Hochdruckversuche
Lu 558

DHD ①

27. Januar 1941 No/N

Zurück an
Wissenschaftl. Dir. Dr. Pier

Dehydrierung von CV_2b mit Kontakt 7360 im 100-L-Ofen

Zusammenfassung:

Nach einem 11-Stunden-Versuch im 100-Ltr-Ofen mit nachgeschaltetem Raffinationsofen läßt sich CV_2b mit einer Ausbeute an C_4-freiem Produkt von 85,2 % unter Neubildung von etwa 10-15 % -100° auf einen Aromatengehalt von ca 85% dehydrieren. Das auf 165° redestillierte Anfallprodukt (2 % Redestillationsrückstand) wurde sowohl mit Leichtbenzin aus Steinkohlenteer wie auch mit VT 705 auf 50% Aromaten gestellt. Beide Mischungen waren testgerecht und ergaben nach Untersuchungen der DVL bei einem Kompressionsverhältnis von 6,5 und einer Ladeluftemperatur von 150°C eine ausgezeichnete Überladekurve. In der folgenden Tabelle sind für verschiedene Luftüberschußzahlen die mittleren Nutzdrucke der Mischungen in Prozenten der entsprechenden Werte für CV_2b angegeben.

Tabelle

		0,9	0,95	1,0	1,1	1,2
p_{me} in % vom p_{me} des CV_2b	Mischung mit Leichtbi	134	136,5	142	137	14
	Mischung mit VT 705	107,5	112	119	133	[illegible]

Versuchsverlauf.

In einem kurzen Versuch von ca 11 Stunden wurde im 100-Ltr-Ofen mit nachgeschaltetem Raffinationsofen CV_2b aus Scholven (4043H) dehydriert. Versuchsbedingungen, Ausbeuten und die wichtigsten Produkteigenschaften sind in der folgenden Tabelle zusammengestellt.

Tabelle

		Ausgangsmaterial
Temperatur °C		
Eingang	533	
Mittel	523	
Raff.Ofen	301	
Gesamtdruck atm	51	
H_2-Druck atm	24	
Durchsatz kg/Ltr x Std.	0,48	
cbm Gas/kg Einspritzung	0,92	
Ausbeute Gas % (Anfallbasis)		
Produkt C_4-frei	85,2	
H_2	0,3	
C_1-C_4	14,3	
Koks	0,09	
Produkt		
spez.Gew.	0,823	0,804
Anilinpunkt °C	- 34	- 7,5
Siedebereich °C	44-200	55 - 169
%-100°	38	24
-150°	89,5	88
-180°	93,0	-
Endpunkt °C	200/95,5	169/98,8
% Aromaten	85	52
Jodzahl	ca 1,7	7,5
Benzin -165° %v.Produkt	96 1)	
spez.Gew.	0,822	
Anilinpunkt	- 34	
%-100	42	
% Aromaten	84	
Jodzahl	1,7	
Oktanzahlen Res.Meth.	108	
Mot.Meth.	92,5	
M.M.+0,12 Pb	97	
cbm Überschußgas/t Einspr.	86,5	
darin % H_2	47	
cbm Prod.Gas/t Einspr.	66,5	
kg gelöstes Gas/t	32,5	
Datum	12/13.11.40 24 - 10h	

1) im Labor bestimmt.

Eine genaue Untersuchung des auf 165° red. Anfallproduktes enthält Anlage 1. In Anl. 2 und 2a sind die Eigenschaften eines ähnlichen Benzins[1] allein und in Mischung mit Leichtbenzin aus Steinkohlenteer und VT 705 zusammengestellt. Das Mischverhältnis ist dabei in beiden Fällen so gewählt, daß das Mischbenzin 50 Vol.% Aromaten enthält. Beide Mischbenzine besitzen einen einwandfreien Bombentest; ihr Verhalten im Überlademotor ist ausgezeichnet. (vgl. Tabelle in der Zusammenfassung).

Gemeinsam mit:

Dr. Donath
Dr. Oettinger
Dr. Hirschberger
Dr. Reitz

gez. Nonnenmacher

[1] Aus der Teilperiode vom 12.11., 4h-13.11. 9h.

Anlage 1

Tag: 12./13.11.40 Produkt: von Ofen 703.
24 Uhr - 9 Uhr

Gesamtanfall	Kolonnenzerlegung:
spez.Gew. 0,823	Benzin -165°C = 96,0 %
	Rückst. >165°C = 4,0 %
Benzin	
spez.Gew. 0,822	
AP I -34,0	
AP II 52	
Benzinleistung	
Jodzahl (177)	

Klopfwerte

Res.	108
Pb	-
Mot.	42,5
Pb	97

Zus.-Setzung:

Paraffine	5,0	%
Naphthene	8	%
Aromaten	84,0	%
Unges.	3,0	%

Siedekurve	Beginn: 40°
- 50	
- 60	1,5
- 70	6,0
- 80	12,0
- 90	22,0
-100	42,0
-110	57,0
-120	70,0
-130	82,5
-140	90,0
-150	94,0
-160	97,0
Ende 166/	18,0
R	0,5
Verlust	1,5

Anlage 2

Ofen 705 v. 12./13.11 4^h - 9^h Produkt red.

	703 v.12./13.11.	Mischungen	mit Leichtbenzin
Produkt	4262 H	4300 H=4262H+ Leichtbi aus Stk.Teer	4301 H= 4262H + VT 705
spez.Gew.	0,846	0,790	0,798
Anilinpunkt I	-40,3	- 4,8	- 4,7
II	+52,2	51,4	52,3
Jodzahl	2,7	2,4	2,8
Doktortest	negativ	negativ	negativ
H_2SO_4 Test	2	-	-
Cu-Streifen/100°	gut	gut	gut
Dampfdruck	0,264	0,398	0,370
Siedebeginn °C	67	56	56
% -70	-	7,5	4,0
-100	33,5 1.)	64,0	47,0
-120	65,0	83,0	72,0
-150	92,0	93,0	93,5
-160	95,0	97,0	97,0
Endpunkt	175/98	166/498	167/98
Rückstand	1,5	1,5	1,5
Verlust	0,5	0,5	0,5
Zusammensetzung			
Paraffine	3,5	17,5	18,0
Naphthene	5,0	27,0	26,0
Aromaten	90,0	54,5	55,0
Unges.KW	1,5	1,0	1,0
Klopfwert			
Mot.	91,5	83	81,5
Mot. +0,12 Pb	100,0	95	95
O_2-Bombentest+Pb	Abfall 10-9,2	ohne	ohne
Gumtest vor	3,9 mg	0,2	0,9
nach	41,7/16,5 mg	33,4/5,3	15,2/7,1
Kupferschale +Pb	5,2	-	-

1) Bei der Redestillation des Anfallprod. sind etwa 6% Anteile 100° verloren gegangen.

Anlage 2 a

Ofen 703 v.12./13.11.40 4043 M dehydr.Faß 170 red.165 4262H.

Anilinpunkt-Fraktionen.

frakt	-75	75-100	100-120	120-140	140-160	160-228	
Gew.%	7,8	33,3	26,2	19,3	8,4	5,0	
spez.Gew.	0,734	0,837	0,866	0,868	0,870	0,900	
		KB: 1:1	KB: 1:1	KB: 1:1	KB: 1:1	KB: 1:1	
Anilinp. I	+16,9	+17,7	+ 8,5 (-57,7x)	+ 7,6 (-59,1x)	+ 8,6 (-57,3x)	+10,6	
Anilinp.II	+52,0	+57,1	+58,2	+58,0	+58,6	+58,0	
Paraffine	35,5	8,0				2,0	
Naphthene	37,0	9,0				2,0	
Aromaten	37,5	83,0	100	100	100	96,0	
in Ges.Prod.							
Paraffine	2,0	2,6	-			0,2	4,8
Naphthene	2,8	2,8	-			-	5,6
Aromaten	3,0	27,9	26,2	19,1	8,4	4,8	89,6

Hochdruckversuche
Lu 558

26. 3. 1943. No/1

DHD (2)

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

Versuche in 100 ccm-Öfen zur Gewinnung von reinen Aromaten insbesondere Toluol aus Xylol und DHD-Rückstand.

In acht in einem Bleibad angeordneten 100 ccm-Öfen wurde eine Reihe von Kontakten, deren Zusammensetzungen in Anlage 1 enthalten sind, auf ihre Eignung zur Herstellung von Reintoluol aus Xylol und DHD-Rückstand bei H_2-Drucken von 10 bis 50 atm untersucht.

Die bei 25 atm H_2-Druck und 527°C mit Xylol erhaltenen Ergebnisse (Feindestillation der Anfallprodukte bei den Herren Dr. Hirschberger und Lajus) sind in Anlage 2 zusammengestellt. Von den beiden Kontakten, die unter diesen Bedingungen die größte Toluolkonzentration ergaben, wurden auch die Anfallprodukte, die unter anderen Versuchsbedingungen sowie mit DHD-Rückstand als Ausgangsmaterial erhalten wurden, genauer untersucht. Die Versuchsbedingungen und Ergebnisse enthält Anlage 3.

Anlage 2 zeigt, daß von den untersuchten Kontakten unter den gewählten Versuchsbedingungen DHD-Kontakt auf Oppauer Tonerde die größte Toluolkonzentration des Anfallproduktes ergibt (40 %). Das durch Feindestillation gewonnene Toluol hat, nach dem Brechungsindex $n_D^{20°} = 1.4970$ zu urteilen, einen hohen Reinheitsgrad. Ein Zusatz von 3% NiO zum DHD-Kontakt auf Oppauer Tonerde bewirkt bei geringem Rückgang der Toluolkonzentration wahrscheinlich eine Verbesserung der Selektivität der Reaktion (weniger % Vorlauf + Benzol bezogen auf erzeugtes Toluol). DHD-Kontakt auf Tonerde Lu gibt eine erheblich geringere Toluolkonzentration als der gleiche Kontakt auf Tonerde Oppau. Jedoch wird der Kontakt durch Zusatz von 10 % 6109 zum Träger erheblich verbessert. Weitere Versuche in dieser Richtung insbesondere entsprechende Zusätze zur Oppauer Tonerde, ev. z.B. Al-Silikat AlF_3, sind geplant.

Anlage 3 zeigt die Druckabhängigkeit der Reaktion. Bei 25 atm H_2-Druck wurden bei gleicher Temperatur höhere Toluolkonzentrationen erzielt als bei 10 und 50 atm. Leider geben die Versuche keinen eindeutigen Aufschluß, bei welchem Druck die Selektivität der Reaktion am größten ist. Die erhaltenen % Vorlauf + Benzol bezogen auf erzeugtes Toluol waren bei dem Kontakt auf Oppauer Tonerde ohne NiO-Zusatz bei 50 atm H_2-Druck, mit NiO-Zusatz dagegen bei 10 atm H_2-Druck am niedrigsten. Bei beiden Kontakten nimmt aber der Vorlauf und damit wahrscheinlich auch die Vergasung bezogen auf erzeugtes Toluol mit steigendem Druck zu. Alles in allem dürfte ein H_2-Druck von 25 atm hiernach vorläufig am aussichtsreichsten sein. Eine Erhöhung der Temperatur von 527 auf 544°C führt überraschend zunächst zu keiner Erhöhung der Toluolkonzentration mehr. Möglicherweise ist aber das sehr schlechte Ergebnis, das mit DHD-Kontakt auf Oppauer Tonerde bei 544°C erhalten wurde, auf eine schlechte Regeneration des Kontaktes zurückzuführen.

./.

Aus dem DHD-Rückstand wurde über die beiden oben genannten Kontakte bei 50 atm H_2-Druck nur wenig Toluol von geringem Reinheitsgrad erhalten (Toluolkonzentration 8,4 bzw. 9,6 %). Etwa doppelt so groß war die Menge des erzeugten Xylols. Eine Analyse, um welches Xylol es sich dabei vorwiegend handelt, wurde nicht durchgeführt; dies soll jedoch bei späteren Versuchen geschehen.

Zusammenfassend kann gesagt werden, daß sich für die Herstellung von Reintoluol aus Xylol von den geprüften Kontakten der DHD-Kontakt auf Oppauer Tonerde am brauchbarsten erwies. Dieser Kontakt kann sicher noch dadurch verbessert werden, daß der Tonerde mit Flußsäure behandelte Terrana oder Aluminiumsilikat und insbesondere Aluminiumfluorid zugesetzt und als aktive Komponente außer MoO_3 noch NiO oder dergleichen verwendet wird. Der optimale H_2-Druck liegt anscheinend bei 25 atm oder etwas tiefer. Bei Verarbeitung von DHD-Rückstand auf Toluol und ev. auf Xylol dürfte ein höherer H_2-Druck zweckmäßig sein.

Gemeinsam mit

Dr. Donath
" Reitz
" Rotter
" Hirschberger
D.Ch. Lajus

gez. Nonnenmacher

203

Anlage 1.

Versuche in 100 ccm-Öfen zur Gewinnung von Reintoluol aus Xylol und DHD-Rückstand.

Zusammensetzung der verwendeten Kontakte.

Kontaktnummer	7935 F 137-177	7360 F 1577-1638	9019	9020	9021	9022	9023	9024
Träger	8500 = Tonerde Lu	6922 = Tonerde Oppau	6752 = Al-Silikat	6752	6108 = Terrana	8500	6922	8500 + 10% 6109 = Tonerde Lu + 10% mit HF behandelter Terrana
aktive Komponenten	MoO_3 55g/ Ltr.	MoO_3 55 g/ Ltr.	MoO_3 55g/ Ltr.	WoO_3 100 g/Ltr.	MoO_3 55g/ Ltr.	NiO 30g/ Ltr.	MoO_3 55g/ Ltr. NiO 3 %	MoO_3 55 g/ Ltr.

Anlage 2.

Versuche in 100 ccm-Öfen zur Gewinnung von reinen Aromaten, insbesondere Toluol aus Xylol (und DHD-Rückstand)

Datum: 7.2. 17-24h

Ausgangsmaterial	techn. Xylol: P 43 v. 24.11.42			Spez. Gew./20°	0,862	Siedebereich	135-143	
				A.P.	-57 ber.	Cl.:	0,029 %	
Versuchsbedingungen:	H_2-Druck atm:		25					
	Temperatur °C:		527					
	Durchsatz kg/lxStd.:		0,5					
	Gas/Öl cbm/kg :		1,0					
	Zyklusdauer Std. :		8					
Ofen	1	2	3	4	5	6	7	8
Kontakt	7935 F.137-177	7360 F.1577-1638	9019	9020	9021	9022	9023	9024
Anfallprodukt:								
% Vorlauf	3,6	3,2	--	--	1,4	--	1,2	2,6
% Benzol	7,8	13,4	7,2	6,2	5,4	8,0	11,8	6,2
% Zwischenlauf	2,4	2,4	2,6	3,2	2,4	3,4	2,0	2,8
% Toluol	25,6	40,0	16,8	13,8	17,4	20,8	35,8	33,0
% Zwischenlauf	4,8	2,4	6,2	6,8	2,2	4,0	2,6	1,0
% Xylol	41,6	27,4	47,4	53,0	59,0	45,8	33,8	40,8
% höhere Aromaten (145-ca.170°)	7,8	5,2	13,4	10,6	8,0	10,6	4,4	9,2
Rückstand	5,6	4,2	6,0	6,2	4,0	6,0	6,6	3,6
Verlust	0,8	1,8	0,6	0,2	0,2	1,4	1,8	0,8
Benzol: $n_D^{20°}$	1.4946	1.4993	1.4891	1.4876	1.4959	1.4880	--	1.4962
Toluol: $n_D^{20°}$	1.4966	1.4970	1.4959	1.4960	1.4951	1.4961	1.4969	1.4968
Xylol: $n_D^{20°}$	1.4987	1.4988	1.4966	1.4970	1.4959	1.4970	--	1.4982

Zum Vergleich: Reinbenzol $n_D^{20°}$: 1.5012 Reintoluol $n_D^{20°}$: 1.4969 O-Xylol n_D = 1.5055 m- " n_D = 1.4974 p- " n_D = 1.4961 n-Hexan $n_D^{20°}$: 1.3750 n-Heptan $n_D^{20°}$: 1.3876 n-Oktan: $n_D^{20°}$: 1.3976

% Vorlauf + Benzol/Toluol + Vorl. + Benzol	32	30,2	32,2	33,6	30,1	30,2	27,6	23,0

Anlage 3.

Versuche in 100 ccm-Öfen zur Gewinnung von reinen Aromaten, insbesondere Toluol aus Xylol und DHD-Rückstand.

Ausgangsmaterial	techn. Xylol: P 43 v. 24.11.42								DHD-Rückstand P 1568 v. 13.2.43 Spez.Gew./20° 0,966 A.P. -50 Siedebeginn 184 % -250°: 73 Endpunkt : 352/99%	
Ofen	2				7				2	7
Kontakt	7360 Faß 1577 - 1638				9023				7360 F.1577-1638	9023
Versuchsbedingungen:										
H_2-Druck atü	10	25	25	50	10	25	25	50	50	50
Temperatur °C	527	527	544	527	527	527	544	527	527	527
Durchsatz kg/1xStd.	0,5	0,5	0,5	0,5	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	1,0	1,0	1,0	1,0
Zyklusdauer, Std.	8	8	8	8	8	8	8	8	8	8
Zahl der Regenerationen	3	1	4	2	3	1	4	2	6	6
Anfallprodukt										
% Vorlauf	--	3,2	3,0	4,0	--	1,2	1,4	4,6	3,0	1,8
% Benzol	2,2	13,4	5,2	8,2	3,0	11,8	8,6	11,0	2,2	3,4
% Zwischenlauf	1,6	2,4	2,4	3,0	2,8	2,0	4,0	3,2	4,0	2,0
% Toluol	6,4	40,0	26,2	39,2	20,0	35,8	35,0	37,8	6,4	8,6
% Zwischenlauf	8,0	2,4	3,8	1,4	1,8	2,6	2,4	1,2	3,4	1,8
% Xylol	70,6	27,4	52,6	28,8	60,2	33,8	43,6	29,0	14,0	17,6
% höhere Aromaten 145°-170°	4,4	5,2	0,0	6,4	8,2	4,4	0,8	3,4	10,6	12,4
% Rückstand	5,4	4,2	5,0	6,2	3,8	6,6	3,4	3,8	56,0	51,6
% Verlust	1,4	1,8	1,8	2,8	0,2	1,8	0,8	6,0	0,4	0,8
Benzol : $n_D^{20°}$	1.4743	1.4993	1.4914	1.4932	1.4777	--	1.4996	1.4966	1.4728	1.4938
Toluol : $n_D^{20°}$	1.4967	1.4970	1.4971	1.4967	1.4969	1.4969	1.4975	1.4969	1.4945	1.4962
Xylol : $n_D^{20°}$	1.4988	1.4988	1.4989	1.4887	1.4988	--	1.4992	1.4989	1.4975	1.4985
% Vorlauf + Benzol/ Toluol + Vorlauf + Benzol	31,2	30,1	25,6	25,2	17	27,6	24,5	30,4	46,2	39,3
Datum 1943	10.2.-15-23h	7.2. 17-24h	11.2.	9.2. 14-22h	10.2. 15-23h	7.2. 17-24h	11.2.	9.2. 14-23h	14.2. 17-1h	14.2. 17-1h

Hochdruckversuche

An das

Reichsamt für
Wirtschaftsausbau,

Berlin W 9.
Saarlandstrasse 128.

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

HOCHDRUCKVERSUCHE 4.11.1942. Hg/Lo.
P/Lu 558.

Toluol aus DHD-Benzin.

In der Anlage geben wir Ihnen ein Kurvenblatt unseres Technischen Prüfstandes Oppau, in dem die Überladekurven eines DHD-Benzins von Pölitz vor und nach Gewinnung des Toluols im Vergleich zu CV_2b RLM dargestellt sind.

Als Ausgangsprodukt diente ein DHD-Benzin aus der laufenden Pölitzer Produktion (Probe 7607 H). Aus diesem wurde die Fraktion 90 - 120° herausgeschnitten und im Kleinversuch in Ludwigshafen unter Aromatenbildung dehydriert. Aus dem Anfall wurde durch Feindestillation das Toluol abgetrennt. Die Vorläufe und Rückstände der beiden Destillationen wurden im Anfallverhältnis zusammengemischt und bilden die Probe 7606 H.

Aus 100 kg DHD-Benzin wurden etwa 12 kg Toluol und 83 kg DHD-Benzin erhalten; die daneben anfallenden Gase sind etwa zur Hälfte als Treibgas verwertbar.

In der folgenden Tabelle ist die Qualität des DHD-Benzins vor und nach der Toluolgewinnung gegenübergestellt.

	Pölitzer DHD-Benzin 7607 H	nach Gewinnung des Toluols 7606 H.
OZ. Motor	80,6	80,9
" " + 0,12 % Blei	92,8	93,0
Aromatengehalt Vol.%	50	50
spez.Gewicht 15°	0,777	0,775
% -100°	51 %	54 %
Endpunkt	160°	161°

Es ergibt sich, dass keine Qualitätsminderung eingetreten ist.

Wir weisen darauf hin, dass auch die zweistufige Dehydrierung den Erfordernissen von Rohstoffen und Endprodukt durch Änderung der Arbeitsbedingungen in jeder Stufe angepasst werden kann. Im vorliegen-

-b.w.-

den Fall wurde von einem normalen DHD-Benzin der Produktion ausgegangen. Es kann aber auch zweckmässig sein, schon in der 1.Stufe in Hinsicht auf die Toluolherausnahme auf einen höheren Aromatengehalt hinzuarbeiten.

Heil Hitler!

I.G.FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

gez. i. V. Simon

Anlage.

Hochdruckversuche DHD (3) 12. 8. 1943. No/Pf.
Lu 558

Verarbeitung von Phenosolvanextrakt und „15%igem Endrückstand Me" aus Phenosolvanextrakt auf reine Aromaten.

Zusammenfassung.

Brüxer Phenosolvanextrakt und „15%iger Endrückstand" aus diesem Extrakt wurden auf 5 bzw. 20 % Rückstand redestilliert [1] und die redestillierten Produkte bei H_2-Drucken von 10 bis 50 atm über DHD-Kontakt in einer und in zwei Stufen auf aromatenreiche Produkte verarbeitet.

Die Versuche zeigen, daß es prinzipiell möglich ist, die Extrakte in Produkte überzuführen, aus denen durch eine Feindestillation ein für die Sprengstoffherstellung brauchbares Reintoluol gewonnen werden kann.

Bei dem redestillierten Gesamtextrakt gelingt dies mit Sicherheit bei der Verarbeitung in 2 Stufen:

1) Raffination bei 50 atm H_2-Druck, 420°C und 0,2 kg/Ltr.xStd. Durchsatz, Zyklusdauer mindestens eine Woche.

2) Dehydrierung des Anfalls oder besser nur der Fraktion 85-120°C bei 10 atm H_2-Druck, 510°C und 0,2 kg/Ltr.xStd., Zyklusdauer mindestens 16 Stunden.

Es erscheint noch fraglich und muß durch weitere Versuche geklärt werden, ob man mit einer Stufe, d.h. durch dehydrierende Raffination bei 10 atm H_2-Druck, 510°C und 0,2 kg/Ltr.xStd., ebenfalls schon zum Ziele kommt.

Bei dem redestillierten Endrückstand Me muß zur Gewinnung von Reintoluol die zwei-Stufen-Fahrweise angewandt werden, wobei in die zweite Stufe zur Erzielung eines genügenden Reinheitsgrades des Toluols zweckmäßigerweise eine enge Fraktion etwa von 85-115° eingesetzt wird. Eine bei diesem Produkt noch zu überwindende Schwierigkeit ist das Auftreten von Polymerisationen in der Vorheizschlange selbst bei Temperaturen unterhalb 325°.

---

1) Bei dem 15%igen Endrückstand konnten nur 80 % abdestilliert werden, der Rest verkokte in der Destillationsblase.

Durch die Raffination und Dehydrierung der beiden Extrakte trat nach etwa 15 Regenerationen eine deutliche irreversible Schädigung des Kontaktes hinsichtlich seiner Verwendung als DHD-Kontakt (Dehydrierung von Schwerbenzinen) ein. Jedoch dürfte diese Schädigung für die Verarbeitung der Extrakte ohne Belang sein.

Im folgenden ist ein teilweise geschätztes Verarbeitungsschema für den gesamten Phenosolvanextrakt aufgrund der Kleinversuche angegeben. Für ein Verarbeitungsschema des Endrückstandes Me reichen die bisherigen Versuchsunterlagen noch nicht aus.

Verarbeitung von Brüxer Phenosolvanextrakt.

1000 kg Brüxer Phenosolvanextrak

Redestillation

50 kg Red.Rückstand — 950 kg Destillat (H dispon. 5,6) - (678 kg C)

Raffination über DHD-Kontakt: 50 atm H_2-Druck [1], 426°C, 0,2 kg /Ltr.xStd.Durchsatz

Zyklusdauer: mindestens eine Woche

H_2-Verbrauch (chem): ca. 39 kg=470 cbm

768 kg Abstreifer Stufe I - (675 kg C)

mit ca. 10% Phenolen (H dispon. 11,4)[2]

Destillation

205 kg - 85°C — 307 kg Fraktion 85-120° — 256 kg 120

DHD 2.Stufe: 10 atm H_2-Druck, 510°C, 0,2 kg/Ltr.xStd.
Zyklusdauer: mind. 60 Std.

18 kg Gas + Koks

289 kg Abstreifer

Feindestillation

139 kg Reintoluol — 118 kg Vorlauf
30 " Nachlauf
148 kg Aromatenleichtbenzin mit ca.78%-100° und ca. 85 % Aromaten

Gesamtprodukt:

139 kg Rheintoluol
353 kg Aromatenleichtbenzin mit ca. 90% -100° und ca. 50 Vol.% Aromaten
256 kg Produkt von 120-300° mit ca. 30% Phenolen und ca. 50 % Aromaten (zur Weitervararbeitung auf reine Xylole und Reintoluol über DHD durch dehydrierende Spaltung)
50 kg Rückstand (für die Sumpfphase)

Über die Reduktion der Phenole in einer ersten Stufe bei 250 atm Druck wird noch besonders berichtet.

---

1) Man kommt wahrscheinlich bereits mit 40 atm H_2-Druck aus.

2) nach Siedekurve und Zusammensetzung des Anfallproduktes und entphenolierten Anfallproduktes geschätzt.

Beschreibung der Versuche.

Es wurden einige Versuche zur Verarbeitung von Brüxer Phenosolvanextrakt und einem Produkt, das in Leuna durch Herausnahme von 85 % niedriger siedender Phenole aus diesem Extrakt anfällt, bei H_2-Drucken von 10 bis 50 atm ausgeführt.

Die Analyse der beiden Extrakte vor und nach der Redestillation sind in Anlage 1 enthalten. Die Extrakte wurden redestilliert, da sie merkliche Mengen von Asche enthielten. Bei der Redestillation des 15%igen Endrückstandes wurden nur etwa 80% Destillat erhalten; der Rest blieb als Koks in der Destillationsblase zurück.

Die gesamten Versuchsbedingungen und Ergebnisse enthalten die Anlagen 2-7.

Es wurde ein 1000 ccm DHD-Ofen und guter DHD-Kontakt auf Ludwigshafener Tonerde verwendet (Temperaturnote 95, Ausbeutenote 105, Spaltungsnote 105).

1. Versuche mit redestilliertem Gesamtextrakt.

Es wurde zunächst versucht, den Extrakt in einer Stufe auf Aromaten zu verarbeiten (Anlage 2). Die Versuche wurden bei 25 atm H_2-Druck und Temperaturen von 426, 476 und 510°C ausgeführt. Der Durchsatz betrug 0,4 kg/Ltr.xStd., die Zyklusdauer 8 Std.. Das Anfallprodukt enthält bei 426°C Reaktionstemperatur noch ca. 26 % Phenole, bei 476°C dagegen nur noch 2,2 % und bei 510°C 0,6 %. Der Aromatengehalt des Benzins -170°C beträgt bei 426°C ca. 71 %, bei 476°C ca. 75 % und bei 510°C ca. 82,5 %. Bei Temperaturen bis zu ca. 480°C tritt mithin unter den gewählten Bedingungen eine merkliche Aufhydrierung ein. Die Gasbildung ist gering. Bei 510°C wurde eine Vergasung von 2,3 % bezogen auf Einspritzung erhalten. Die gebildeten Koksmengen wurden nicht bestimmt, ebenso wurde kein Versuch über Abklingen der Kontaktaktivität durchgeführt. Leider unterblieb auch versehentlich eine Feindestillation des bei 510°C erhaltenen Anfallproduktes. Aufgrund der Untersuchung eines ähnlichen Produktes aus der zweistufigen Fahrweise ist es jedoch wahrscheinlich, daß durch Feindestillation ca. 20% Toluol von verhältnismäßig gutem Reinheitsgrad aus obigem Produkt gewonnen werden kann [1]. Bemerkt sei noch, daß ein störungsfreies Fahren bei diesen und den folgenden Versuchen nur möglich war, wenn die Temperatur der Aufheizschlange nicht höher als ca. 330° gewählt wurde. Andernfalls trat nach kurzer Zeit wahrscheinlich durch Polymerisation des Einspritzproduktes Verstopfung in der Schlange ein.

---

1) Bei nicht völlig ausreichendem Reinheitsgrad des Toluols für Sprengstoffzwecke könnte eine Verbesserung durch Verringerung des Durchsatzes erzielt werden.

In einer zweiten Reihe von Versuchen wurde der red. Gesamtextrakt in zwei Stufen verarbeitet. In der ersten Stufe wurde er bei 50 atm H_2-Druck, 426°C und 0,2 kg/Ltr.xStd. mit und ohne CS_2-Zusatz in einer längeren Versuchsperiode raffiniert (Anlage 3). Es wurde ein Anfallprodukt mit etwa 10% Phenolen und ca. 60 Gew.% Aromaten - 170°C erhalten. Ein Abklingen der Kontaktaktivität trat innerhalb einer Versuchsdauer von 4 Tagen nicht ein. Ein eindeutiger Einfluß des CS_2-Zusatzes konnte nicht beobachtet werden. Jedoch bedarf dieses Ergebnis der Nachprüfung (vergl. 2). In der zweiten Stufe wurde sowohl das gesamte Anfallprodukt als auch die Fraktionen 85 - 115° und > 115° bei 10 und 20 atm H_2-Druck und 510 und 527°C in 4 - 12 Std.-Zyklen unter geringen Gasverlusten dehydriert und die Anfallprodukte feindestilliert (Anlage 4). Aus der Fraktion 85 - 115° erhält man im Unterschied zu der Fraktion > 115° erwartungsgemäß eine Toluolfraktion von Sprengstoffqualität.

Das aus dem Gesamtprodukt gewonnene Toluol besitzt einen für Sprengstoffzwecke wahrscheinlich nicht ganz ausreichenden Reinheitsgrad; bemerkt sei jedoch, daß durch eine geringe Änderung der gewählten Fahrbedingungen (Verringerung des Durchsatzes, Senkung des H_2-Druckes von 20 auf 10 atm) eine Verbesserung des Reinheitsgrades erzielt werden kann.

2. Versuche mit redestilliertem 15%igem Endrückstand.

Die Verarbeitung wurde in zwei Stufen (Raffination und anschließende Dehydrierung) durchgeführt. In der ersten Stufe wurde bei 50 atm H_2-Druck, 426°C und 0,2 kg/Ltr.xStd. ein Anfallprodukt erhalten, das je nachdem ob mit oder ohne CS_2-Zusatz gefahren wurde, ca. 1 bzw. 7 % Phenole enthielt.(Anlage 5). CS_2-Zusatz scheint mithin bei diesem Produkt, soweit sich dies aus den wenigen orientierenden Versuchen schließen läßt, einen günstigen Einfluß hinsichtlich der Phenolreduktion zu haben. Nach einer Versuchsdauer von etwa 7 Tagen, innerhalb der kein Kontaktabklingen beobachtet werden konnte, mußte die Vorheizschlange wegen Druckdifferenz ausgebaut werden. Sowohl sie als auch der Ofeneingang hatte einen erheblichen Koksansatz (Analyse Anl. 5). Der Kontakt wurde nach Einbau einer neuen Schlange und Absieben von Koksbrocken regeneriert und erneut verwendet.

In der 2. Stufe wurde das gesamte Sammelprodukt bei 20 atm H_2-Druck, 510 und 527°C und 0,5 kg/Ltr.xStd. in zwei 8 Stunden-Zyklen dehydriert (Anlage 6). Das bei 527°C dehydrierte Anfallprodukt enthielt 77 Gew.% Aromaten - 170°. Durch Feindestillation dieses Produktes wurden ca. 25,5 Gew.% Toluol erhalten, das einen Reinheitsgrad von nur etwa 91 % besaß. Durch Dehydrierung des gesamten Sammelproduktes kann demnach wahrscheinlich kein Toluol von Sprengstoffqualität gewonnen werden. Jedoch erscheint es aussichtsreich, aus dem Sammelprodukt erst die Fraktion 85 - 115° herauszuschneiden und diese Fraktion zu dehydrieren.

3. Abklingen der Kontaktaktivität.

Durch die raffinierende und dehydrierende Verarbeitung der phenolhaltigen Extrakte tritt eine Dauerschädigung des verwendeten Kontaktes für die Dehydrierung von Schwerbenzinen ein. In Anlage 7 sind die Ergebnisse aufgeführt, die bei der Dehydrierung eines Erdölschwerbenzins vor der Verarbeitung der Extrakte sowie nach 13 und nach 17 mit diesen Extrakten gefahrenen Versuchszyklen erhalten wurden. Der Aromatengehalt des Anfallproduktes fällt von 71,5% auf 63 % bezw. 59 % ab.

Gemeinsam mit:

Dr. Donath
" Reitz
" Rotter
" Hirschberger
Dipl.-Chem. Lajus.

gez. Nonnenmacher

Anlage 1.

Untersuchung der Extrakte.

Ausgangsmaterial	Phenosolvanextrakt (gesamt) P 1566 v. 22.1.43		15%iger Endrückstand P 1566 Endrückstand v. 15.3.43	
	100 %	95% Destillat	100 %	80% Destillat
Gew.% Asche	0,17		0,32	
" Phenole		93,8		
Spez. Gew./20°	1,122	1,106	100°: 1,130	150°: 1,140
Siedebeginn	182	120	250	254
% - 200°	10	15	--	--
% - 250°	67,5	74	--	--
% - 275°	93	97	60	70
Endpunkt	277	286	290	348
% Rückstand	2,7	1,5	18 (fest)	2,0
% C		71,33		68,57 2)
% H		6,75		6,79 2)

1.) Rückstand in der Destillationsblase verkokt.

2) Mittelwert aus zwei Bestimmungen: C: 68,18 H: 6,74 / C: 68,18 H: 6,84

Anlage 2.

Verarbeitung des red. Phenosolvanextraktes (gesamt) in einer Stufe.

Kontakt	7935 : Faß 535-574 + 580-654 nachgetr. + 725-776 (1:1:1) Temperaturnote: 95 Ausbeutenote: 105 Spaltungsnote 105			
Ausgangsmaterial	P 1566 v. 22.1. red. am 20.3. auf 95% Destillat			
Zahl der Regenerationen	8 1)	19 2)	9	10
H_2-Druck atm	25	50	25	25
Temperatur °C	426	426	476	510
Durchsatz kg/Ltr.xStd.	0,4	0,2	0,4	0,4
Gas/Öl cbm/kg	1,25	2,5	1,25	1,25
Zyklusdauer	8	8	8	8
% P 471	0	2	0	0
% Vergasung/stab.Anfall + Vergasung.	—	—	—	2,3
Anfall: Spez.Gew./20°	0,910	0,874	0,860	0,860
Siedebeginn °C	71	70	76	75
% - 100°	25	31	48	44
" - 150°	54	65	83	80
" - 180°	65	74	88	84
" - 200°	83	85	89	86
Endpunkt/%	298/96,5	310/97	325/98	340/95
% Phenole	25,8	3,8	2,2	0,6
entphenoliert:				
Spez. Gew./20°	0,854	0,840 ?	0,855	0,860
Anilinpunkt	-29 ber.	—	-53,0 ber.	-43,0 ber.
Anilinpunkt I -170°	-23 "	-14"	-32,0"	-39,0"
" II -170°	—	+39	+35,0	+40,0
% Aromaten -170°	ca.71	63	ca. 75	ca. 82,5
Anilinpunkt >170°	- 37	—	-47,0 ber.	-50,0 ber.
Ofen 307 Datum 1943	20/21.III.	11.4. 16-24h	22.3.	23.3.

1) über Kontakt vorher Schwerbenzine dehydriert.
2) vergl. zweistufige Verarbeitung.

Anlage 4.

Verarbeitung des redest. Phenosolvenextraktes (gesamt) in zwei Stufen.

2. Stufe.

Ausgangsmaterial	Sammelprodukt Ofen 307 v.11.4. 16h-15.4. 18h Spez.Gew./20° 0,849 Phenole 10,7% Anilinp.-8,0 ber. Siedebereich: 70-318 %-100°:45,5 -200°: 87,0 entphenoliert: Ap -12,0 ber. Ap-/>170°: 10,5/-21,5 ber. % Arom.-170°: ca.60 Ap II-170°.38,5	Sammelprodukt Ofen 307 v.11.4. 16h-15.4. 18h Fraktion 85°-115°: 37,2 % Siedeber.:86-122 - 100 : 65,5 - 110 : 91,5 - 115 : 96,0	Sammelprodukt Ofen 307 v.11.4. 16h-15.4. 18h Fraktion -115°: 35,2 % Spez.Gew./15° 0,937 Anilinpunkt: -13,4 ber. Siedebereich: 114-299 %-140: 20 -180: 57
Zahl der Regenerationen	22	23	24
H_2 - Druck atm	20	10	10
Temperatur °C	527	510	510
Durchsatz	0,5	0,2	0,2
Gas/Öl cbm/kg	1,0	1,0	1,0
Zyklusdauer Std.	5 1/2	11	8
% Vergasung/stab.Anfall + Vergasung	ca. 3	ca. 5,5	2,8
Feindestillation:	Feindestillation	Podbi	Podbi
% Vorlauf	17,2	5,6	4,4
" 79-81 (Benzolfr)	25,9	34,2	15,6
" 81-109	6,5	2,4	1,2
"109-109,9	2,6	48,6 + 2,4	19,8
"109,9-111 (Toluolfr.)	22,4		
"111-135	4,3	3,2 + 2,2	1,4
" 135-137	4,5	0	23,2
" 137-138	2,9		
Rü	10,5	5,0	34,2
Verlust	3,2	1,0	0,2
Benzolfraktion: Spez. Gew./15°	— 1,4912	— —	— —
Toluolfraktion Spez.Gew./15°	0,868 1,4958	0,8675 1,4972	0,865 1,4938
Xylolfraktion Spez.Gew./15°	— —	— —	0,8665 1,4949
Ofen 307 Datum	20.IV. 15-1830	22.4. 14-1h	23/24.4. 21-5h

Anlage 5.

Verarbeitung des 15%igen Endrückstandes aus dem Phenosolvanextrakt (redest. auf ca. 80 % Destillat) in zwei Stufen

1. Stufe.

Ausgangsmaterial	P 1566 End-Rückstand Me redest. am 24.3. auf ca. 80% Destillat (Rest verkokt !)															
Zahl der Regenerationen		12				13						14				
H_2-Druck atm		50				50						50				
Temperatur °C		426				426						426				
Durchsatz kg/Ltr. x Std.		0,4			0,2			0,4				0,2				
Gas/Öl cbm/kg		1,25			2,5			1,25				2,5				
Zyklusdauer Std.		52				28						80				
% P 471	0	2				2						0				
Anfall: Spez. Gew./20°																
Anilinpunkt	-9,0 ber.	-8,0 ber.	1,0 ber.	1,0	4,5	2,0	-4,0	-5,0 ber.	-6,0 ber.	-4,0 ber.	-2,0 ber.	-5,0 ber.	-3,0 ber.	-7,5 ber.	-6,0 ber.	Ansatz in der Schlange: ca. 95% Asche Ansatz am Ofeneingang : " 45,0% Asche Kontakt nach Einbau einer neuen Schlange regeneriert.
Siedebeginn						88	75			72					68	
% - 100°						20,5	14,0			5,5					14,0	
% - 150°						82,0	52,0			70					63,0	
% - 180°						90,0	64,0			80					74,0	
% - 200°						92,0	74,5			85					80,0	
Endpunkt/%						280/98	342/98			350/96,5					330/94	
% Phenole	14,9	18,0	20,1	0,87	0,81	0,75	29,7	7,0	5,3	--	10,6	7,1	6,7	5,9	10,3	
Ofen 307																
Datum 1943	26/27.3. 1-7h	27.3. 7-13h	27.3. 13-19h	28.3. 20-3h	28/29.3. 3-9h	29.3. 9-15h	29.3. 19-24h	31.3. 10-18h	31.3. 19-2h	31.3./1.4. 3-10h	1.4. 10-18h	1.4. 18-2h	1/2.4. 2-10h	2.4. 18-2h	2/3.4. 2-18h	

Anlage 6.

Verarbeitung des 15%igen des aus dem Phenosolvanextrakt (redest. a % Destillat)

in Ems

2. Stufe

Ausgangsmaterial	Sammelprodukt Ofen 307 v. 28.3. 20h-29.3. 15h + 31.3. 10h - 3.4. 18h Spez. Gew./20°: 0,844 Anilinp. - 2,0 ber. % Phenole: 6,5 Siedebereich: 78-347 %-100:13 %-150: 66 % -200: 84 entphenoliert: Spez.Gew./20° 0,830 Anilinpunkt - 6,0 ber. Anilinpunkt -170/> 170° -1,0 ber./-15,0 ber. Anilinpunkt II -170°: 43,5 % Aromaten -170°: 56,0	
Zahl der Regenerationen	17	18
H_2-Druck atm	20	20
Temperatur °C	510	507
Durchsatz kg/Ltr.x Std.	0,5	0,5
Gas/Öl cbm/kg	1,0	1,0
Zyklusdauer Std.	8	8
% Vergasung/stab.Abstreifer + Vergasung	--	4,6
Anfallprodukt		
Spez.Gew./20°	0,845	0,850
Anilinpunkt	-23,0 ber.	-30,0 ber.
Anilinpunkt -1 />170	-17,0 ber./-45,0 ber.	-28,0 ber./-52,0 ber.
Anilinpunkt II -170°	+ 43,5	+ 44
Aromaten - 170°	67	77
Siedebeginn °C	81	83
% - 100	9	18
% - 150	76,5	78
% - 200	89,0	91
Endpunkt / %	327 / 97,5	325 / 97
Feindestillation		
% Vorlauf		14,9
% 79-81 (Benzolfraktion)		6,6
% 81-109		10,5
%109-111 (Toluolfraktion)		25,5
% 111-135		9,2
% 135-136 (Xylolfraktion)		4,5
Rückstand		25,4
Verlust		3,4
$n_D^{20°}$ Benzolfraktion		1,4782
" Toluolfraktion		1,4890
" Xylolfraktion		1,4949
Ofen 307		
Datum	9.4. 10-18h	1..4. 9-17h

Aktivität des DHD-Kontaktes vor und nach der Verarbeitung des Phenosolvanextraktes.

Kontakt	7935 Faß 335-574 + 580-654 nachgetr. + 735-776 (1;1) Temperaturnote 95 Ausbeutenote 105 Spaltungsnote 105						
Testprodukt	P 1518 Schwerbenzin v. 30.XI.42: Spez.Gew. 0,768 AP I/II 39/59 Siedebereich 107-176						
Versuchsbedingungen							
H_2-Druck atm				20			
Temperatur °C				510			
Durchsatz kg/Ltr. x Std.				0,5			
Gas / Öl cbm/kg				1,0			
Zyklusdauer				8			
Zahl der Regenerationen	2		15	16		20	21
Ausbeute (für Bilanz 100)							
Gew.% stab.Abstreifer	78,8		—	88,6		—	89,9
" Gas C_1-C_4	20,8		—	11,2		—	9,9
" Koks	(0,4)		—	(0,2)		—	(0,2)
Rohbilanz	96		—	100		—	89
Produkteigenschaften							
Spez.Gew./20°	0,800		0,786	0,794		0,792	0,796
Anilinpunkt	-11,5 ber.		2,0	1,0 ber.		0,8	1,0 ber.
Siedebeginn	41		41	41		76	58
% - 100	21		15	14		12	16
% - 150	85		84	80		83,5	83,5
% - 160	90,5		90	90		-	-
% - 180	93,5		94	94		95	95
Endpunkt	198/96		213/97,5	186/96,5		217/98	212/97
% Aromaten	72,5		58,1	63,0		59	59
Ofen 307							
Datum	10.3.		6/7.4.	7/8.4.		17.4.	19.

1) Dehydrierung von Schwerbenzinen: 5 Regenerationen
2) Verarbeitung von P 1566 red. : 4 ") Zwischendurch
3) " " P 1566 Rückstand Me red. : 4 ") Schlange zweimal ausgebaut

1) Dehydrierung des Sammelproduktes der 1.Stufe aus D 1566-Rückstand Me red. : 3 Regen.
2) Dehydrierung v. P 1566-Rückstand Me red. : 1 Regen.

Anlage 7.

Aktivität des DHD-Kontaktes vor und nach der Verarbeitung des Phenosolvanextraktes.

Kontakt	7935 Faß 535-574 + 580-654 nachgetr. + 735-776 (1;1) Temperaturnote 95 Ausbeutenote 105 Spaltungsnote 105					
Testprodukt	P 1518 Schwerbenzin v. 30.XI.42: Spez.Gew. 0,768 AP I/II 39/59 Siedebereich 107-176					
Versuchsbedingungen						
H_2-Druck atm			20			
Temperatur °C			510			
Durchsatz kg/Ltr. x Std.			0,5			
Gas / Öl cbm/kg			1,0			
Zyklusdauer			8			
Zahl der Regenerationen	2	15	16		20	21
Ausbeute (für Bilanz 100)						
Gew.% stab.Abstreifer	78,8	—	88,6		—	89,9
" Gas C_1-C_4	20,8	—	11,2		—	9,9
" Koks	(0,4)	—	(0,2)		—	(0,2)
Rohbilanz	96	—	100		—	89
Produkteigenschaften						
Spez.Gew./20°	0,800	0,786	0,794		0,792	0,796
Anilinpunkt	-11,5 ber.	2,0	1,0 ber.		0,8	1,0 ber.
Siedebeginn	41	41	41		76	58
% - 100	21	15	14		12	16
% - 150	85	84	88		83,5	83,5
% - 160	90,5	90	90		-	-
% - 180	93,5	94	94		95	95
Endpunkt	198/96	213/97,5	186/96,5		217/98	212/97
% Aromaten	72,5	58,1	63,0		59	59
Ofen 307						
Datum	10.3.	6/7.4.	7/8.4.		17.4.	19..

1) Dehydrierung von Schwerbenzinen: 5 Regenerationen
2) Verarbeitung von P 1566 red. : 4 ")Zwischendurch
3) " P 1566 Rückstand Me red. : 4 ")Schlange
")zweimal ausgebaut

1) Dehydrierung des Sammelproduktes der 1.Stufe aus P 1566-Rückstand Me red. : 3 Regen.
2) Dehydrierung v. P 1566-Rückstand Me red. : 1 Regen.

Hochdruckversuche
Lu 553

D4D - (4)
Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

14. April 1942 Sgt./Eb

Technischer Versuch in 1 cbm DHD-Apparatur Ka-504 zur Herstellung von Toluol durch Dehydrierung von DHD-Abstreiferprodukt.

(Vorläufige Zusammenstellung).

Als Ausgangsprodukt diente die Fraktion 70-120° aus DHD-Abstreiferprodukt Pölitz, die etwa 35-40% vom Gesamtabstreifer ausmachte. Die Analysen dieser Fraktion und der durch 30g- Extraktion gewonnenen Zerlegungsprodukte wurden wie folgt gefunden:

	Gesamtprodukt	Raffinat (Restbenzin)	Extrakt
Spez.Gew. b.15°C	0,791	0,712	0,871
Anilinpunkt I	-3,6	+55,5	-63,5x
" II	+56,8	+57,4	
A.S.T.M.-Kurven:			**Podbielniak-Dest.**
Beginn	54°	50°	Siedebeginn 68°
Vol.% - 60	1,0 %	1,8 %	
- 70	2,5 %	11,0 %	Vorlauf = %
- 80	11,0 %	34,0 %	
- 90	34,0 %	62,0 %	**Benzol** = 15,2 %
-100	54,5 %	82,0 %	
-110	86,0 %	93,0 %	Zwischen-
-120	96,0 %	96,5 %	fraktion = 5,2 %
Endpunkt °C/%	122° /97,5%	122°/97,8%	
Rückstand %	1,0 %	1,4%	**Toluol** = 71,4 %
Verlust %	1,5 %	0,8%	
Paraffine Gew.%	24,0	57,0	115-119° = 1,0 %
Naphthene " %	18,0	40,5	**Xylol** = - %
Aromaten " %	57,5	2,5	
Unges.KW " %	0,5	-	höher.Arom. = 4,8 %
Klopfwerte:			Verlust = 2,4 %
Res.M.		66,5	
M.M.		67,4	
M.M.+0,12% Pb		67,9	

Es errechnet sich hiernach in der für den nachfolgenden Versuch als Ausgangsprodukt dienenden Fraktion 70-120° des Gesamtabstreifers der Pölitzer DHD-Kammer eine Toluol-Konzentration von etwa 41 Gew.%.

Das Produkt wurde als solches in unserer 1 cbm DHD-Versuchsapparatur über Kontakt 7360 nochmals dehydriert. Der Druck wurde zu 40 atm im Kammerausgang (Produktabstreifer) gewählt. Der Durchsatz wurde mit 0,32 bis 0,20 kg/m³ Reaktionsraum variiert, die Kreislaufgasmenge betrug 1,50 bis 1,75 m³/kg Einspritzung. Das Anfahrgas bestand aus 25-20% H_2 und 75-80% N_2 und wiese eine Dichte von 0,8-0,9 kg/m³ auf. Während der Dehydrierung bei Betriebszeiten von 43-25 Std. zeigte die Gasdichte

20165

keinen Anstieg, sondern ging auf 0,72-0,65 kg/m³ zurück. Die im Einzelnen erhaltenen Versuchsergebnisse sind in der nachstehenden Tabelle V zusammengestellt. Aus den Zahlen geht hervor, daß man bei einem Durchsatz von 0,80 und einer Betriebsdauer von etwa 25 Std. mit etwa 79% Ausbeute an C_4-freiem Abstreifer ein Produkt mit 89 Gew.% Aromaten erhält. Bei höheren Durchsätzen und längeren Betriebszeiten geht die Ausbeute zurück. Die Koksmenge ist wie zu erwarten, relativ hoch. Dementsprechend lagen die Regenerationszeiten zwischen 18-26 Stunden.

Die Abstreiferprodukte wurden in 3 Kesselwagen gesammelt. Bei der Zerlegung durch Feindestillation in einer 3 m langen Laborkolonne, von Proben der 3 Kesselwagen wurde, wie in der Tabelle II angegeben, 51-52,7 % des Produktes als Toluolfraktion erhalten, die nach spez. Gewicht, Brechungsindex und Siedekurve den Anforderungen an Reintoluol entspricht. Die technische Destillation des Produktes mit anschließender Untersuchung des Vor- und Nachlaufes wird z.Zt. durchgeführt.

gez. Süsenguth
" Simon

Mitarbeiter:
Dr. Hirschberger/Lajus
" Dehn

Tabelle I

Versuchsbedingungen und Versuchsergebnisse.

Betriebsperiode der Kammer:	159	160	166-168 x)	161
Betriebsbedingungen:				
Betriebsstunden	43	32	25	20
mittl. Temp. Ofen 1 NF	27,7-28,7	27,0-27,4	27,0-27,0	26,2-26,3
" " " 2 "	28,1-28,0	27,7-28,0	27,5-27,9	27,4-27,6
" " " 3 "	28,4-28,5	27,7-28,0	27,6-28,0	27,2-27,3
" " " 4 "	12,0-12,5	12,5	12,5	12,5-12,9
Ka Druck Eingang	46 atm	46 atm	44 atm	44 atm
" " Ausgang	40 "	40 "	40 "	40 "
Durchsatz	0,32	0,22	0,20	0,19
Gas/kg Einspritzung	1,5	1,75	1,75	1,75
Betriebsergebnisse: (Bilanz)				
% C_5-freier Abtreiber einschl. Gasbenzin	77,5	78,7	78-79	79,4
% H_2	0,1	0,1	0,1	0,1
% KW-Vergasung	21,4	20,2	21,3-20,3	19,6
% Koks	1,0	1,0	0,6	0,9
Abtreiberprodukt:				
spez. Gew. b. 15°	0,833	0,840	0,839	0,830
Anilinpunkt I °C	-36,1 x	-38,2 x	-40,4	-36,2
" II °C	+56,6	+54,6	+59,9	+59,1
Gew.% Aromaten	81,0	88,0	89,5	87,0
Siedekurve: Beginn	44°C	43°C	47°C	43°C
% - 70	5,0	5,0	4,0	10,0
-100	42,5	42,5	42,0	43,5
-120	91,0	91,5	92,0	91,5
-140	94,5	94,5	96,0	95,0
-150	95,0	95,0	97,0	-
Endpunkt °C/%	213°C/97,3%	170°C/96,0	165°C/98,0%	145°C/95,8%

x) Neue Kontaktcharge

Tabelle II

Feindestillation des Abstreiferproduktes

Kesselwagen No. 514 425	Kesselwagen No. 514 885	Kesselwagen No. 515 632
Zerlegung:	**Zerlegung:**	**Zerlegung:**
Vorlauf 35,8 %	Vorlauf 35,2 %	Vorlauf 35,8 %
Toluol 52,4 %	Toluol 52,7 %	Toluol 51,2 %
Rückstand 9,6 %	Rückstand 10,2 %	Rückstand 9,5 %
Verlust 2,2 %	Verlust 1,9 %	Verlust 3,5 %
Toluol-Frakt.	**Toluol-Frakt.**	**Toluol-Frakt.**
Spez.Gew.+15° 0,8705	Spez.Gew.+15° 0,8700	Spez.Gew.+15° 0,8706
N.D.+20° 1,4972	N.D.+20° 1,4968	N.D.+20° 1,4972
Siedekurve n/Krämer-Spilker	Siedekurve n/Krämer-Spilker	Siedekurve n/Krämer-Spilker
Siedebeginn 109.7°	Siedebeginn 109,9°	Siedebeginn 109,9°
5 cm³ 110,3°	5 cm³ 110,3°	5 cm³ 110,3°
10 " 110,4°	10 " 110,3°	10 " 110,4°
15 " 110,4°	15 " 110,4°	15 " 110,5°
20 " 110,4°	20 " 110,4°	20 " 110,5°
25 " 110,4°	25 " 110,5°	25 " 110,5°
30 " 110,4°	30 " 110,5°	30 " 110,5°
35 " 110,4°	35 " 110,5°	35 " 110,5°
40 " 110,4°	40 " 110,5°	40 " 110,5°
45 " 110,4°	45 " 110,5°	45 " 110,5°
50 " 110,4°	50 " 110,5°	50 " 110,5
55 " 110,4°	55 " 110,5°	55 " 110,6°
60 " 110,4°	60 " 110,5°	60 " 110,6°
65 " 110,4°	65 " 110,6°	65 " 110,6°
70 " 110,5°	70 " 110,6°	70 " 110,6
75 " 110,5°	75 " 110,6°	75 " 110,6°
80 " 110,6°	80 " 110,6°	80 " 110,7°
85 " 110,6°	85 " 110,7°	85 " 110,7°
90 " 110,6°	90 " 110,7°	90 " 110,8°
95 " 110,8°	95 " 110,9°	95 " 111,0°
Nachlauf 1,8 cm³	Nachlauf 2,0 cm³	Nachlauf 1,8 cm³
Rückstand 2,2 "	Rückstand 2,0 "	Rückstand 2,4 "
Verlust 1,0 "	Verlust 1,0 "	Verlust 0,8 "

Hochdruckversuche
Lu 558

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier
DHD

26. Juni 1941. No/Pf.

(5)

Korrosionsversuche mit Ammoniumsulfatlösung SO_2 und SO_2 + H_2O (mit gelöstem O_2).

Zusammenfassung.

In zwei hintereinander geschalteten 1,5 m langen Öfen wurden Korrosionsversuche mit Ammoniumsulfatlösung, SO_2 und SO_2 + destilliertem H_2O in einem Temperaturbereich abfallend von 550° bis 115°C an folgenden Materialien durchgeführt:

N_8, N_5 verzinkt, N_5, Eisen, Aluminium und (bei einigen Versuchen) Blei.

Bei sämtlichen Versuchen wurden bei einem Druck von 50 atm 2000 Ltr. Stickstoff/Stunde durch die Apparatur hindurchgeleitet.

Es wurden folgende Resultate erhalten:

1) Bei Einspritzung von 100 bis 400 g/Std. einer ammoniakalischen (2 bis 5,5 % NH_3) Ammoniumsulfatlösung (3,5 bis 21,5 % $(NH_4)_2SO_4$ traten nach etwa 20 Betriebsstunden in einem Temperaturbereich von etwa 120 bis 320°C Korrosionen an sämtlichen Materialien außer Aluminium und Blei auf (siehe Anlage 1 und 3; Kurvenblatt 1 und 2).

Oberhalb 320°C findet trotz stärkerer Abscheidungen von $(NH_4)_2SO_4$ keine Korrosion mehr statt. In der Aufheizzone ist die Korrosion der ammoniakalischen $(NH_4)_2SO_4$-Lösung am N_8-Material derart stark, daß die Aufheizschlange im Korrosionsgebiet mit einem Einführungsrohr aus Cr-Ni versehen werden mußte.

2) Beim Fahren eines Stickstoff-SO_2-Gemisches mit 4,7 Vol.% SO_2 werden ohne Wasserzusatz an keinem Material Korrosionen beobachtet (Anlage 2). Die gewählte SO_2-Konzentration ist etwa 10-20 mal so groß, wie sie praktisch bei der Verarbeitung von Benzin mit 0,1% S nach dem DHD-Verfahren im Regenerationskreislauf auftreten kann.

3) Werden zum SO_2-haltigen Stickstoff zusätzlich 100 g/Std. destilliertes Wasser entsprechend 3,2 atm H_2O-Partialdruck eingespritzt, so treten schon nach 10 Betriebsstunden unterhalb einer Temperatur von etwa 220°C Korrosionen an sämtlichen eingebauten Materialien auf (Blei war nicht eingebaut) (Anlage 2 und 3; Kurvenblatt 3 und 4). Die Analyse des Anfallwassers ergibt, daß von den insgesamt pro Stunde im N_2-Strom eingeführten 250 g SO_2 etwa 4 bis 9 g zu SO_3 oxydiert werden; weitere 1,5 bis 3 g sind im Anfallwasser als H_2SO_3 gelöst. Die Menge des im Wasser bestimmten Eisens entspricht etwa der gesamten Menge an H_2SO_3 und H_2SO_4. Daraus ist zu schließen, daß die Korrosion im Gebiete der Kondensation des SO_2-H_2O-H_2SO_4-Gemisches stattfindet. Die Kondensationstemperatur des reinen Wassers ist unter den gegebenen Bedingungen 136°C, eines H_2O-H_2SO_4-Gemisches mit 70 % H_2SO_4 210°C.

D. 2x54. 294. 166.

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

(6) DHD Pretreater

Herrn Dir. Dr. Pier
Hochdruckversuch I. 558.

TR/N-Bg/DHD allg. 21. Juli 1941/Sch.

Vorheizer der DHD - Anlagen.

Es wurden bisher 2 Typen von Vorheizern für DHD - Anlagen entwickelt:

Type I. Stettiner Bauart (Neubaukammern).

Die Zwischenvorheizer sowie der Hauptvorheizer können getrennt und praktisch unabhängig voneinander geregelt werden. Die Zwischenvorheizer und die Spitze des Hauptvorheizers sind wälzgasseitig parallel geschaltet (Anlage I).

Type II. Scholvener Bauart.

Die Zwischenvorheizer und der Hauptvorheizer sind wälzgasseitig hintereinander geschaltet und das Wälzgas wird für jeden Zwischenvorheizer wieder auf eine erforderliche Höchsttemperatur gebracht. Die Regelung ist weniger unabhängig als nach Type I. (Anlage II).

Vergleich der beiden Vorheizertypen:

1.) Für beide Typen wird die gleiche Anzahl Haarnadeln benötigt.

2.) Die Parallelschaltung des Vorheizers I erfordert etwa die doppelte Gebläseleistung (75%) gegenüber Vorheizer II,

zum Beispiel 150 000 m^3/h

gegenüber 85 000 m^3/h

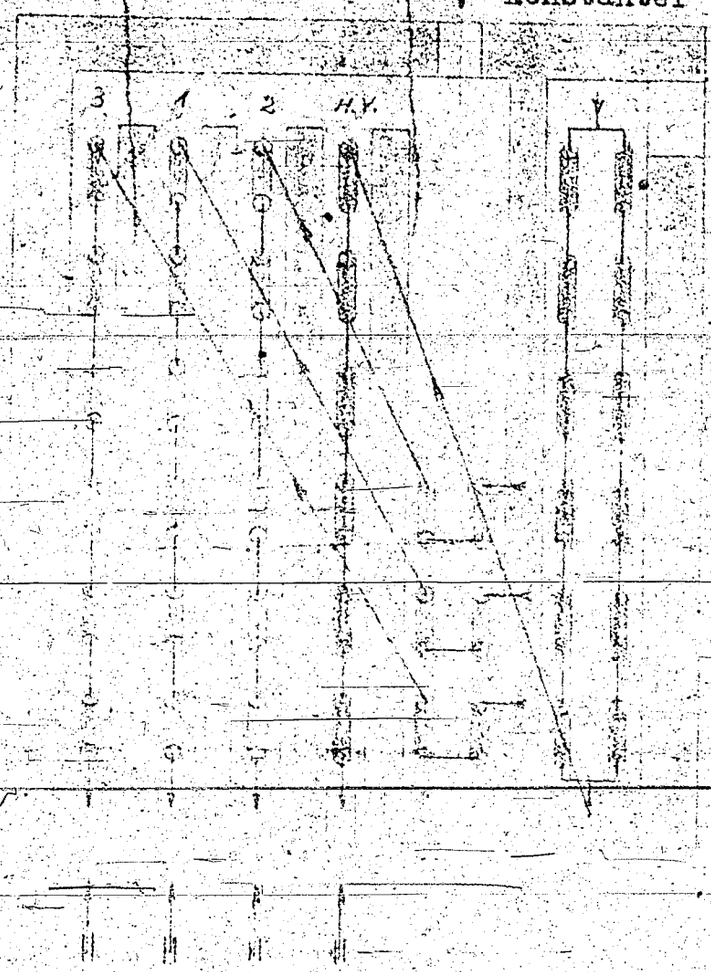
für eine Anlage von 100 000 Jato DHD - Benzin und somit etwa die doppelte Anzahl der Gebläse.

In Anbetracht der Dringlichkeit der geplanten Bauvorhaben bitten wir Sie um Ihre Stellungnahme, wie die Vorheizer ausgeführt werden sollen.

Es sei besonders darauf hingewiesen, daß für die Gebläseherstellung nur 2 - 3 Firmen in Frage kommen, deren Liefermöglichkeiten z.T. durch andere Beanspruchungen begrenzt sind.

2 Anlagen.

734



Brenner mit regelbarer Wärmeleistung

Schaltschema des 7360 Vorheizers skizziert.

Schema eines Walzgasvorheizers

Walzgasmenge: 50 000 m³/h, 28 Brenner 171/200

Walzgas: 96 000 m³/h

und

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen am Rhein
Tag: 6. 11. 49 Name: [illegible]

Maßst.

Urheberrechtsschutz nach DIN 34

N 3641 – 16

Zurück an
Hochdruckversuche Vorzimmer Dir. Dr. Pier 26. März 1941, No/R
Lu 558

Prüfung von Dehydrierungskontakten in den
100 ccm-Ofen 408 1-8. (IV)

DHD (7)

Zusammenfassung.

In 100 ccm-Ofen wurde eine Reihe von Kontakten unter den üblichen Dehydrierungsbedingungen hinsichtlich der Eignung für die Dehydrierung von wasserstoffreichen Schwerbenzinen mit dem Kontakt 7360 verglichen.

Der von Dr. von Füner hergestellte Kontakt K 7935, dessen Träger aus einer aus Aluminiumnitratlösung bei einem $p_H = 7$ gefällter und NO_3-frei gewaschenen Tonerde vom Schüttgewicht 0,5 besteht, ist der besten Kontaktcharge K 7360 aus Oppauer Tonerde mindestens gleichwertig. Eine größere Charge dieses Kontaktes ist inzwischen in einem 1 ltr. Ofen geprüft worden und hat die gleichen guten Ergebnisse geliefert. Der Kontakt soll in den 30 ltr.-Ofen 601 eingebaut werden.

Die von Dr. Schneider hergestellten Kontakte K 864,865 u.871, deren Träger durch Fällung aus einer Aluminiumformiatlösung mit $MgCO_3$ gewonnen werden, sind nicht ganz so dehydrieraktiv wie K 7935, zeichnen sich aber durch geringere Spaltwirkung aus.

Kontakte von ähnlichem Verhalten wie K 864,865 u.871 werden dadurch erhalten, dass man dem Träger des K 7935 1 bis 2% MgO in Form einer Magnesiumformiatlösung zusetzt. Da schon Spuren von Salpetersäure die Dehydrieraktivität der Kontakte schädigen, darf der MgO-Zusatz nicht in Form von $Mg(NO_3)_2$ zugegeben werden. Ein Kontakt mit 2 % MgO-Zusatz (K 7994) wird zur Zeit in einem 1 ltr. Ofen geprüft.

Ein Zusatz von wenig ZnO zum Träger des K 7935 (als Formiat aufgetränkt) erhöht die Aktivität des K7935.

Zusätze von 5 bis 10 % AlF_3 oder CrF_3 zum Träger des K 7935 erhöhen bei nur wenig geringerer Aromatenbildung die Spaltwirkung der Kontakte erheblich. Ein Kontakt von diesem Typus soll in einem 1 ltr. Ofen für die dehydrierende Spaltung von Mittelölen und Schwerölen eingesetzt werden.

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

In den acht 100 ccm Öfen 408 wurden in der üblichen Weise (15 atm H_2-Druck, 490-510°C, 0,5 kg/l x Std. Durchsatz) in acht Versuchsreihen Kontakte bezüglich ihrer Eignung für die Dehydrierung von wasserstoffreichen Schwerbenzinen (Mid-Continent-Schwerbenzin, Kogasin) geprüft. Die Versuchsergebnisse sind in den Anlagen 1 bis 6 zusammengestellt. (Note > 100 bedeutet bzw. mehr Aromaten, mehr % - 100°, weniger % - 200°).

Einbau vom 3.1.41 (Anlage 1)

Als Vergleichskontakt diente K 7360 Ch 9, der ohne NH_3-Überschuss hergestellt und 2 Std. auf 650°C erhitzt war. Die Träger der übrigen Kontakte bestanden ganz oder teilweise aus Kieselsäure. Eine größere Aktivität als der Vergleichskontakt hatte ein Kontakt von der Zusammensetzung aktive Tonerde (von Fü.) + 2 % SiO_2 aus Ester + 6 % MoO_3 (K 7445). Jedoch ist hierbei zu bemerken, dass der Vergleichskontakt nicht ganz seine frühere Aktivität erreicht. Immerhin scheint bei geeigneter Herstellung ein geringer Zusatz von SiO_2 zu aktiver Tonerde die Aktivität des 7360 zumindest nicht zu schädigen. Etwa 50 % der Dehydrieraktivität und 85-90 % der Spaltaktivität des Vergleichskontaktes besitzt der Krackkontakt 7961 (Magnesiumsilikat) in Übereinstimmung mit früheren Versuchen (Vergl. Bericht Dr.No vom 13.8.40). Die übrigen Kontakte des Einbaues sind schlechter.

Einbau vom 14.1.41 (Anlage 2).

Der Vergleichskontakt war der gleiche wie beim vorhergehenden Einbau. Sämtliche Kontakte waren vom Typus des 7360, vier auf der Basis von leichter, bei p_H= 7 gefällter Tonerde (K 7935 Ch 1, 2,3,4) [1] zwei auf der Basis von durch Fällung mit $MgCO_3$ hergestellter Tonerde von Dr. Schneider. (K864, K 865). Von den zuerst genannten Kontakten ist Charge 4 besonders gut: Bei nur wenig größerer Spaltaktivität ist sie erheblich aktiver hinsichtlich der Dehydrierung als der Vergleichskontakt: Aromatennote im Mittel 120 %-100

[1] Entsprechend dem niedrigen Schüttgewicht der Tonerden wird statt 6% 10-12 % MoO_3 aufgetränkt.

Note im Mittel 106. Die von Dr. Schneider hergestellten Kontakte besitzen ebenfalls eine etwas bessere Aromatennote als 100. Bemerkenswert ist die durchweg niedrige %-100-Note. Der Einbau von MgO in die Tonerde (durch Fällung der Tonerde mit $MgCO_3$) bewirkt mithin eine Zurückdrängung der Spaltaktivität des Kontaktes, ohne die Dehydrieraktivität zu schädigen.

Einbau vom 22.1.41 (Anlage 3)

Vergleichskontakt 7360 Ch 9

Es wurden drei Kontakte vom Typ des 7360 mit aktiver Tonerde aus der laufenden Produktion für die Umbaukammer Pölitz (Fass 67-172, 237-256, 217-256) geprüft. Im Gegensatz zu den Ergebnissen in den 1-ltr.-Öfen (Vergl.Bericht Dr.Do.v.24.2.41) war ein Unterschied in der Aktivität der verschiedenen Chargen nicht festzustellen. Auch spielte es keine Rolle, ob die Tränkung der Tonerde mit $(NH_4)_2MoO_4$ und nachfolgende Erhitzung des Kontaktes im Labor oder im Betrieb vorgenommen wurde. Bei allen drei Kontaktproben erwachte die Dehydrieraktivität zwischen 75 und 95 % der Aktivität des Vergleichskontaktes.

Des weiteren wurden 2 Kontakte vom Typ des 7360 geprüft, dessen Träger aus MgO-haltiger Tonerde (Dr.Schneider) bzw. aus bei pH 7 gefällter Tonerde (Dr.v.Füner) bestanden. In Übereinstimmung mit Kontakten ähnlicher Herstellung hatte der von Dr.Schneider gelieferte Kontakt (K 871) bei guter Dehydrieraktivität (Aromatennote 97) eine geringe Spaltaktivität (%-100-Note im Mittel 61), während die von Dr.v.Füner hergestellte Kontaktcharge (K 7935 Ch 7) reaktiver als die frühere Charge des gleichen Kontaktes war.

Einbau vom 31.1.41 (Anlage 4)

Vergleichskontakt 7360 Ch 9

Der Einbau bestand aus Kontakten vom Typus K 7360: Zwei auf aktive Tonerde von Dr.Drechsler, einer auf MgO-haltiger Tonerde von Dr.Schneider (K 874), einer auf leichter Tonerde von Dr.v.Füner (K 7935 Ch 7), zwei auf aktiver Tonerde aus der laufenden Produktion (davon einer nicht erhitzt, einer im Betrieb erhitzt). Lediglich die letzten Kontakte hatten die gleiche Aktivität, wie der Vergleichskontakt. Der im Betrieb nacherhitzte Kontakt 7360 aus der laufenden Produktion ist anfangs deutlich schlechter als der nicht-erhitzte. Die Nacherhitzung der Kontakte im Betrieb ist demnach immer noch nicht einwandfrei. Der von Dr. Schneider hergestellte Kontakt K 874 besitzt im Gegensatz zu den früher hergestellten

(K 864, K 865, K 871) eine erhebliche geringere Dehydrieraktivität als der Vergleichskontakt. Offensichtlich ist dies auf eine Schädigung der Tonerde durch Spuren von Salpetersäure zurückzuführen. Während nämlich die Tonerde der Kontakte 864, 865 und 871 aus Aluminiumformiat ausgefällt wurde, wurde beim Kontakt K 874 eine Aluminiumnitratlösung benutzt und der Niederschlag nicht völlig NO_3-frei gewaschen.

Einbau vom 12.2.41 (Anlage 5)

Als Vergleichskontakt wurde in Bad 1 7360 Ch 9, in Bad 2 7935 Ch 10 (leichte aktive Tonerde bei p_H = 7 gefällt + 12 % MoO_3) verwendet. Aufgrund der vorhergegangenen Prüfungen in den 100 ccm Öfen und im 1 Ltr.-Ofen erwies sich K 7935 als mindestens so aktiv wie K 7360 Ch 9.

Aus Anlage 5 ergibt sich:

1) Welheimkontakt (K 7978) eignet sich nicht für die Dehydrierung: Aromatennote i.M. 29, % -100 Note 23.
2) Reines AlF_3 (K 8004) ist als Dehydrierkontakt unbrauchbar.
3) 5 % AlF_3-Zusatz zum 7935 Ch 10 (K 8005) bewirkt eine geringe Abnahme der Dehydrieraktivität und eine erhebliche Steigerung der Spaltung: Aromatennote 90-95 : % -100-Note zu 140.
4) 4 % CrO_3-Zusatz zum 7935 (K 7973) bringt keine Erhöhung der Aktivität.
5) 2 % MgO-Zusatz zum 7935 (als Formiat [1]) auf die Tonerde aufgetränkt) (K7994 Ch 1) bewirkt bei gleichbleibender Dehydrieraktivität eine erhebliche Hemmung in der Spaltung: % - 100 Note i.M. 75.

Einbau vom 26.2.41 (Anlage 6)

Vergleichskontakt K 7935 Ch 14

Aus Anlage 6 ergibt sich:

1) FeF_3 (K 8037) ist ebenso inaktiv wie AlF_3.
2) 10 % FeF_3-Zusatz zum 7935 (K 8040) hat ein Absinken der Dehydrieraktivität zur Folge, während die Spaltaktivität unverändert bleibt.

---

[1] 0,05 Mol MgO in 0,16 Mole HCOOH. Nach dem Bericht Dr. Ko. v. 13.8.40 schädigte ein Zusatz von MgO, als Magnesiumnitrat aufgetränkt, die Dehydrieraktivität. Aus diesem Grunde wurde Magnesiumformiat benutzt.

3) Der hemmende Einfluss von MgO auf die Spaltung konnte bestätigt werden; Jedoch war der Effekt bei der verwendeten Charge 2 des Kontaktes K 7994 geringer als bei Charge 1 des vorhergehenden Einbaues (%-100-Note 84-90). Es wird noch geprüft, ob dies darauf zurückzuführen ist, dass bei Charge 2 ein größerer Überschuss von HCOOH für die Auflösung des MgO verwendet wurde als bei Charge 1.

4) 2 % ZnO-Zusatz zum 7935 (als Formiat auf die Tonerde aufgetränkt) bewirkt eine geringe Aktivierung dieses Kontaktes hinsichtlich Aromatenbildung: Aromatennote 105. Die Spaltung scheint etwas kleiner zu sein als beim 7935.

5) Zusätze von 2 % BeO oder Li_2O (als Formiat) zum 7935 schädigen die Kontaktaktivität.

Einbau vom 1.3.41 (Anlage 7)

Vergleichskontakt 7935 Ch 14.

Während ein Zusatz von 1 % MgO[1] zum 7935 die Dehydrieraktivität des 7935 nicht schädigt, die Spaltung aber stark hemmt (%-100-Note 70), geht bei größeren MgO-Zusätzen[1] (5 und 10%) nicht nur die Spaltung sondern auch die Aromatenbildung stark zurück. Zusätze von SnO[2] zum 7935 (2% und 8%) bewirken zum mindestens keine Aktivierung des K 7935. Der schädigende Einfluss des Li_2O-Zusatzes zum 7935 (K8038) wurde bestätigt.

Einbau am 5.3.41 (Anlage 8)

Vergleichskontakt 7935 Ch 15.

Sowohl 1 % wie 5% ZnO-Zusatz[1] zum 7935 erhöhen etwas die Dehydrieraktivität in Übereinstimmung mit früheren Ergebnissen. Über die Spaltaktivität läßt sich wegen der starken Schwankungen nichts Sicheres aussagen.

Ein Zusatz von 10 % CrF_3[3] zum 7935 bewirkt ähnlich wie ein Zusatz von AlF_3 eine erhebliche Steigerung der Spaltung bei einer geringen Abnahme der Aromatenbildung:
Aromatennote: 95; %-100°-Note: >120.

Zusätze von 2-5% BeO, CeO_3 zum 7935 bewirkten keine Verbesserung der Kontaktaktivität.

1) als Formiat auf die Tonerde aufgetränkt.
2) als Oxalat auf die Tonerde aufgetränkt.
3) Tonerde gemischt mit CrF_3.

Gemeinsam mit:
Dr. Donath — gez. Nonnenmacher
" v.Füner
" Öttinger
" Reitz
" Fürst

Anlage 1.

Dehydrierkontakte

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

Ausgangsstoff P 1386 (Midkontinent-Schwerbenzin).

Kontakt				Temp. 1) (MV)	Gas cbm/kg	Aromatengehalt % im Anfall	Note (Vergleichskontakt = 100)			Ofen Nr.	Datum
Kontaktnummer	Zusammensetzung	Herstellung	Regen.				% Aromaten	% -100	>200		
7360 Ch 9	aktive Tonerde (Stöw) Ch 9 + 6 % MoO_3 (Vergleichskontakt)	ohne NH_3-Überschuß 2Std. auf 650°C erhitzt			0,6		100	100	100	1/5	
7961/690/700°	Mg-Silikat (Schneider)	4 Std. auf 550°C erhitzt	0-mal	26,0	0,6	17,5	49	96	114	2	8.1.41c
			1-mal	26,0	0,6	18,5	51	80	138		10.1.41b
7944/3017	SiO_2 feinpowig + 6 % MoO_3	4 Std. auf 550°C erhitzt	0-mal	26,0	0,6	14,5	40		120	3	8.1.41c
			1-mal	26,0	0,6	16,5	45	20	130		10.1.41b
			3-mal	26,3	0,6	16,5	41	20			12.1.41 17⁰⁰-24⁰⁰
7445/3018	aktive Tonerde (v.Fü)+2%SiO_2 aus Ester +6%MoO_3	aktive Tonerde (v.Fü) getränkt mit Kieselsäureäthylester; über Nacht an feuchter Luft stehengelassen; Mo als $(NH_4)_2MoO_4$ 4 Std. b.550°C erhitzt.	1-mal	26,0	0,6	43,2	120	100	110	4	10.1.41b
			2-mal	26,3	0,6	48,5	114	104	109		11.1.41 17⁰⁰-21⁰⁰
			3-mal	26,3	0,6	46,5	115	100			12.1.41 17⁰⁰-24⁰⁰
7946/3019 T.P.	ZnO SiO_2+6%MoO_3	aus $ZnCl_2$+Na_2SiO_3, Cl-frei gewaschen; gepillt; auf 350°C erhitzt; Mo als $(NH_4)_2MoO_4$ 4Std. auf 550°C erhitzt	0-mal	26,0	0,6	14	38	27	127	6	8.1.41c
			1-mal	26,0	0,6	14,3	38	24	89		10.1.41b
			2-mal	26,5	0,6	19,0	38	15	110		11.1.41 17⁰⁰-21⁰⁰
			3-mal	26,5	0,6	18,0	43	20			12.1.41 17⁰⁰-24⁰⁰
7947/3020 T.P.	ZnO SiO_2(käuflich) + 6 % MoO_3	4 Std. auf 550°C erhitzt	0-mal	26,0	0,6	12,5	34	0	167	7	8.1.41c
			1-mal	26,0	0,6	17,7	47	33	84		10.1.41b
			2-mal	26,5	0,6	11,5	23	0	170		11.1.41 17⁰⁰-21⁰⁰
7948/3021 T.P.	Chromsilikat		1-mal	26,0	0,6	9,5	25	0	100	8	10.1.41b
			2-mal	26,5	0,6	23,0	46	36	130		11.1.41 17⁰⁰-21⁰⁰
			3-mal	26,5	0,6	19,0	45	50			12.1.41 17⁰⁰-24⁰⁰

1) Die angegebenen Temperaturen beziehen sich auf dem im gleichen Bleibad eingebauten Vergleichskontakt. In den Fällen, in welchen die Temperaturen der anderen Kontakte davon etwas abweichen, wurden die Aromatengehalte und die Aromatennoten auf die Temperaturen des Vergleichskontaktes errechnet.

Dehydrierkontakte — Anlage — Ausgangsstoff P 1386 (Midkontinent-Schwerbenzin)

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

Kontaktnummer	Kontakt: Zusammensetzung	Kontakt: Herstellung	Regen.	Temp. (MV)[1]	Gas cbm/kg	Aromatengehalt % im Anfall	Note (Vergleichskat.=100): % Arom.	% -100	>200	Ofen Nr.	Datum
7360/ Ch 9	Vergleichskontakt				0,6					1/5	
7935/Ch1/2944 T.P.	aktive Tonerde (v.Fü)Ch 1) + 12 % MoO_3	Tonerde bei p_H 7 gefällt	1-mal	26	0,6	36,0	80,0	46	120	2	17.1.41c
			2-mal	27,0	0,6	50,0	85,0	44			18.1.41b 2.c.1
			3-mal	27,2	0,6	75,0	121,0	84			20.1.41b 2.c.1
			4-mal	26,4	0,6	47,5	86,5				22.1.41b
7935/Ch2/3031 T.P.	aktive Tonerde (v.Fü) Ch 2 + 12 % MoO_3	"	1-mal	26,0	0,6	49,0	109,0	>80	120	3	17.1.41c
			2-mal	27,0	0,6	66,5	113,0	102	90		18.1.41b 2.c.1.
			3-mal	27,2	0,6	61,5	100,0	94			20.1.41b 2.c.1.
			4-mal	27,4	0,6	45	78				22.1.41b
7935/Ch3/3046 T.P.	aktive Tonerde (v.Fü) Ch 3 + MoO_3	"	1-mal	26,0	0,6	45,0	100,0	103	104	4	17.1.41c
			3-mal	27,2	0,6	72,0	116,0	116			20.1.41b 2.c.1.
			4-mal	26,4	0,6	52	94,5				22.1.41b
7962/Körner	aktive Tonerde (Schnei)+10% MoO_3 (864)	Tonerde gefällt aus Aluminiumformiat mit $MgCO_3$ bei p_H 4-5; MoO_3 zum getrockneten Träger auf 750°C erhitzt	0-mal	26,0	0,6	53,5	107,0	78	130	6	16.1.41b
			1-mal	26,0	0,6	54,5	113,0	72	120		17.1.41c
7963/Körner	aktive Tonerde (Schnei)+12%MoO_3 (865)	Fällung a.Aluminiumformiat m.$MgCO_3$; b.p_H 4-5; Träger enthält weniger Mg als 7962; MoO_3 z.getrockneten Träger auf 550°C erhitzt	0-mal	26,0	0,6	51,0	102,0	83	96	7	16.1.41b
			1-mal	26,0	0,6	53,0	110,0	72	109		17.1.41c
			2-mal	27,0	0,6	63,5	99,0	79	129		18.1.41b 2.c.1.
			3-mal	26,8	0,6	62,0	100,0	30			20.1.41b 2.c.1.
7935/Ch4/3051 T.P.	aktive Tonerde (v.Fü) Ch 2)[2] + 12% MoO_3	Tonerde bei p_H 7 gefällt.	0-mal	26,0	0,6	64,0	123,0	119	81,5	8	16.1.41b
			1-mal	26,0	0,6	63,0	131,0	111	73		17.1.41c
			2-mal	27,0	0,6	71,0	111,0	94	107		18.1.41b 2.c.1.
			3-mal	26,8	0,6	74,5	120,0	100			20.1.41b 2.c.1.

[1] siehe Fußnote 1, Anlage 1

[2] die analytische Bestimmung ergab 10,3% MoO_3.

Anlage 5.

Dehydrierkontakte

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

Ausgangsstoff P 1386 (Midkontinent-Schwerbenzin)

	Kontakt			Temp. (MV) [1]	Gas cbm/kg	Aromatengehalt im Anfall	Note (Vergleichskontakt = 100)			Ofen Nr.	Datum
Kontaktnummer	Zusammensetzung	Herstellung	Regen.				% Arom.	% -100	>200		
7360/Ch9/Körner	Vergleichskontakt				0,6					1/5	
7360/3155	aktive Tonerde (Stöw)+6%MoO_3 Faß 67-172 f. Pölitz	Laborherstellung	1-mal	26,0	0,6	44,5	97,0	107	-	2	28.1.41 18^{00}-2^{00}
			2-mal	27,0	0,6	53,2	85,0	117			29.1.41c
			2-mal	27,0	0,6	41,0	74,0	50			31.1.41a
7360/3156	aktive Tonerde (Stöw) +6%MoO_3 Faß 237-256 f. Pölitz	Laborherstellung	1-mal	26,0	0,6	43,5	94,0	90		3	28.1.41 18^{00}-2^{00}
			2-mal	27,0	0,6	46,6	75,0	89			29.1.41c
			3-mal	27,0	0,6	45,5	81	69			31.1.41a
7360/Faß 217-256	aktive Tonerde (Stöw) +6%MoO_3 Faß 217-256 f. Pölitz	aus Betrieb	2-mal	27,0	0,6	50,5	81,0	86		4	29.1.41c
			3-mal	27,0	0,6	52,0	94,0	98			31.1.41a
7972	aktive Tonerde (Schnei)+6%MoO_3 (K871)	Herstellung der Tonerde wie bei K 864 Tränkung mit $Mg(MoO_4)_2$	1-mal	26,0	0,6	51,5	103,0	53		6	28.1.41 18^{00}-2^{00}
			2-mal	27,0	0,6	49,5	92,0	85			29.1.41c
			3-mal	26,7	0,6	44,5	97,0	44			31.1.41a
7935/Ch7	aktive Tonerde (v.Fü) Ch 7 + 12% MoO_3 [2]	Fällung bei p_H=7	1-mal	26,0	0,6	42,0	84,0	31		7	28.1.41 18^{00}-2^{00}
			2-mal	27,0	0,6	48,6	90,0	68			29.1.41c
			3-mal	26,7	0,6	43,5	94,5	59			31.1.41a

1) Siehe Anlage 1, Fußnote 1.
2) Die analytische Bestimmung ergab 10,2 % MoO_3.

Dehydrierkontakte — Anlage 4. — Ausgangsstoff P 1386 (Midkontinent-Schwerbenzin).

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

Kontaktnummer	Kontakt: Zusammensetzung	Kontakt: Herstellung	Regen.	Temp. (MV)	Gas cbm/kg	Aromatengehalt % im Anfall	Note (Vergleichskont. = 100): % Arom.	% -100	>200	Ofen Nr.	Datum
7360/Ch 9	Vergleichskontakt				0,6					1/5	
7360/1366K	aktive Tonerde (Drechsler) 75,8% Äthanolumsatz + 6% MoO_3		0-mal	25,7	0,6	38,0	61	50	128	2	1.2.41c 2.+a1
			2-mal	27,0	0,6	38,0	61,0	80	141		4.2.41b
			3-mal	27,0	0,6	44,7	73,0	76	76		5.2.41b 2.+c1
7360/1362K	aktive Tonerde (Drechsler) 70% Äthanolumsatz + 6 % MoO_3		0-mal	25,7	0,6	42,0	67,5	61	82	3	1.2.41c 2.+a1
			2-mal	27,0	0,6	32,0	52,0	63	158		4.2.41b
			3-mal	27,0	0,6	42,7	70,0	55	55		5.2.41b 2.+c1
7982/874 K	aktive Tonerde (Schnei)+6% MoO_3 (K874)	Tonerde gefällt aus Aluminiumnitrat getränkt mit Mg (MoO_4)	2-mal	27,0	0,6	48,5	78,0	80	141	4	4.2.41b
			3-mal	27,0	0,6	50,4	82,0	66	65,5		5.2.41b 2 + c1
7935/Ch 7/3131	aktive Tonerde (v.Pü) +12%MoO_3	gefällt bei p_H=7 (größere Charge 7 ltr)	0-mal	26,0	0,6	47,5	90	59	110	6	1.2.41c 2+a1
			1-mal	26,0	0,6	56,5	103,0				3.2.41b
			2-mal	27,4	0,6	59,5	102,0		90		4.2.41b
			3-mal	27,0	0,6	61,6	100,0	106	106		5.2.41b 2+c1
7360/3191	aus der laufenden Produktion	im Betrieb nicht erhitzt; im Lab. auf 300°C erhitzt	0-mal	26,0	0,6	50,0	94,0	99	91,5	7	1.2.41c 2+a
			1-mal	26,0	0,6	58,0	106,0				3.2.41b
			2-mal	27,4	0,6	70,5	120,0		100		4.2.41b
			3-mal	27,0	0,6	58,0	94,0	80	80		5.2.41b 2+c1
7360/3191a	"	im Betrieb erhitzt	0-mal	26,0	0,6	43,0	81,0	52	97	8	1.2.41c 2+a1
			1-mal	26,0	0,6	54,0	98,0	39			3.2.41b
			2-mal	27,4	0,6	64,0	109,0		69		4.2.41b
			3-mal	27,0	0,6	61,2	99,0	76	76		5.2.41b 2+c1

Dehydrierkontakte

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

Anlage 5.

Ausgangsstoff P 1386 (Midkontinent-Schwerbenzin)

Kontaktnummer	Kontakt: Zusammensetzung	Kontakt: Herstellung	Temp. (MV)	Gas cbm/kg	Aromatengehalt % im Anfall	Note (Vergleichskontakt =100): % Aromaten	-100	>200	Ofen Nr.	Datum
K 7360/Ch 9 K 7935	Vergleichskontakte i.Ofen 1 bzw. 5			0,5					1/5	
7978/4-6 m Ch 6	Welheim-Kontakt		26,5	0,6	19,0	32,0	24	97	2	20.2.c+21.2. c1
			26,5	0,6	17,0	27,0	26	187		22.2.41b
			26,5	0,6	15,0	28,0	18			24.2.41 10^{30}–18^{30}
7935/Ch 10			26,5	0,6	62,0	99,0	76	115	3	22.2.41b
			26,5	0,6	29,5	56,0				24.2.41 10^{30}–18^{30}
7973 T.P. CH 10	793 Ch10+4% CrO_3		26,5	0,6	45,0	75,0	60	126	4	20.2.c+21.2.c1
			26,5	0,6	61,0	98,0	78	107		22.2.41b
			26,5	0,6	48,0	91,0	75			24.2.41 10^{30}–18^{30}
7994 Ch 1 T.P.	7935 Ch 10 +2% MgO	0,05 Mol MgO in 0,16 Mole HCOOH gelöst, Tonerde mit dieser Lösung getränkt	26,0	0,6	49,5	111,0	68	118	6	17.2.c +18.2. a1
			26,5	0,6	63,0	119,0	86	100		20.2.c +21.2. c1
			26,5	0,6	55,5	99,0	67	88		22.2.41b
			26,5	0,6	58,0	89,0	89			24.2. 10^{30}–18^{30}
8004 T.P. Ch 10	AlF_3		26,0	0,6	11,5	26,0	0	260	7	17.2.c +18.2. a1
			26,5	0,6	13,8	24,0	10	130		20.2.c +21.2. c1
			26,5	0,6	12,0	21,0	5	116		22.2.41b
			26,5	0,6	12,5	19,0	17			24.2.41 10^{30}–18^{30}
8005 T.P. Ch 10	7935 Ch10+5% AlF_3	Tonerde mit AlF_3 gemischt, dann mit $(NH_4)_2MoO_4$ getränkt	26,5	0,6	35,5	61,0		88	8	20.2.c +21.2. c1
			26,5	0,6	53,0	95,0	133	85		22.2.41b
			26,5	0,6	58,5	90,0	150			24.2.41 10^{30}–18^{30}

Anlage 6.

Ausgangsstoff P 1386 (Midkontinent-Schwerbenzin)

Dehydrierkontakte

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

Kontaktnummer	Kontakt: Zusammensetzung	Kontakt: Herstellung	Regen.	Temp. (MV)	Gas cbm/kg	Aromatengehalt % im Anfall	Note (Vergleichsk.=100): % Arom.	Note: - 100	Note: > 200	Ofen Nr.	Datum
7935/Ch 14 T.P.	Vergleichskontakt				0,6					1/5	
8040 T.P.	7935+10% FeF_3	Tonerde mit FeF_3 gemischt, dann mit $(NH_4)_2MoO_4$ getränkt	0-mal	26,0	0,6	34,5	53,5	118	—	2	28.2.41 14^{00}-22^{00}
			1-mal	26,0	0,6	37,0	56,5	101	104		1. 3.41 21^{00}-5^{00}
			2-mal	26,5	0,6	52,0	80	100	83,5		2. 3.41 23^{00}-7^{00}
			4-mal	26,5	0,6	65	105	98			4/5.3. c_2 a_1
			5-mal	26,5	0,6	52	81,5	73,5	97		
8037 T.P.	FeF_3		0-mal	26,0	0,6	11,5	18	3		3	28.2.41 14^{00}-22^{00}
8039 T.P.	7935+20% BeO	$Be(OH)_2$ mit einem Überschuss von HCOOH gelöst; Tonerde getränkt mit dieser Lösung	0-mal	26,0	0,6	48,5	75	62	-	4	28.2.41 14^{00}-22^{00}
			1-mal	26,0	0,6	52,0	79,5	76	118		1. 3.41 21^{00}-5^{00}
			2-mal	26,5	0,6	54,5	84	66,5	100		2. 3.41 23^{00}-7^{00}
			4-mal	26,5	0,6	54,5	88	79,5	-		4/5.3. c_2 a_1
			5-mal	26,5	0,6	58	90,5	75,5	107		
7994/Ch 2 T.P.	7935+2% MgO	0,1 Mol MgO in 0,45 Mole HCOOH gelöst; Tonerde getränkt mit dieser Lösung.	2-mal	26,5	0,6	60,0	97	84	112	6	2. 3.41 23^{00}-7^{00}
			3-mal	26,5	0,6	52	96,5	90,5	-		3/4.3. c_2 a_1
			4-mal	26,5	0,6	63	100	86	-		4/5.3. c_2 a_1
			5-mal	26,5	0,6	62	95,5	85	93		
7995/Ch 2 T.P.	7935+2% ZnO	ZnO im Überschuß von HCOOH gelöst; Tonerde getränkt mit dieser Lösung	2-mal	26,5	0,6	62,5	101	79	112	7	2. 3.41 23^{00}-7^{00}
			3-mal	26,5	0,6	58	107,5	97	-		3/4.3. c_2 a_1
			4-mal	26,5	0,6	69	108	95	-		4/5.3. c_2 a_1
			5-mal	26,5	0,6	67	103	90	86,5		
8038 T.P.	7935+2% Li_2O	LiOH im Überschuß von HCOOH gelöst; Tonerde mit dieser Lösung getränkt	2-mal	26,5	0,6	45,0	72,5	45	133	8	2. 3.41 23^{00}-7^{00}
			3-mal	26,5	0,6	41	76	57	-		3/4.3. c_2 a_1
			4-mal	26,5	0,6	48,5	77	59,5	-		4/5.3. c_2 a_1
			5-mal	26,5	0,6	45,5	70	55	145		

Dehydrierkontakte — Anlage 7. — Ausgangsstoff P 1386 (Midkontinent-Schwerbenzin)

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

Kontaktnummer	Kontakt: Zusammensetzung	Kontakt: Herstellung	Kontakt: Regen.	Temp. (MV)	Gas cbm/kg	Arom.Gehalt % i. Anfall	Note (Vergleichsk. = 100): % Arom.	Note: -100	Note: >200	Ofen Nr.	Datum
7935/Ch 14 T.P.					0,6					1/5	
8054 T.P.	7935+1 % MgO	MgO im Überschuß von HCOOH gelöst; Tonerde mit dieser Lösung getränkt	0-mal	26,0	0,6	52,0	91	77	96	2	7.3.41 18^{00}-7^{00}Uhr
			1-mal	25,5	0,6	58,0	92	80	-		9.3.41 a
			2-mal	25,7	0,6	60,0	98	71	-		9.-10.3.41 c2+a1
			3-mal	25,8	0,6	55,0	111	67	-		10-11.3.41 c2+a1
			4-mal	25,8	0,6	55,0	97	64	128		11.3.41 23^{00}-7^{00}Uhr
8055 T.P.	7935+5 % MgO	"	0-mal	26,0	0,6	40,0	70	95	96	3	7.3. 41 18^{00}-7^{00}Uhr
			1-mal	25,5	0,6	40	63	84	-		9. 3.41 a
			2-mal	25,7	0,6	44,0	71	95	-		9.-10.3.41 c2+a1
			3-mal	25,8	0,6	38,0	77	73	-		10.-11.3.41 c2+a1
			4-mal	25,8	0,6	39,0	68	57	128		11.3.41 23^{00}-7^{00}Uhr
8056 T.P.	7935+10% MgO	"	0-mal	26,0	0,6	42,5	75	50	122	4	7. 3.41 18^{00}-7^{00}Uhr
			1-mal	25,5	0,6	39	63	41	-		9. 3.41 a
			2-mal	25,7	0,6	43,0	69,5	14	-		9.10.3.41 c2+a1
			3-mal	25,8	0,6	42,0	85	73	-		10.-11.3. c2+a1.
			4-mal	25,8	0,6	37,0	65	24	150		11.3.41 23^{00}-7^{00}Uhr
8057 T.P.	7935+2% SnO	Zinnoxalat in gleicher Menge NH_4-oxalat gelöst; Tonerde mit dieser Lösung getränkt.	0-mal	26,0	0,6	56,0	99	97	83	6	7. 3.41 18^{00}-7^{00}Uhr
			1-mal	26,0	0,6	51,8	84	-	-		9. 3.41 a
			2-mal	26,0	0,6	59,5	96	90			9.-10.3.41 c2+a1
			3-mal	26,5	0,6	59,5	87	89	-		10.-11.3.41 c2+a1
			4-mal	26,5	0,6	66,2	110	82	100		11.3.41 23^{00}-7^{00}Uhr
8058 T.P.	7935+8% SnO	"	0-mal	26,0	0,6	55,0	97	89	100	7	7. 3.41 18^{00}-7^{00}Uhr
			1-mal	26,0	0,6	46,5	75	55	-		9. 3.41 a
			2-mal	26,0	0,6	54,0	87	68			9.-10.3.41 c2+a1
			3-mal	26,5	0,6	57,0	84	81	-		10.11.3.41 c2+a1
			4-mal	26,5	0,6	53,0	88	55	115		11.3.41 23^{00}-7^{00}Uhr
8038 T.P.	7935+2% Li_2O		0-mal	26,0	0,6	45,5	80	72	91	8	7. 3.41 18^{00}-7^{00}Uhr
			1-mal	26,0	0,6	47,0	76	57	-		9. 3.41 a
			2-mal	26,0	0,6	44,5	72	53	-		9.-10.3.41 c2+a1
			3-mal	26,5	0,6	54,0	79	72	-		10.-11.3.41 c2+a1
			4-mal	26,5	0,6	47,5	79	45	100		11.3.41 23^{00}-7^{00}Uhr

Dehydrierkontakte — Anlage 8. — Ausgangsstoff B 1386 (Midkontinent-Schwerbenzin)

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

Kontaktnummer	Kontakt: Zusammensetzung	Kontakt: Herstellung	Regen.	Temp. (MV)	Gas cbm/kg	Arom.Gehalt % i.Anfall	Note (Vergleichsko. = 100): % Arom.	– 100	>200	Ofen Nr.	Datum
7935/Ch 15 T.P.					0,6					1/5	
8069 T.P.	7935 + 1% ZnO	ZnO als Formiat	0-mal	26,0	0,6	63,0	121	77	–	2	14.–15.3.41 c2+a1
			1-mal	26,5	0,6	59,0	116	150	115		15.–16.3.41 c2+a1
			2-mal	26,5	0,6	69,0	104	109	–		16.3.41 c
			4-mal	26,5	0,6	62,0	103	97	–		18.3.41 c
8070 T.P.	7935 + 5% ZnO	"	0-mal	26,0	0,6	52,0	100	111	–	3	14.–15.3.41 c2+a1
			1-mal	26,5	0,6	67,0	131	167	125		15.–16.3.41 c2+a1
			2-mal	26,5	0,6	68,0	103	109	–		16.3.41 c
8071 T.P.	7935 + 2% BeO	BeO als Oxalat	0-mal	26,0	0,6	56,0	108	108	–	4	14.–15.3.41 c2+a1
			1-mal	26,5	0,6	62,5	122	108	115		15.–16.3.41 c2+a1
			2-mal	26,5	0,6	62,0	94	90	–		16.3.41 c
			4-mal	26,5	0,6	48,0	80	64	–		18.3.41 c
8072 T.P.	7935+5% Ce_2O_3	Ce_2O_3 als Oxalat	0-mal	26,0	0,6	51,0	86	103	–	6	14.–15.3.41 c2+a1
			1-mal	26,5	0,6	51,0	86	90	85		15.–16.3.41 c2+a1
			2-mal	26,5	0,6	54,0	80	73	–		16.3.41 c
			4-mal	26,5	0,6	51,2	75	70	–		18.3.41 c
8073 T.P.	7935+5% La_2O_3	La_2O_3 als Oxalat	0-mal	26,0	0,6	53,0	90	56	–	7	14.–15.3.41 c2+a1
			1-mal	26,5	0,6	38,5	65	100	92		15.–16.3.41 c2+a1
			2-mal	26,5	0,6	53,0	79	82	–		16.3.41 c
			4-mal	26,5	0,6	42,5	62	52	–		18.3.41 c
8074 T.P.	7935+10% CrF_3	Tonerde mit CrF_3 gemischt; dann mit $(NH_4)_2MoO_4$ getränkt	0-mal	26,0	0,6	58,0	98	185	–	8	14.–15.3.41 c2+a1
			1-mal	26,5	0,6	54,0	92	290	96		15.–16.3.41 c2+a1
			2-mal	26,5	0,6	57,0	85	127	–		16.3.41 c
			4-mal	26,5	0,6	64,8	95	120	–		18.3.41 c

Hochdruckversuche
Lu 1

DHD (8) ✓ 8-6-1944 Ho/Eb
Zurück an Vorzimmer Dir. Dr. Pier

Aktivitätsprüfung von technisch hergestelltem DHD-Kontakt in 100 ccm Öfen.

(K 7360-, K 7935- und K 7935 WPö-Betriebsproben)

In den beiliegenden Tabellen sind die in den 100 ccm Öfen 407 und 408 gefundenen Werte für die Dehydrieraktivität der Kontakte

7360, Fässer 2036-2669
7360 Abfall, Fässer 11-124
7935, Fässer 777-1467
7935 WPö, Fässer 111-430

zusammengefaßt.

Außerdem sind die dazugehörenden Daten über MoO_3-Gehalt, Schüttgewicht, Abriebfestigkeit, sowie nach folgender Tabelle die übliche Bewertung nach C-, D- und R-Qualität angeführt.

K 7360 (7935)

Qualität	Temp.Note	Aktivität (mV)
C	über 90	unter 26,3 (26,0)
D	80 - 90	26,8 - 26,3 (26,5-26,0)
R	unter 80	über 26,8 (26,5)

gez. Rotter

7935, Betriebsproben.

Fässer	MoO_3-Geh.	Schüttgew.	Abrieb	Aktivität gefunden	Aktivität auf 55% MoO_3	Qualität	Spaltung	Ofen	
Vgl. Kt. 135-177	ø 50,0	ca 0,55	98,0	26,8-27,3	-	R	12-14	-	
777 - 827	74,7	0,51	97,6	26,8	27,6	R	20 ?	408	37/43
868 - 947	85,5	0,50	99,0	26,3	27,4	D	13	408	1/44
948 -1027	105,6	0,52	98,0	26,5	ca 28,0	D	-	408	6/44
1028 -1067	61,6	0,48	97,5	27,4 (26,0)	- (26,3)	wird wiederholt	13 (20)	407 (408	5/44 9/44)
1068 -1107	62,2	0,49	97,2	27,7 (26,3)	(26,6)	-	(23)	(408	9/44)
1108 -1187	77,1	0,47	98,0	26,1	27,0	D	-	408	5/44
1188 -1267	80,3 (85,4)	0,51 (0,53)	97,2 (98)	26,4 (?) (26,3) (27,0)	27,4 (?) (27,4) (-)	R	- (21) -	408 (408 (407	7/44 11/44) 15/44)
1268 -1347	90,5	0,60	97,2	26,4	27,6	D	ca 20	407	9/44
1348 -1387	81,7	0,58	95,0	26,7	27,7	R	21(?)	408	11/44
1388 -1427	84,1	0,55	94,5	26,9(?)	-	wird wiederholt	21(?)	407	12/44
1428 -1467	78,0	0,51	97,1	26,7(?)	-		21(?)	407	12/44
7935 Pellets									
111 - 160 (WPS 173+174)	79,0	0,52	-	26,2 (26,2)	27,1 (27,1)	D	12 (23)	408 (408	1/44 9/44)
161 - 190 (WPS 181)	81,7	0,53	-	27,7 (25,3)	- (27,3)	D (?)	21? (23)	407 (408	2/44 9/44
191 - 270 (WPS 189+190)	83,4	0,54	-	26,2(?) (26,1)	27,2? (27,2)	D	- (21)	408 (408	7/44 9/44)
271 - 350 (WPS 203+204)	83,0	0,52	-	26,4	27,7	D	20(?)		
351 - 390 (WPS 213)	75,5	0,51	-	27,4(?)	-	wird wiederholt	25(?)	407	12/44
391 - 430 (WPS 214)	75,0	0,49	-	25,5(?)	-		24(?)	407	12/44

7360, Betriebsproben.

Fässer	MoO_3-Geh.	Schüttgew.	Abrieb	Aktivität gefunden	Aktivität auf 55% MoO_3 berechnet	Qualität	Spaltung	Ofen
Vg.Kt. 1577 - 1638	Ø 47,0	0,69	92,0	26,3	25,9	C	17	
2056 - 2064	115,0	0,68	93,0	26,0	ca 27,5	C	–	402 6/44
2071 - 2140 (Me)	77,6	0,64	95,0	26,3	27,2	C	18	405 [illegible]
2141 - 2188 (Me)	81,7	0,64	94,5	26,3	27,3	C	20 (?)	40[illegible] [illegible]
2189 - 2253 (Me)	81,7	0,63	95,8	26,2	27,2	C	19	"
2254 - 2299 (Me)	76,0	0,56	98	26,3	27,2	C	16	408 1/45
2300 - 2375 (Me)	78,6	0,55	96	26,2	27,1	C	18	405 1/44
2376 - 2385 (Op)	76,4	0,55	94,0	26,0	26,8	C	–	403 6/44
2386 - 2446 (Me)	72,0 (69,7)	0,69 (0,69)	89,9 (89,9)	26,3 (26,18)	27,0 (27,4 (?))	C	– –	406 3/44 (408 [illegible])
2448 - 2520 (Me)	64,8 (68,3)	0,66 (0,705)	91,5 (91,5)	27,1 (26,8)	27,5 (27,3)	R	– (21)	408 7/44 (408 11/44)
2513 - 2595 (Me)	65,8 (70,3)	0,70 (0,735)	96,0 (96)	26,5 (26,5)	27,0 (27,2)	D	– (23)	408 7/44
2596 - 2663 (Me)	66,0	0,73	–	27,6 (?)	28,1 (?)	wird wie-	16 (?)	407 11/44
2664 - 2669 (Op) (Ka 504)	76,7	0,62	87,2	26,5 (?)	–	derholt	25 (?)	407 12/44
7360 Abfall								
11 - 32	106,2	0,69	92,[illegible]	26,0	ca	C	–	406 [illegible]
43 - 54	70,1	0,75	87,2	26,5		B		10
57 - 93	98,3	0,74	89,5	25,9 (?) (26,4)	27,3 (?)	D	–	408 [illegible] (407 13/44)
94 - 124	61,5	0,71	94,0	26,5	26,[illegible]	D	23	408 11/[illegible]

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

Hochdruckversuche
Lu 558

28. September 1942 Rtz/Ki

JKD
9

Spaltung von Erdölmittelölen und -schwerölen (Druck- und Vakuumdestillaten) über Kontakt 7935[1]

(Nach Versuchen im 10-Ltr.-Ofen mit Gaskreislauf)

Zusammenfassung

Im Anschluß an Versuche in 1-Ltr.Öfen wurde ein 10-Ltr. Ofen mit Gaskreislauf zur dehydrierenden Spaltung von Mittelölen und Destillatschwerölen aus wasserstoffreichem und -armem Erdöl eingesetzt. Die Versuche wurden, wie folgende zusammenfassende Tabelle zeigt, bei 40-50 atm H_2-Druck, 0,5 Durchsatz mit einem regenerierbaren $Al_2O_3MoO_3$ Katalysator durchgeführt.

1) Zugleich 5. Bericht über Verarbeitung von Mittelölen über Dehydrierungskontakt n. 4.Vgl.Bericht 19465i vom 23.Sept.41.

Tabelle

	Mittelöl		Destillat >350°	
Ausgangsmaterial	H-reich	H-arm	H-reich	H-arm
Spez.Gew./50% Produkt	0,814/270	0,870/295	0,880/460° ber.	0,927/470° ber.
Anilinpunkt/% H	72,7/13,9	48,5/12,2	-/12,6	-/11,3
			56% -325° Vac.	50% -325° Vac.
Gesamt-Druck ()[1]	70 (90)	68 (80)	70 (90)	75 (90)
H_2-Druck	41	53	50	40
Temperatur MV/°C	25 26,5/ 476 501°	25/476	25/476	25 26/ 476 493
Durchsatz				
cbm Gas/kg	0,5	0,5	0,5	0,5
Cykluslänge Std.	2,0	2,0	2,0	2,0
Geschätzte erreichbare Cykluslänge Std.	40	12	12	20-33
	ca.100	ca.50	ca.50	ca.25
Ausbeute Gew.%				
Benzin - 170°	44	27,5	16,5	16
Mittelöl 170-350°	46	67,5	45	39
Schweröl > 350°	-	-	31,5	34
Gas (C_1 - C_4)	9,7	4,1	5,5	7
Koks	0,15	0,75	1,5	4
Gas + Koks/Benzin +Gas + Koks	18%	15 %	25,5 %	40 %
Gas + Koks/Neu -350° + Gas + Koks	-	-	9 %	16,5 %
H_2-Verbrauch cbm/to Frischöl	90	115	95	165
Produktuntersuchungen				
Benzin				
Spez.Gew.	0,728	0,740	0,718	0,724
Anilinpunkt	48,5	45,5	56	52
% -70/100°/20°	11,5/35	4,5/25	7/33	3/28
Endpunkt	174	172	173	175
% Aromaten	20	17	10,5	14,5
% Naphthene	12	28	22,0	16,0
Jodzahl (Hanus 38)	5,8	4,4	-	-
Oktanzahl M/M+0,12 Pb	52,5/78,5	62,5/82	46/-	52/-
Mittelöl				
Spez.Gew.	0,848	0,854	0,832	0,859
Anilinpunkt	41	43,5	60,5	48
Siedebeginn/20 Endpunkt	187/333	192/356	191/350	193/350
50 %	238	253	267	270
Cetanzahl	38	34,5	48	42,5
Stockpunkt	-	-	-19°	-25°
Viskosität °E/20°	-	-	1,28	1,28
Rückstand				
Spez.Gewicht/20°			0,917	0,969
Viskosität °E/50°			2,0	3,0
Flammpunkt			188°	194°
Stockpunkt			+ 25°	+ 17°
Kokstest			0,17	0,65
Siedebeginn/E.P.Vac.			206/-325°	203/325-92,2
50% P			-94% 400°	405°

Berechneter Gesamtdruck wenn Kreislaufverlust klein.

Aus Mittelölen wurden 30-45% Benzin, aus Schweröl 16% Benzin und 40-45% Mittelöl mit 15 - 20% Verlust auf Neubildung erhalten. Die wasserstoffreicheren Öle lassen sich leichter verarbeiten als wasserstoffarme.

Die erhaltenen Benzine haben bis zu 20% Aromaten, sind gesättigt, haben aber keine hohe Oktanzahl. Sie beträgt 46-52 bei Verarbeitung von Schwerölen und 52-63 bei Mittelölen. Die Benzine enthalten nicht viel Naphthene und sind infolgedessen für das DHD-Verfahren nur wenig geeignet.

Die Mittelöle sind stärker dehydriert. Sie lassen sich schlecht katalytisch kracken, hingegen ist ihre Benzinierbarkeit über K 6434 sehr gut. Sie geben die doppelte Leistung gegenüber straight run Mittelöl. Die Oktanzahl der 6434 Benzine liegt um mindestens 1-3 Punkte über der aus dem gleichen Erdöl durch normale Hydrierung erhaltenen. Die Cetanzahl der dehydrierten Mittelöle lag zwischen 35 und 48, sie ist höher bei der Verarbeitung von Schweröl, gemäß der allgemeinen Regel, daß die Dehydrierung der obersten Fraktionen am stärksten ist.

Der über 325° siedende Rückstand hat ein spez.Gewicht von 0,92 bis 0,97, das gegenüber dem Ausgangsmaterial um etwa 0,04 erhöht ist. Der Kokstest ist klein (0,17-0,65), aber der Stockpunkt bei den verwendeten Ölen mit +25 bzw. +17 noch hoch.

Der Wasserstoffverbrauch je to Benzin aus wasserstoffreichem bzw.-armem Mittelöl ist 200 - 400 cbm und je to Benzin + Mittelöl aus Schweröl 150 - 300 cbm. Das anfallende Gas ist gesättigt und hat etwa 22 Gew.% CH_4, 26 Gew.% C_2H_6, 15 Gew.% C_3H_8 und 37 Gew.%. C_4H_{10}. Vom Butan sind 22% Isobutan.

Beschreibung der Versuche.

Im Anschluß an Versuche zur dehydrierenden Spaltung von Mittelöl- und Schwerölfraktionen aus Erdöldruckdestillaten in 1-Ltr.-Ofen (vgl. Ber. 19465 i vom 23.9.42) wurden Versuche mit ähnlichen Ölen in einer etwas größeren Versuchseinheit (10-Ltr. Ofen 601) mit Gaskreislauf durchgeführt.

Ausgangsöle (vgl. Tabelle 1)

a) Mittelöle: 1) P 189 (Elverath) Dieselöl von 225-340° für anfängliche orientierende Versuche,

2) P 1203 (Bruchsal) von 180-330° als wasserstoffreiches Öl,

3) P 1338 (Reitbrook) Druckdestillat von 200-350° als wasserstoffarmes Öl,

4) Mittelöl >170° aus Sammelprodukt Ofen 601 vom 8.-10.8. aus P 1203 von 180-330° als typisches R-Mittelöl der dehydrierenden Mittelölspaltung.

b) Schweröle: 5) P 1203 (Bruchsal) Vakuumdestillat über 350° als wasserstoffreiches Öl,

6) P 1338 (Reitbrook) Druckdestillat >350° (2 Partien) als wasserstoffarmes Öl.

Kontakt: K 7935 = Akt. Tonerde von Dr.v.Füner + 55 g MoO_3/Ltr., Charge 19, 10 mm Pillen, Schüttgewicht 0,42. Der Kontakt war vorher für Dehydrierung von Benzinen verwendet worden und war bereits 15 mal regeneriert.

Fahrweise: Temperatur: konstant im ganzen Ofen.

Durchsatz: 0,5 kg/Ltr. Kontakt und Stunde

Gasmenge : 2 cbm/kg im Kreislauf

Druck : Die Versuche wurden mit 50 atm Frischwasserstoff angefahren. Mit ansteigender Dichte des Kreislaufgases wurde der Druck erhöht, so daß der H_2-Partialdruck etwa 50 atm blieb. Meistens genügte hierzu Vorfahren auf 70 atm Gesamtdruck, bisweilen wurde auf 90 atm erhöht.

Versuchsdauer: Es wurden eine Reihe von Kurzversuchen ausgeführt, bei denen nach ungefährer Einstellung des Kreislaufgleichgewichtes (3-4 Stunden) über eine 8-stündige Periode Gasanalysen genommen wurden, so daß die Gesamtzyklusdauer etwa 12 Stunden betrug. Daneben wurden 2 Dauerversuche von 30 und 40 Stunden durchgeführt, in deren Verlauf die Temperatur im Gegensatz zu den Kurzversuchen schrittweise erhöht und mehrmals Gasanalysen genommen wurden.

Bestimmung der Vergasung: Die Vergasung setzt sich zusammen aus dem im Abstreifer gelösten Gas (mittleres C 3,6-4), aus dem bei der Produktentspannung freiwerdenden Produktgas (mittleres C 2,6-3,2) und aus Kreislaufgasverlusten (mittleres C 1,3-1,6). Die Kreislaufgasverluste enthalten die für den Dichteschreiber am Ofenausgang abgezweigte Gasmenge von 150 Ltr/h, die für die Kreislaufgasanalysen am Ofeneingang und Ofenausgang abgezweigten Gasmengen von je 40 Ltr./h sowie eventuelle unkontrollierbare Verluste durch Undichtigkeiten. Letztere wurden in folgender Weise abgeschätzt: Von der Frischgasmenge (0,3-0,7 cbm/h) wurden der berechnete chemische Wasserstoffverbrauch und die oben angegebenen Verluste für Dichteschreiber und Analysen abgezogen. Die Differenz war in den ersten Versuchen etwa 0 (bisweilen sogar negativ), sodaß offenbar keine Undichtigkeiten vorlagen, in den späteren Versuchen betrug die Differenz bis zu 300 Ltr/h und wurde als Undichtigkeitsverlust in Rechnung gesetzt.

Bestimmung der Koksmenge:

Die auf dem Kontakt abgeschiedene Koksmenge wurde aus dem Sauerstoff- (Luft) Verbrauch während der Regeneration unter Annahme einer Zusammensetzung des Kokses von 92% C und 8% H berechnet. Zu den hohen Koksmengen bei den Schwerölversuchen, die die in den vorangegangenen Kleinversuchen gefundenen Koksmengen z.T. stark übersteigen, ist zu bemerken, daß offenbar schon im Vorheizer (Bleibad + elektrischer Spitzenvorheizer) Koksabscheidung eintrat, da der Vorheizer für den 3-fachen Durchsatz dimensioniert war. Möglicherweise waren auch die senkrecht stehenden Windungen des Vorheizers für Schweröle ungünstiger als wagrechtliegende Windungen.

Versuchsfolge:

1. Ein nicht mit aufgeführter orientierender Versuch
2. Ein Mittelöldauerversuch, 20 Stunden P 139 Dieselöl, 24 → 25,5 mV, weitere 20 Stunden P 1203 von 180-330° 25,5 → 26,5 mV
3. Ein kurzer Versuch (20 Stunden) mit P 1203 von 180-330° bei 26,5 mV
4. Ein Schwerölversuch mit P 1338 Druckdestillat >350°, nach 11 Stunden wegen zu hoher Druckdifferenz abgestellt
5. Dto 33 Stunden Dauerversuch 25 → 26 mV, wegen zu hoher Druckdifferenz abgestellt.
6. Kurzversuch mit P 1338 Mittelöl 25 mV
7. Kurzversuch mit P 1338 Druckdest. >350°: 25 mV
8. Kurzversuch mit P 1203 Vakuumdest. >350° 25 mV
9. Fluoraktivierung des Kontaktes Insgesamt 1 600 g Xylolhexafluorid wurden hierzu in Benzin gelöst (P1400 v. 90-190°) innerhalb von 8 Stunden bei Durchsatz 0,3 und 20 mV über den Kontakt gefahren. Anschließend wurde ohne Regeneration ein Kurzversuch mit P 1203 Vakuumdest. >350° bei 25 mV gefahren, der gegenüber dem gleichen Versuch vor der Aktivierung 8% mehr Benzin und 5% weniger Schweröl rückstand ergab.
10. Wiederholung des wegen zu hoher Druckdifferenz vorzeitig abgestellten vorhergehenden Versuchs.
11. Versuch wegen Störungen vorzeitig abgebrochen.

- 6 -

12. Kurzversuch mit P 1338 Druckdestillat -350° bei 25 mV, ergab gegenüber dem entsprechenden Versuch vor der Fluoraktivierung des Kontaktes 3% mehr Benzin und 5% weniger Schwerölrückstand.

13. Kurzversuch mit P 1203 Mittelöl 25 mV

14. Kurzversuch wie Versuch 9 ergab 4% Benzin weniger als Versuch 9 (Nachlassen der durch die Fluorbehandlung erhöhten Kontaktaktivität?)

15. Kurzversuch mit einem B-Mittelöl aus Versuch 2 und 3 (aus P 1203 Mittelöl) bei 26,5 mV.

Versuchsstörungen:

Während der Versuche traten öfters Störungen durch Verstopfungen an allen möglichen Stellen der Apparatur (Drosseln, Ventilen, Abstreifer) auf, die auch durch Spülen der Ausgangsleitung mit Wasser oder Sodalösung während des Betriebes sowie während der Regeneration nicht behoben werden konnten, die aber mit der Fahrweise wohl nicht in Zusammenhang zu bringen sind. Das Spülwasser enthält während der Betriebsperiode viel NH_3 und nur wenig CO_2 und S. Die festen Ansätze hatten hohen Schwefel- und Aschegehalt, die Asche bestand im wesentlichen aus Eisenoxyd.

Kontaktausbau:

Der Kontaktausbau sah sehr schlecht aus: 80% ganze Pillen und 20% halbe Pillen. Die Kontaktpillen waren mit Eisenoxyd überzogen und besaßen nur noch sehr geringe Festigkeit. Sie zerbrachen sehr leicht zwischen den Fingern, wobei sich meist ein Mantel von einem ebenfalls nicht sehr festen Kern ablöste. Da ein Kontaktzerfall in diesem Ausmaße bisher beim Fahren von Schweröl über Tonerdekontakte nicht beobachtet wurde, scheint er auf die Fluorbehandlung des Kontaktes im Ofen zurückzuführen zu sein. Der ausgebaute Kontakt enthielt 6,1% Fluor und hatte ein Ausbaugewicht von 3,8 kg gegenüber einem Einbaugewicht von 4,20 kg. Der Ofen enthielt ferner noch 1,1 Ltr. Staub (930 g), der nach der Analyse zu zwei Drittel aus dem Kontakt stammte, während der Rest hauptsächlich aus Fe_2O_3 bestand.

Zu den Tabellen:

Tabelle 1 enthält die Analysen der Ausgangsöle,

Tabelle 2 die Mittelölversuche (Versuchsbedingungen, Aufteilung des Gesamtanfalles in Benzin -170°, Mittelöl >170°, Gas und Koks und eine kleine Abstreiferuntersuchung einschließlich eines Versuches mit B-Mittelöl von vorangehenden Versuchen.

Tabelle 3 enthält die genaueren Produktuntersuchungen zu Tabelle 2 (Kolonnenzerlegung, Benzin- und Mittelöluntersuchung). Die Benzine wurden einheitlich bei 170° Endpunkt abgeschnitten, da nach früheren Versuchen in 1-Ltr.-Öfen bei 140-150° Endpunkt sicher nicht in allen Fällen B_4-Qualität erreicht worden wäre und daher an eine Qualitätsverbesserung durch Dehydrierung der Benzine gedacht wurde.

Tabelle 4 enthält Angaben über die Schwerölversuche entsprechend Tabelle 2 unter Aufteilung des Abstreifers in Benzin -170°, Mittelöl von 170-350° und Rückstand >350°.

Tabelle 5: enthält die genaueren Produktuntersuchungen zu den Schwerölversuchen (Kolonnenzerlegung, Benzin-, Diesel- und Heizölantersuchung)

Tabelle 6: enthält den chemischen Wasserstoffverbrauch bei den einzelnen Versuchen, der aus dem mittleren C-Gehalt der Vergasung (einschließlich des gelösten Gases), aus dem C- und H-Gehalt des butanfreien Abstreifers sowie einer angenommenen Zusammensetzung des Kokses von 92% C und 8% H berechnet wurde.

Die folgenden Tabellen beziehen sich auf die Weiterverarbeitung eines Teiles der Anfallprodukte und zwar:

Tabelle 7: Weiterverarbeitung von Benzinen; Dehydrierung der Benzine aus P 1203 Mittelöl mit K 7935 bei 25 atm nach Abtrennung der leichten Anteile bis 85°.

Tabelle 8: Weiterverarbeitung der Mittelöle durch Benzinierung mit K 6434 in kleinen Öfen (Dr.Peters)

Tabelle 9: Weiterverarbeitung der Mittelöle durch kat. Kracken mit stückigem Kontakt (Dr.Free).

Ergebnisse der Versuche

I. Dehydrierende Spaltung von Mittelölen

Die Versuche zeigen folgendes (vgl. Kurvenblatt 1):

In Übereinstimmung mit früheren Versuchen in 1-Ltr.-Öfen besteht ein gewisser Zusammenhang mit dem Wasserstoffgehalt des Ausgangsöles in dem Sinne, daß die Spaltung unter gleichen Bedingungen umso stärker ist je wasserstoffreicher das Ausgangsöl ist. Von den beiden wasserstoffarmen Ausgangsölen (P 1338 Druckdestillat -350° und B-Mittelöl aus P 1203), die einander im H-Gehalt sehr ähnlich sind, läßt sich allerdings das P 1338 Druckdestillat, das einen um 50° höheren 50%-Punkt hat, erheblich leichter spalten als das B-Mittelöl. Sowohl bei früheren ähnlichen Versuchen im 1-Ltr.-Ofen als auch bei der Benzinierung ergab sich ebenfalls, daß das Reitbrooköl erheblich leichter gespalten wird als nach seinem Wasserstoffgehalt zu erwarten wäre, während andererseits keine Anzeichen dafür vorliegen, daß das B-Mittelöl als Spaltrückstand besonders schwer spaltbare A teile enthält.

In den Eigenschaften der Spaltprodukte spiegelt sich die Spalttemperatur mindestens ebenso stark wieder wie der Wasserstoffgehalt des Ausgangsöles. Die B-Mittelöle waren stärker verschieden und ihr Anilinpunkt auch stärker von den Reaktionsbedingungen abhängig als die erhaltenen Benzine. Auffallend ist der hohe Aromatengehalt des Benzins, das durch nochmalige Behandlung des B-Mittelöls aus P 1203 erhalten wurde. Die B-Mittelöle wären bei den wasserstoffreicheren Ausgangsölen (Bruchsaler und Elverather Öl) als Dieselöle verwendbar (Cetanzahlen 46-50), bei wasserstoffärmeren Ölen dagegen hierfür zu wasserstoffarm (Cetanzahlen 34-37). Die Benzine wurden einheitlich bei 170° Endpunkt als Ausgangsstoffe für eine Benzindehydrierung nach dem DHD-Verfahren abgeschnitten.

Ähnlich war auch bei den Schwerölen (vgl. Kurvenblatt 2) das wasserstoffreichere Öl leichter spaltbar. Im Vergleich zu Mittelölen ist die Koksbildung größer, die Benzinbildung kleiner und die erhaltenen Benzine weniger klopffest.

Die Fluorierung des Kontaktes brachte eine Aktivitätssteigerung, die jedoch nach einigen Regenerationen verschwand. Sie dürfte bei dem verwendeten Kontakt, insbesondere wenn man den Kontaktausbau (vgl. S. 6) bedenkt, nicht zweckmäßig sein.

Die im Versuch gefahrene Cykluslänge (vgl. Kurvenblatt 3) ist bei Mittelölen mit max. 40 Std. größer als bei Schwerölen mit 30 Std. und man kann, wenn man das Abklingen dabei betrachtet, bei 40-50 atm H_2-Druck bei Mittelölen wohl mit 100 Std. und mehr bei Schwerölen (Destillat!) mit 50 Std. rechnen.

In dem Versuch vom 9./10.8. mit P 1203 Mitteilöl wurde die Vergasungszusammensetzung genauer untersucht mit dem Ergebnis: 22,1 Gew.% C_1, 25,8% C_2, 14,9% C_3, 37,2% C_4-Kohlenwasserstoffe. Das Butan enthielt 22% isc-Butan, die Gesamtvergasung etwa 1% Ungesättigte. Die Gaszusammensetzung ist somit sehr ähnlich derjenigen bei der Benzindehydrierung mit Kontakt 7360 und wesentlich verschieden von der beim drucklosen katalytischen Kracken, wo sie zu 80-90% aus Flüssiggas mit sehr hohem Isobutangehalt besteht.

Zur Verbesserung der Klopffestigkeit wurde die aus Bruchsaler Mittelöl erhaltene Schwerbenzinfraktion im 1-Ltr.-Ofen (Tab.7) dehydriert. Diese Versuche ergaben in Anbetracht des Anilinpunktes des verarbeiteten Benzins etwas zu niedrige Ausbeuten. Dies ist durch einen niedrigen Naphthen- und hohen (24%) Aromatengehalt des Schwerbenzins bedingt.

Mittelöle aus der Verarbeitung von Reitbrook Mittelöl und Bruchsaler Schweröl wurden (Tab. 8) im kleinen Ofen (Dr.Peters) über 6434 benziniert.

Es zeigte sich (vgl.Zusammenstellung Dr.Günther vom 3.9.42 Nr.20584 i)daß beide Mittelöle im Vergleich zu Erdölmittelölen mit gleichem Anilinpunkt etwa die doppelte Leistung ergeben. Die Oktanzahl der 6434 Benzine ist um mindestens 1-3 Punkte besser als aus dem gleichen Erdöl ohne diese Dehydrierung bei etwa 50 atm.

Zum kat. Kracken bei Dr. Free (vgl.Tab.9) wurden Mittelöle aus Bruchsal und Reitbrook Schweröl eingesetzt [1]. Beide Mittelöle mit dem Anilinpunkt 52,5 bzw. 44 ergaben nur kleine Benzinbildung und hohe Koksmenge (ca. 15% auf Einsatz). Die durch spaltende Dehydrierung erhaltenen Mittelöle sind demnach für das katalytische Kracken wohl infolge eines hohen Aromatengehaltes nicht geeignet. Der Aromatengehalt dürfte weit über 15%, d.h. dem der zugehörigen Benzine liegen.

---

1) Rückstandsmittelöle aus Mittelölen hatten sich bei früheren Versuchen schlecht kracken lassen und wurden daher nicht untersucht.

Tabelle 1: Ausgangsstoffe.

	Bezeichnung	P 189 Dieselöl vom 8.1.194	P 1203 180-330°C v.5.8.1941	P 1338 Druckdestillat -350°C v.10.8. 1941	Mittelöl >170°C aus Sa-Prod.Of. 601 v.8.-10.8.aus P 1203 -350°
Mittelöl	Gew.% vom Druckdestillat	-	-	40,4	
	Spez.Gewicht=20°C	0,845	0,814	0,870	0,843
	Anilinpunkt °C	70	+72,7	+48,5	+50,5
	% C	(86,9 1)	85,84	85,77 n	87,65
	% H	(13,1)	13,92	13,24	12,29
	Jodzahl				4,75
	Viskosität bei 20°C			1,42	-
	Stockpunkt °C			-38	
	Cetanzahl			-	43,5
	Siedebeginn °C	225	171	160	155
	% -200°C	1	12,5	5	8,5
	% -225°C	4	24	10	31,5
	% -250°C	2	36,5	20,5	55,5
	% -275°C	13	53	34,5	72,5
	% -300°C	45	75,5	54	85,5
	% -325°C	84	93,5	72	91,5
	% -350°C			87,5	94,0
	Endpunkt °C/%	342/98	338/98,5	360/93	360/96

	Bezeichnung	P 1203 Vak.Dest. >350°C vom 21.8.41	P 1338 Druckdestillat >350 vom 26.7.41	P 1338 Druckdest. >350°C v.10.8.41
Schweröl	Gew.% vom Originalöl(bezw.Druckdest.)	47,8 2)	45,9	55,1
	Spez.Gewicht /50oC	0,880	0,951	0,927
	Wasser	0,2	0	
	Festes	0,02	0,1	
	Asche im Ganzen	0,01	0,04	
	n-Asphalt	Spuren	0,8	
	Paraffin (Holde)	6,4	2,6	
	% C	86,44	85,41	(85,6 1)
	% H	12,60	10,82	(11,3 1)
	Siedebeginn	190°C	-	
	%-325°C	7,3		
	%-350°C	13,1	0	
	Vakuumkurve	17 mm	18mm	18mm 1)
	Beginn	-	265	-
	% -225°C	12,4	-	ca.5
	% -275°C	28,6	-	ca.25
	% -325°C	56,3	36,9	ca.50
	Spez.Gewichte -225°C	0,839/20	-	-
	225-275°C	0,865/40	-	-
	275-325°C	0,873/60	0,917/60	-
	über 325°C	0,881 /90	0,948/90	ca.0,925/90

1.) nach frühe[illegible] Chargen geschätzt
2) 3,7 % Vak.[illegible]t.Rückstand

Tabelle 2: Dehydrierende Spaltung der Mittelölfraktionen.

Produkt	P 189 Dieselöl vom 8.1.1941		P 1203 v. 180-330° vom 5.8.1941		P 1203 v. 180-330°C vom 5.8.1941			P 1331 Druckdest. v.180-350 v.10.8.41		P 1203 v.180-330 v.5.8.41	Mittelöl 170-350°C aus Sa-Produkt vom 8.-10.8.(aus P1203 von 180-330°C)	
Datum 1941	7.8. 9-16h	- 20-3h	8.8. 10h	- 15-23h	9.8. 17-20h.	10.8. 5-8h	9/10.8. 17-8h	19.8. 13-20h		30.8. 15-22h	1.9. 21-4h	5.9. Of.308/I 3) 13-20h
Druck atm	50	70	70	70	68/75	75/70	70/75	68		65/68	67	50
Wasserstoffpartialdruck	40	52	-	41	-	-	43	53		55	43	50
Temperatur MV	24	25,5	25,5	26,5	26,5	26,5	26,5	25		25	25,5	26,5
Durchsatz kg/l/std.	0,5	-	-	-	-	-	-	-		-	-	-
cbm Gas/ kg Öl	2	-	-	-	-	-	-	-		-	-	-
Kontaktperiode (Regen.)	16	-	-	-	17	-	-	20		27	29	-
Betriebsstunden	2-7	13-20	27	33-40	4-7	16-19	4-19	5-12		5-12	4-11	1-8
Gew.% Benzin -170°C	19,2	29,5	ca.30	43,8	ca.47	ca.42	44,3	27,5		41,1	21,5	40,2
Mittelöl >170°C	75,9	63,9	-	46,4	-	-	43,8	67,7		48,6	68,2	36,5
Gas C_1-C_4	4,75	6,4	-	9,65	-	-	11,5	4,1		8,8	8,6	18,7
Koks	0,15	0,15	(0,1)	0,15	(0,4)	(0,4)	0,4	0,75		1,5	1,7	2,6
Gas.Abfall/Einspritzung	0,92	1,08	-	1,02	-	-	1,12	1,11		0,90	1,08	0,935
Vergasung+Koks/Vergasung+ Benzin -170°C+Koks	20,3	18,2	-	18,3	-	-	25,8	15,0		20,0	32,3	39,1
Abstreifer (nicht entbutanisiert)												
Spez.Gewicht /20°C	0,820	0,808	0,794	0,788	0,785	0,783	0,782	0,819		0,763	0,826	0,798
Anilinpunkt °C	+50,2	+50,5	+56,1	+43,5	+37	+44,5	+42,5	+43		+54,7	+35,2	+23,5
% C	-	86,76	-	85,96	-	-	86,73 1)	(87,3)		86,46 1)2)	88,04 1)2)	-
% H	-	13,05	-	14,21	-	-	12,99 1)	(12,7)		13,69 1)2)	11,71 1)2)	-
Siedebeginn °C	53	54	44	53	49	48	49	63		33	36	34
%-70°C	-	1,5	2	2,5	3,5	4	2,7	-		8	5	7
%-100°C	4,5	7,5	7	11,5	14	13	14,7	3		18,5	10	18,5
%-120°C	8	12,5	11,5	19,5	23	21,5	23	7,5		24,7	14	26,5
%-150°C	15	22,5	20	31,5	38,5	35	36,7	17,5		36	20	40
%-170°C	20	28,5	29	42,5	50	45	47	26		45	25	52
%-200°C	27	38	41	58	66	62	62	39		57	51,5	68,5
%-225°C	35	45,5	53	70	78	72	74	51		67	59,5	-
%-250°C	45	58,8	65	80	87	82	84	62		76	75	-
%-300°C	80	85,5	88,8	93,5	94,5	94	94,5	83		90	93	-
%-325°C	92	96	-	-	-	-	-	90		93	95	-
Endpunkt	335/97,5	332/98	322/97,5	320/97	320/97	318/97	312/97	350/97		335/96	333/96,5	318/96
AP -170°C	46,8		53					+47		51	42	
>170°C	52,2		57,8		34,0	42,5		+42,5		57,5	34	

Kontaktfluorierte (vgl. Tabelle 4)

1) flüchtig butanfrei
2) nicht butanfrei C=86,17; H= 13,88
3) In 1 Literofen mit Kontakt 7935 nicht fluorbehandelt zum Vergleich.

Tabelle 3: Große Untersuchungen zu Tabelle 2.

Produkt	P 189 Dieselöl vom 8. 1.		P 1203 v/180-330° v. 5. 8.		P 1338 Dr.D. v. 180-350° v/10.8.	P 1203 v/180-330° v/5.8.	Mittelöl > 170° aus Sa.Prd. vom 8. - 10. 8.	
Datum 1941	7. 8. 9-16h	7.8. 20-3h	8.8. 15-2h	9/10.8. 17-8h	19.8. 13-20h	30.8. 14-2h	1.9. 21-4h	5.9. 13-20h
Temperatur mV	24	25,5	26,5	26,5	25	25	26,5	26,5 1)
Benzin -170°								
Gew.-% v. flüss. Anfall	20,1	30,8	47,5	48,3	28,4	44,7	24,3	52,5
spez. Gewicht bei 20°C	0,727	0,728	0,728	0,724	0,740	0,710	0,722	0,738
Anilinpunkt I °C	+47,7	+48	+48,5	+47,5	+45,5	+49,5	+37,2	+34
" II	+63,5	+64,5	+65,5	+65	+59,5	+64	+66	+67,3
Zusammensetzung: (Gew.-%)								
% Paraffine	62,0	65,0	66,5	64,0	53,0	64,5	58,0	57
% Naphthene	17,0	14,5	12,0	13,0	28,0	16,0	9,0	4,5
% Aromaten	18,5	19,0	20,0	20,5	17,0	17,0	32,0	36
% Ungesättigte	2,5	1,5	1,5	2,5	2,0	2,5	1,0	1,5
Jodzahl (aus Bromzahl)	4,6	5,6	5,8	4,75	4,4	9,0	18,6	2,3
% C	-	-	88,45	-	85,80	-	-	-
% H	-	-	11,35	-	14,06	-	-	-
Oktanzahlen: Motor-Methode	58,1	57,1	52,5	51	62,5	66,4	73	69
Motor-Methode + 0,12% Pb	82	78,5	78,5	83	82	86	89,6	85,5
Siedebeginn °C	40	34	37	42	40	32	29	38
% - 60°C	2,5	6,5	5,5	6	1,7	13	17	5,5
% - 70	7,8	10,5	11,5	11	4,5	21	26	11,0
% - 80	15	17,5	18	20	9,5	29	32	18,0
% - 100	32	34,5	35	38	25,3	45,5	48	32
% - 120	52	56	52	55	47,8	59	64	51
% - 150	86	85,5	82	87	88	88	88	83
% - 170	95,5	97	96,5	98	97	95	95,5	94,5
Endpunkt °C	174/96,5	176/98	174/98	172/98,5	172/99	173/96,5	170	189/97
Rückstand > 170°								
Gew.-% v. flüssigen Anfall	79,2	68,5	51,8	51,0	70,8	54,5	74,7	44,5
Spez. Gewicht bei 20°C	0,849	0,848	0,848	0,848	0,854	0,820	0,868	0,896
Anilinpunkt °C	+55,5	+52,5	+41	+37,5	+43,5	+61,7	+35,5	+4,5
% C	-	-	88,45	-	87,82	-	-	-
% H	-	-	11,35	-	12,20	-	-	-
Cetanzahl	46,5	43	38	35	34,5	49,5	36,5	-
Siedebeginn °C	209	187	187	185	192	189	190	185
% - 200°	-	1,5	7,5	12,5	3	6	8,5	12,5
- 225	6	11	42	49,7	27,5	37	42	54,8
- 250	21,5	33	67	71	47,8	59	67	77,5
- 275	41,5	56	83	85	66,5	76	82	88,5
- 300	70	79	94	93	79	90	89	93
- 325	91	93	97,5	98	90	-	94,5	95,5
- 350	-	-	-	-	95,5	-	-	97
Endpunkt °C	347/98	342/98,5	333/99	325	356/97,5	315/97,5	348/98	361/99

1) Im 1-ltr-Ofen 308/I mit Kontakt 7935 Faß 70-110 nicht fluorbehandelt zum Vergleich.

Tabelle 4.

Dehydrierende Spaltung der Schweröl-Fraktionen.

Produkt	P 1338 Dr.D. >350° v.10.8.		P 1338 Dr.D. >350° v.10.8.					P 1338 Dr.D >350° v.10.8.		P1203 Vak.D. >350 v.21.8.	
Datum 1941	10.8. 22-23h	10/11.8. 24-5,40h	14.8. 8-9h	- 8-15h	- 16-23h	- 24-5h	15.8. 6-9	20.8. 14-16h	- 17-24h	22.8. 14-21h	23.8. 17-4h
Druck Atm	70	70/60	60	60-85	85	85	85	72	72-90	70	42
H_2-Partialdruck	-	~25	-	~40	48	-	-	..	~45	50	-
Temperatur mV	25	25	25	25	25,5-26	26	26	25	25	25	20
Durchsatz kg/L.Std.	0,[illegible]	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,2
cbm Gas/kg Öl	2	-	-	-	-	-	-	-	-	-	5
Kontaktperiode (Regen.)	18	-	19	-	-	-	-	21	-	22	23
Betriebsstunden	3-4	5-11	5-6	5-12	13-20	21-26	27-[illegible]	2-4	5-12	5-12	1-12
Spez.Gewicht Anfall											
Gew.% Benzin -170°	~26,5	17,5	~19	16	15	~18	~16	~22	1[illegible],5	16,5	
Mittelöl -350°	~49	43,5	~41	38,5	35,5	~42	~34	51	38,5	45	
Rückstand 350°	~13,5	28,5	~30	35	37	~30	~40	17	34,5	31,5	
Gas C_1-C_4	-	6,5		6	8	-		-	8	5,5	
Koks	-	4,0		(,45)	(4,5)	-	-	-	3,5	1,5	
Gesamtanfall/Einspritzg.		~1,07		~97	~96				~96	~94	
Verlust(Gas + Koks)/Bi+Verlust		37,5		39,5	45				42,5	20,5	
" /Neuölleistung-325°+ Verlust		14,5		16	19,5				17,5	9	
Spez.Gewicht/20°	0,803	0,[illegible]64	0,856	0,870	0,876	0,880	0,8[illegible]	0,840	0,870	0,834	
Siedebeginn	46	59	68	68	67	62	7[illegible]	54	-	-	
% - 170°	24,8	15,1	6,5	15,2-180	12,6	17,5	13,[illegible]	19,4	12,5	13,6	
- 200°	34,8	21,5	5,0	19,3	18	24	20	27,7	18,5	20,7	
- 325°	78,8	59,6	5,5	54	50,4	55,5	46,[illegible]	71,5	50,1	58,0	
- 350°	85,4	68,9	7[illegible],5	5[illegible],2	60,2	66,5	55	80,3	61,9	68,5	
- 170° Spez.Gewicht/20°	0,730		-			-	-	0,734			
Anilinpunkt	+49,6	s.gr.U.	+50,5	-200 51,2		+50,2	+49,[illegible]	+49	s.gr.U.	s.gr.U.	
170-350° Spez.Gewicht/20°	0,853		-	s.gr.U.	s.gr.U.	-		0,855			
Anilinpunkt	+43,3		+47,0			+44,2	+45,[illegible]	+44,5			
350° Spez.Gewicht/50°	0,977		-			-	-	0,949/20°			
% C Anfall butanfrei	-	87,66	-	-	-	-	-	-		87,60	
% H	-	11,71	-	-	-	-	-	-		12,54	
Bemerkungen		Wegen Druckdifferenz abgestellt.	Nach 33 Stunden wegen Druckdifferenz abgestellt								

Produkt	P 1203 Vak.D. >350° v.21.8.		P 1203 Vak.D. >350° v.21.8.		P 1338 Dr.D. >350 v.26.7.		P 1203 Vak.D. >350° v.21.8.
Datum 1941	24.8. 5-3h	- 9-11h	25.8. 18-21h	- 22-5h	28.8. 4-8h	- 9-16h	31.8. 15-22h
Druck Atm	0	70/72	70	70	60	56-70	68
H_2-Partialdruck		47	-	48	-	35	51
Temperatur mV	5	25	25	25	25	25	25
Durchsatz kg/L.Std.	,5	-	-	-	-	-	-
cbm Gas/kg Öl		-	-	-	-	-	-
Kontaktperiode (Regen.)		-	24	-	26	-	28
Betriebsstunden	2-5	6-9	[illegible]-4	5-12	[illegible]-4	5-12	5-12
Spez.Gewicht Anfall							
Gew.% Benzin -170°	~26	21	~30	24,5	~27	17	20,5
Mittelöl -350°	~44	47	~45	38,5	~40	40,5	47,5
Rückstand 350°	~20	23	~15	25,5	~23	33	25
Gas C_1-C_4	-	5,5	-	8,5	-	6	5
Koks	-	3,5	-	3	-	3,5	2
Gesamtanfall/Einspritzg.		~115		~90		~108	~94
Verlust(Gas + Koks)/Bi+Verlust		29,5		32,5		35,5	24,5
" /Neuölleistung-325°+ Verlust		11,5		18		14	9
Spez.Gewicht/20°	0,825	0,836	0,817	0,820	0,848	0,868	0,827
Siedebeginn	60	62	48	-	59	55	60
% - 170°	23,7	18,1	29,8	22	24,5	15	17,2
- 200°	37,4	29	39,8	29,8	31,5	21,2	25,6
- 325°	71,0	63,5	73,8	62,5	65,5	55,4	62,3
- 350°	78,2	72,7	81,0	71,6	73,0	66,4	72,4
- 170° Spez.Gewicht/20°							
Anilinpunkt	+50,8	+51,8	+48[illegible],[illegible]	s.gr.U.	+46	s.gr.U.	s.gr.U.
170-350° Spez.Gewicht/20°							
Anilinpunkt	+51,5	+54,5	+46,3		+40		
350° Spez.Gewicht/50°							
% C Anfall butanfrei	-	-	-	87,50	-	87,58	87,35
% H	-	-	-	12,65	-	11,77	12,69
Bemerkungen	Wegen Druckdifferenz abgestellt						

Kontakt Filtrierte 4.7.39 1400 90-200° durch 12-stündiges Kochen 23.4.39 + 0,67 % P 1481.

Tabelle 5: Grosse Untersuchungen zu Tabelle 4.

Ausgangsöl	P 1338 Druckdestillat >350°C v.10.8.				P 1203 Vak.Destill. >350°C v.21.8.		P 1338 Druckdest. >350°C v. 26.7.	P 1203 Dest.>350°C v.21.8.
Datum 1941	10.8., 24-5h0	14.8. 8-15h	14.8. 16-23h	20.8. 17-24h	22.8. b	25.8. 22-5h	28.8. 9-16h	31.8. 14-21h
Temperatur NV	25	25	25,5-26	25	25	25	25	25
Benzin -170°C (mit NaOH gew.)								
Gew.% vom flüss.Anfall	19,4	16,9	16,1	16,6	17,6	27,1	18,0	21,9
Spez.Gew./20°C	0,725	0,724	0,722	0,725	0,718	0,721	0,722	0,71[illegible]
Anilinpunkt I	+51,2	+52,1	+53,4	+52	+56	+50	+51	+50,3
" II	+63,6	+64,2	+64,5	+64,2	+64,2	+64,6	+64,2	+64,[illegible]
Zusammensetzung: Paraffine Gew.%	65,5	67,5	69	67	65,5	55	65	66
Naphthene	17	16	15	16	22	23	15	15
Aromaten	15	14,5	13,5	15	10,5	17,5	16	14,5
Ungesättigte	2,5	2	2,5	2	2	4,5	4	4,5
Oktanzahl: Research-Methode	54,7	52	49		46,8	68,5	59,5	65,[illegible]
Motormethode	52	52	49,5	52,5	46	66,5	59,8	65,[illegible]
Siedebeginn: °C	46	58	55	55	52	40	47	40
% -60°C	3	-	1	0,5	2	7	3,5	7,[illegible]
% -70°C	8	3	5	4	7	13	8	14
% -80°C	14	9	11,5	10	14	20,5	16	22
%-100°C	31,5	28	30	28,3	33	38,5	36,5	40
%-120°C	51	51,5	53	51	57	59	60	60,5
%-150°C	82,5	85	86,5	84,5	88	87	89	88,5
%-170°C	94	95,5	97	95	96,8	96,5	97,5	96,7
Endpunkt °C/%	179/97	175/98,5		173/96,7				
Mittelöl 170-350°C								
Gew.% vom flüss.Anfall	48,8	43,6	41,1	43,7	48,3	43,5	44,8	49,2
Spez.Gewicht/20°C	0,860	0,859	0,858	0,859	0,832	0,852	0,864	0,838
Anilinpunkt	+47	+48	+49,5	+47,8	+60,5	+50,5	+45,5	+56,2
Cetanzahl	41,0	42,5	52,5	38,5	48,0	41,0	39	46
Viskosität bei 20°C	1,29	1,28	1,28	1,29	1,28	1,27	1,27	1,26
" " 38°C	1,22	1,22	1,22	1,21	1,22	1,21	1,21	1,21
Stockpunkt °C	-28	-25	-26	-29	-19	-30	-33	-26
Trübungspunkt °C	-21	-21	-23	-23	-15	-22	-26	-20
Siedebeginn °C	191	193	190	193	191	190	186	-
% - 250°C	37,5	36,6	38,6	38,7	38,6	48,2	40,1	43,[illegible]
% - 325°C	90,2	89,3	89,6	89,2	88,7	90,9	89,2	90,[illegible]
% 350°C	97,8	97,5	97,8	97,2	97	97,5	96,9	97,5
Rückstand >350°C								
Gew.% vom flüss.Anfall	31,8	39,3	42,6	39,5	33,9	29	36,9	28
Spez.Gewicht/50°C	0,972	0,948	0,944	0,958	0,896	0,902	0,942	0,[illegible]
Viskosität bei 50°C	4,22	2,99	3,01	2,53	2,01	2,22	2,60	2,[illegible]
" " 80°C	1,70	1,53	1,51	1,41	1,36	1,39	1,42	1,[illegible]
Stockpunkt °C	+14	+17	+16	+16	+25	+22	+13	+2[illegible]
Koksrest	?	0,65	0,61	0,32	0,17	0,15	0,5	0,[illegible]
n.Asphalt	0,1	0,3	0,1	<0,1	Spuren	Spuren	Spuren	Sp[illegible]en
Flammpunkt °C	198	194	193	184	188	192	186	[illegible]
Vakuumkurve	19mm		18mm	18mm	21mm	21mm	18mm	19
Beginn °C	224		203	203	206	206	208	20[illegible]
% -225°C	-	-	11	15	5,0	14,6	11,8	13
% -275°C	60,9	-	62,6	67	67,4	59,2	68,3	67,[illegible]
% -325°C	91,2	-	92,2	93,6	94,4	90,6	92,8	94,[illegible]
Spez.Gewicht -225/20°	-	-	0,935	0,932	0,892	0,904	0,934	0,898
-275/40°	0,950	-	0,932	0,931	0,892	0,902	0,935	0,894
-325/60°	0,983	-	0,950	0,950	0,905	0,902	0,952	0,900
>325/90°	-	-	1,040	1,054	1,010	0,955	1,050	0,988