ca. 60 Stunden.
  - 718 kg DHD-Abstreifer stab. einschl.Gasbi.
    - 682 kg DHD-Abstreifer red.-168°C (63 Gew.% Aromaten)
    - 46 kg DHD-Rückstand[1]

791 kg DHD-Benzin
50 Vol.% Aromaten
Jodzahl ca.72)
Tests einwandfrei
Dampfdruck ca. 0,29[3]
Restbenzin: OZ Mot.: ca. 64
Überladung: ca. 3/4 atm über CV/2b-RLM.

1) Im Versuch wurden etwas mehr Rückstand, nämlich ca.55 kg (umger.) erhalten. Es wurde jedoch angenommen, dass sich bei kontinuierlicher techn.Destillation der Destillationsrückstand auf den angegebenen Wert vermindert.
2) wahrscheinlich 4 erreichbar.
3) Versuchswert umgerechnet auf einbezogenes Gasbenzin.

-2-

11952

TITLE PAGE

8. Verarbeitung von Zeitzer TTH-Benzin auf Hochleistungskraftstoff nach dem DHD-Verfahren.

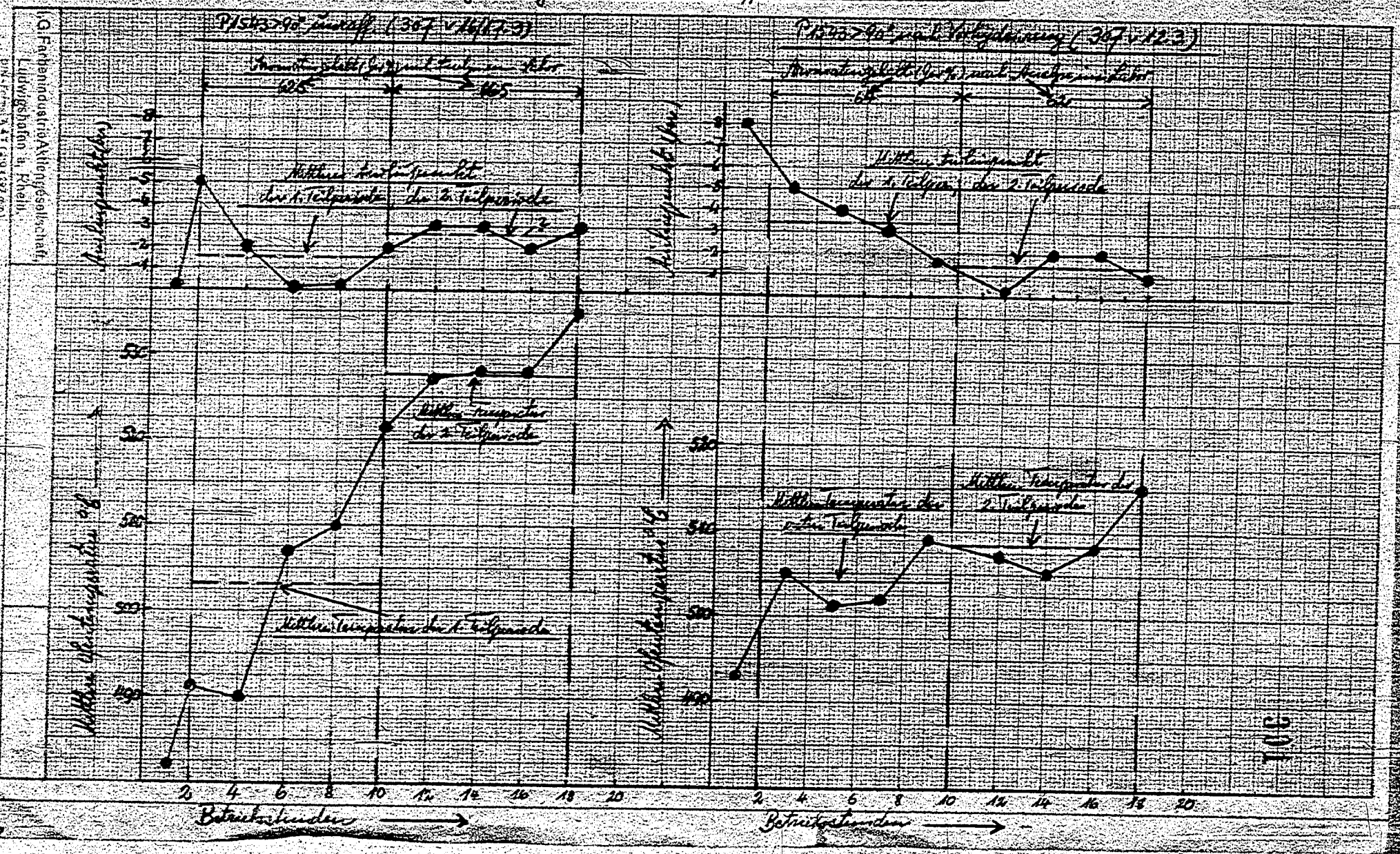
Processing of Zeitz TTH gasoline to a high power fuel by DHD method.

Frame Nos. 301 - 309

Schaubild 1 zu Patentschrift 543790

# Schaubild 1 zu Patentschrift 543790

## Schaubild 1 zu Patentschrift 543790 – Anwendung ohne Nachtrocknung




## Schaubild 1 zu Patentschrift 543790 – Anwendung mit Nachtrocknung

Anlage 3.

## Benzinuntersuchungen.



| Produkt: | DHD-Abstreifer aus P 1543 v.10.7.42 Anfallprodukt Ofen 306 v.24.10.42 | | | DHD-Abstreifer aus P 1543 v.26.1.>90 Anfallprodukt Ofen 303/304/307 Sammelprodukt | | | DHD-Benzin aus P 1543 v.26.1. Sa-Bi 303/304/307 red.+stab.+Leichtbi.P1543-90° (85,5:16,5) | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| % Gasbenzin | - | 2,4 | - | - | 2,3 | - | | |
| % stab.Benzin | - | 97,0 | 42,5 | - | 97,3 | - | | |
| % Verlust | - | 0,6 | - | - | 0,4 | - | | |
| % red.-168°C | - | - | - | - | 91,7 | 35 | | |
| % Ru.>168°C | - | - | - | - | 5,4 | - | | |
| % Verlust | - | - | - | - | 0,2 | - | | |
| Untersuchtes Produkt | Anfall | Anfall stabil. | Restbi. | Anfall | Anfall red.+stab. | Restbenzin | DHD-Benzin | Rest-Benzin |
| Spez.Gew./15° | 0,781 | 0,787 | 0,698 | 0,815 | 0,807 | 0,717 | 0,786 | 0,704 |
| Dampfdruck atm/38° | - | 0,453 | - | - | 0,160 | - | 0,270 | - |
| Anilinpunkt I | - | 2,3 | 59 | -7,1 | -4,7 | 59,1 | 0,5 | 58 |
| II | - | 60,5 | 61 | 60,2 | 60,3 | 60,7 | 59,5 | 60,1 |
| Siedebeginn °C | 40 | 48 | 38 | 55 | 66 | 55 | 51 | 51 |
| %- 60° | 5,5 | 2,0 | 14,0 | 1,0 | - | 0,5 | 2,5 | 2,5 |
| % -70° | 11,0 | 7,0 | 27,5 | 3,0 | 0,5 | 5,5 | 8,5 | 17,5 |
| % -80° | 20,5 | 18,0 | 42,0 | 4,8 | 2,5 | 17,5 | 20,0 | 39,5 |
| %-90° | 30,0 | 28,0 | 55,0 | 10,0 | 9,0 | 32,0 | 33,0 | 55,0 |
| %-100° | 41,0 | 39,0 | 66,0 | 20 | 21 | 48 | 43,5 | 65,5 |
| %-110° | 52,0 | 51,0 | 73,5 | 34,5 | 35,0 | 61,0 | 55,0 | 74,0 |
| %-120° | 62,0 | 61,5 | 80,0 | 47 | 50,5 | 72 | 63,5 | 80,0 |
| %-130° | 71,0 | 70,0 | 85,0 | 60,5 | 65 | 81 | 73,0 | 87,0 |
| %-140° | 79,0 | 78,5 | 89,0 | 73 | 78 | 88 | 84,5 | 90,5 |
| %-150° | 85,0 | 85,0 | 92,0 | 81,5 | 87,5 | 92,5 | 92,0 | 95,0 |
| %-160° | 90,0 | 91,0 | - | 89 | 94 | - | 97,0 | - |
| %-170° | 93,0 | 94,5 | - | - | - | - | - | - |
| %-180° | 94,0 | 96,0 | - | - | - | - | - | - |
| %-190° | - | - | - | - | - | - | - | - |
| %-200° | - | - | - | - | - | - | - | - |
| Endpunkt / % | 185/96 | 185/98 | 158/97 | 206/97,5 | 168/97,5 | 157/97,5 | 165/98,5 | 158/98,5 |
| Ru/Verlust | 1,5/2,5 | 1,2/0,8 | 1,5/1,5 | 1,4/1,1 | 1,2/1,3 | 1,5/1,5 | 1,2/0,3 | 1,0/0,5 |
| Zusammensetzung: | | | | | | | | |
| %Paraffine | | 30,0 | 68,5 | 21,0 | 22,5 | 67,0 | 28,0 | 65,0 |
| %Naphthene | | 13,5 | 29,0 | 10 | 10,5 | 29,5 | 14,5 | 31,5 |
| %Aromaten | | 56,0 | 2,5 | 66,5 | 64,5 | 2,0 | 56,0 | 2,5 |
| %Ungesättigte | | 0,5 | - | 2,5 | 2,5 | 1,5 | 1,5 | 1,0 |
| Jodzahl | | | | | | | | |
| Oktanzahlen; Res.Meth. | | | - | | | - | 89,7 | - |
| Mot. " | | | 60,5 | | | 55,2 | 76,1 | 60,8 |
| " " + 0,12 Pb | | | - | | | - | 89,0 | - |
| Überladung | | | | | | | on.3/4 atmüber Eich $O_2$b | |

Anlage 1.

## Ausgangsmaterial.

| Produkt | P1543 v.10.7.42 | P1543 -150°C redest. | P1543 v. 26.1.43 | P1543 -90° unstab. | P1543 -90° stab. | P 1543 >90° | P1543 v.26.1. 90° hydr.bei 250 atm | P1518 Schwerbenzin zum Vergleich |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Gew.% bezogen auf Gesamtbenzin | 100 | 78,5 | 100 | 11,6 | 10,7 | 88,4 | ca.88 | 89 |
| Produkteigenschaften Dampfdruck n.Reid | | | | | 0,555 | | | |
| Spez.Gewicht/20° | 0,758 | 0,756 | 0,760 | 0,682 | 0,693 | 0,776 | 0,767 | 0,772 |
| Anilinpunkt I | 44 | 43,7 | 40,0 | 48,5 | 47,2 | 39,5 | (ca.50 gesch.) 2 | 39 |
| " II | 57,5 | 56,7 | 56,5 | | 58,0 | | | 59 |
| Siedebeginn °C | 61 | 62 | 52 | 32 | 46 | 103 | 100 | 107 |
| % -50 | - | - | - | 19 | 1,5 | - | - | - |
| -60 | - | - | 1,5 | 47,5 | 43,5 | - | - | - |
| -70 | 1 | 1,5 | 3,0 | 85,0 | 91,0 | - | - | - |
| -100 | 19,5 | 22,5 | 18,0 | - | - | - | - | - |
| -120 | 44,0 | 65,0 | 43,0 | - | - | - | - | - |
| -150 | 81,0 | 96,0 | 79,0 | - | - | 26,0 | 25,5 | 37 |
| -160 | 91,5 | - | 90,0 | - | - | 76,5 | 73,0 | 87 |
| -170 | - | - | 95,5 | - | - | 89,0 | 85,0 | 94 |
| Endpunkt/ % | 167/97 | 152/98 | 176/97,5 | 80/95 | 75/97 | 96,0 | 92 | 96,5 |
| Gasverlust | 1,9 | 0,7 | 1,5 | 4,0 | 2,1 | 174/97,5 | 200/97 | 176/98,5 |
| Gew.% Paraffine | - | 47 | | | 51,5 | 1,5 | 2,0 | 0,5 |
| Naphthene | - | 37 | | | 34,0 | | | 48,5 |
| Aromaten | 16 | 15 | 19 | | 13,0 | | | 27,5 |
| Ungesättigte | - | 1 | | | 1,5 | | | 23,0 |
| Jodzahl | (774) | 9,2 | 1,5 | | | 16,6 | | 1,0 |
| Schwefel Gew.% | 0,08 1) | | | | | 0,36 1) | 0,002 | ca.4 |
| Basenzahl | - | | | | | 6,8 | - | <0,001 |
| Phenole Gew.% | (775) | | | | | 0,098 | 0,006 | 6,1 |
| OZ. Mot. | - | 60,8 | | | 71,0 | | | |
| " + 0,12 Pb | | 78,5 | | | 89,0 | | | |
| Ofen | - | - | - | - | - | - | 316 | - |
| Datum | - | - | - | - | - | - | 23c-25c | - |

1) Der hohe S-Gehalt von 0,36% in einem TTH-Benzin aus Braunkohlenteer ist unerklärlich. Die Bestimmung des S-Gehaltes im Benzin -180° aus TTH-Abstreifer P 1559 vom 18.12.42 ergab jedoch den gleichen hohen Wert von 0,38 %.

2) Eine Bestimmung des Anilinpunkts zu 50 ist mit d[illegible] Zusammensetzung des [illegible]

[redacted]

angsmaterial.

| Produkt | P1543 v.10.7.42 | P1543 -1 redest. | 3 v. 26.1.43 | P1543 -90° unstab. | P1543 -90° stab. | P 1543 >90° | P1543 v.26. 90° hydr. bei 250 atm | Schwer benzin zum Vergleich |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| Gew.% bezogen auf Gesamtbenzin | 100 | 78,5 | 100 | 11,6 | 10,7 | 88,4 | ca.88 | 89 |
| Produkteigenschaften | | | | | | | | |
| Dampfdruck n.Reid | | | | | 0,555 | | | |
| Spez.Gewicht/20° | 0,758 | 0,750 | 0,760 | 0,682 | 0,693 | 0,776 | 0,767 | 0,772 |
| Anilinpunkt I | 44 | 43,7 | 40,0 | 48,5 | 47,2 | 39,5 | (ca.50 gesch.) 2 | 59 |
| " II | 57,5 | 56,7 | 56,5 | | 58,0 | | | 59 |
| Siedebeginn °C | 61 | 62 | 52 | 32 | 46 | 103 | 100 | 107 |
| % -50 | - | - | - | 19 | 1,5 | - | - | - |
| -60 | - | - | 1,5 | 47,5 | 43,5 | - | - | - |
| -70 | 1 | 1,5 | 3,0 | 85,0 | 91,0 | - | - | - |
| -100 | 19,5 | 22,5 | 18,0 | - | - | - | - | - |
| -120 | 44,0 | 65,0 | 43,0 | - | - | - | - | - |
| -150 | 81,0 | 96,0 | 79,0 | - | - | 26,0 | 25,5 | 37 |
| -160 | 91,5 | - | 90,0 | - | - | 76,5 | 73,0 | 87 |
| -170 | - | - | 95,5 | - | - | 89,0 | 85,0 | 94 |
| Endpunkt/ % | 167/97 | 152/98 | 176/97,5 | 80/95 | 75/97 | 96,0 | 92 | 96,5 |
| Gasverlust | 1,9 | 0,7 | 1,5 | 4,0 | 2,1 | 174/97,5 | 200/97 | 176/98,5 |
| Gew.% Paraffine | - | 47 | | | 51,5 | 1,5 | 2,0 | 0,5 |
| Naphthene | - | 37 | | | 34,0 | | | 48,5 |
| Aromaten | 16 | 15 | 19 | | 13,0 | | | 27,5 |
| Ungesättigte | - | 1 | | | 1,5 | | | 23,0 |
| Jodzahl | (774) | 9,2 | 1,5 | | | 16,6 | | 1,0 |
| Schwefel Gew.% | 0,08 1) | | | | | 0,36 1) | 0,002 | ca.4 |
| Basenzahl | - | | | | | 6,8 | - | <0,001 |
| Phenole Gew.% | (775) | | | | | 0,098 | 0,006 | 6,1 |
| OZ. Mot. | - | 60,8 | | | 71,0 | | | |
| " + 0,12 Pb | | 78,5 | | | 89,0 | | | |
| Ofen | - | - | - | - | - | - | 316 | - |
| Datum | - | - | - | - | - | - | 23c-25c | - |

1) Der hohe S-Gehalt von 0,36% in einem TTH-Benzin aus Braunkohlenteer ist unerklärlich. Die Bestimmung des S-Gehaltes im Benzin -180° aus TTH-Abstreifer P 1559 vom 18.12.42 ergab jedoch den gleichen hohen Wert von 0,38 %.

2) Eine Bestimmung des Anilinpunkts zu 59 ist mit der Zusammensetzung des unraffinierten Produktes nicht in Einklang zu bringen und erscheint daher fehlerhaft. Die von Teilperioden bestimmten Anilinpunkte waren: vom 23.2.c: 48,5, vom 24.2.abc: 48,5, vom 25.abc: 50.

Versuchsergebnisse

| Ausgangsmaterial | F 1543 v. 10.7.42 | | | F 1543 v. 26.1.43 | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|
| **Versuchsbedingungen.** | | | | | | | |
| Kontakt | 7360 Ko 133/135 1:1 | | | 7935/J 829/10 mm → 7360 Faß 1577- | | | |
| Druck atü | 20 | 20 | 20 | 20 | 10 | 20 | |
| Temperatur °C | 510 | 510 | 527 | 500 → 544 | 500 → 544 | 505 → 550 | 1) |
| Durchsatz kg/L & Std. | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0,5 | |
| Gas/Öl cbm/kg | 1,0 | 1,0 | 1,0 | 1,0 | 1,0 | 1,0 | |
| Bilanzierte Teilper. Std. | 8 | 8 | 8 | 8 | 8 | 8 | 8 |
| Dauer des ges.Vers. Std. | 8 | 8 | 8 | 10 | 10 | 17 | |
| Zahl der Regen. | 20 | 21 | 22 | 17 | 18 | 6 | |
| Gew.% C$_4$-freier Abstreifer + Gasbi. | 92,4 | 87,8 | 81,1 | 87,7 | 86,2 | 72,0 | 72,7 |
| Rohbilanz | 93 | 93 | 98 | 97,5 | 93,5 | 100 | 100 |
| Eigenschaften des nicht stab. Abstreifers: | | | | | | | |
| Spez.Gewicht/20° | 0,766 | 0,774 | 0,773 | 0,796 | 0,800 | 0,797 | 0,796 |
| Anilinpunkt | 13,5 | 9,0 | 4,0 | 1,0 ber. | 3,0 ber. | -10,0 ber. | -2,0 ber. |
| Siedebeginn °C | 50 | 42 | 35 | 47 | 75 | 45 | 32 |
| % -70 | 3,8 | 6,0 | 11,0 | 4,5 | - | 8,5 | 32 |
| % -100 | 30 | 32 | 38 | 20,0 | 12 | 23,5 | 27 |
| % -120 | 53 | 55 | 58 | 49,0 | 40 | 44 | 50 |
| % -150 | 79,5 | 80,0 | 82,5 | 76,0 | 75 | 74 | 78 |
| % -160 | 85,5 | 88,0 | 89,0 | 84,0 | | 81 | 84 |
| % -180 | 95,0 | 94,5 | 95,0 | 92,5 | 92,5 | 88 | 96,5 |
| Endpunkt | 200/97 | 191/97 | 198/97 | 197/95,5 | 200/95,5 | 248/94 | 215/95 |
| % Aromaten | 48 | 52,5 | 57 | 61 | 59,5 | 70 | 63 |
| Jodzahl | | | 4,7 | 4,8 | 10,3 | 5,6 | 6,8 |
| Ofen | 306 | | | 303 | | 304 | |
| Datum | 22.10.42 | 23.10.42 | 24.10.42 | 9.2.43 | 10.2.43 | 15./16.2.43 | |

1) Kontakt durch diesen Dauerversuch (ev.z.T. auch schon durch frühere Dauerver
späterer Eichversuch mit ungar. Erdölschwerbenzin bewiest (Vgl. Bericht Dr.R

Versuchsergebnisse.

| P 1543 v. 26.1.43 >90° | | | | | | | P 1543 v.26.1. >90° vorraffin. bei 250 atm: Ofen 316 v. 23.- 25.2. 43. | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| 829/10 mm → 7360 Fab 1577-1638 | | | | | 7935 F 535 - 574 + 580 - 654 + 735 - 770 → | | | | |
| 10 | 20 | | 20 | 10 | 10 | | 20 | | 10 |
| 4 500 → 544 | 505 → 550 1) | | 527 → 547 | 525 → 540 | 484 → 535 | | 495 → 500 | | 494 → 510 |
| 0,5 | 0,5 | | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0,5 | 0,5 | | 0,5 |
| 1,0 | 1,0 | | 1,0 | 1,0 | 1,0 | 1,0 | 1,0 | | 1,0 |
| 8 | 8 | 8 | 8 | 8 | 8 | | 8 | 8 | 8 |
| 10 | 17 | | 10 | 10 | 18 | | 15 | 18 | |
| 18 | 6 | | 7 | 8 | 6 | | 4 | 3 | |
| 86,2 | 72,0 | 72,7 | 66,5 | 79,6 | 91,4 | 86,0 | 86,9 | 85,8 | 90,2 |
| 93,5 | 100 | 100 | 98,5 | 99 | 96 | 96,5 | 94 | 95 | 93 |
| 0,800 | 0,797 | 0,796 | 0,802 | 0,800 | 0,804 | 0,800 | 0,794 | 0,800 | 0,798 |
| [redacted] | 0 ber. | -2,0 ber. | -9,0 ber. | 1,5 ber. | -1,0 ber. | -6,0 ber. | 0,5 ber. | -2,0 ber. | 0,0 ber. |
| | | 32 | 35 | 47 | 61 | 53 | 46 | 52 | 50 |
| | | 32 | 8,5 | 4,0 | 1,5 | 3,0 | 4,5 | 3,0 | 2,0 |
| | | 27 | 23 | 16,0 | 15,0 | 20,5 | 19,0 | 15 | 14 |
| | | 50 | 43 | 38 | 43,0 | 42,5 | 49,0 | 41 | 40 |
| | | 78 | 75 | 72 | 76,5 | 73,5 | 80,0 | 78,5 | 76,0 |
| | 61 | 84 | 82 | 81 | 86,0 | 81,5 | 86,0 | 88 | 84,5 |
| 92,5 | 88 | 96,5 | 89 | 91 | | 92,0 | 93,0 | 95,5 | 94,0 |
| 5 200/95,5 | 248/94 | 215/95 | 251/94 | 250/96 | 194/97,5 | 225/96,5 | 200/97,5 | 200/98 | 200/97 |
| 59,5 | 70 | 63 | 69 | 60 | 62,5 | 66,5 | 62,5 | 64 | 62 |
| 10,3 | 5,6 | 6,8 | 7,3 | 11,5 | | | | | |

303 → 304 → 307 →

10.2.43 | 15./16.2.43 | 17.2.43 | 18/19.2. | 16./17.3. | 14.3. | 12.3.

on durch frühere Dauerversuche) stark geschädigt, wie
ewiesen (Vgl. Bericht Dr. Rtz. v. 11.10.43)