Die beiden aufgeführten Versuche unterscheiden sich hauptsächlich in der verschiedenen Staffelung der Ofeneingangstemperaturen. Bei dem einen liegt die Eingangstemperatur des ersten Ofens höher als die der beiden folgenden Öfen, bei dem anderen sind umgekehrt die Eingangstemperaturen von Ofen 1 nach Ofen 3 ansteigend gestaffelt. In Übereinstimmung mit früheren Versuchen wurde bei der letzteren Fahrweise eine bessere Ausbeute erhalten.

Im stabilisierten Abstreifer (incl. Gasbenzin) sind im Mittel 4,1 Gew.% Pentan (davon 15 % Gasbenzin) enthalten, von denen etwa 3 Gew.% in der DHD-Stufe neugebildet wurden.

Qualität des fertigen DHD-Hochleistungskraftstoffes (nach Zumischung der leichten Anteile).

Zwei Anfallprodukte, von denen das eine bei 43 atm, das andere bei 24 atm Arbeitsdruck hergestellt wurde (Versuche Nr. 3 und 5), wurden im Anfallverhältnis mit leichten Anteilen gemischt, stabilisiert und redestilliert. Die wichtigsten Analysendaten sowie die Menge des verlorengegangenen Pentans (Gasbenzin + weggestabilisiertes Pentan) sind in der folgenden Tabelle aufgeführt:

Arbeitsdruck atm	43	24
bezogen auf DHD-Benzin Gew.% verlorengegangenes Pentan	2,5	1,9
DHD-Benzin		
Spez. Gew. / 15°C	0,781	0,782
Anilinpunkt	0,3	0,2
Dampfdruck n.Reid bei 38°	0,425	0,392
Siedebeginn	46	46
% - 70	16,5	15
% - 100	50,0	47,5
% - 150	92,5	91,5
Endpunkt	168/98,8	166/98
Gew.% Aromaten	56,5	56,5
O.Z. Motormethode	83,0	82,1
" + 0,12 % Pb	95,5	93,8
Restbenzin: % - 100°	85,5	82
O.Z. Motormethode	75	74,9
Überladung Oppau	im Min. 2,7 atm über CV_2B-RLM	im Min. 2,2 atm über CV_2B-RLM

Nach den % - 70° und - 100°C der ASTM-Kurve der beiden Benzine zu urteilen, liegen die Reid-Dampfdrucke zu hoch. Wahrscheinlich enthalten die Benzine noch geringe Mengen an Butan. Unter Berücksichtigung dieser Tatsache scheint es danach zumindest bei dem 24 atm-Produkt möglich, das gesamte Gasbenzin und wegstabilisierte Pentan noch in butanfreien DHD-Benzin unterzubringen, ohne den vorgeschriebenen Reid-Dampfdruck von 0,4 atm zu überschreiten. Dies wird erst recht bei dem jetzt zugelassenen höheren EP. 175° möglich. Die Überladekurve der so hergestellten Hochleistungskraftstoffe dürfte etwa 2,5 bis 3 atm im Minimum über der des Vergleichskraftstoffes CV_2B RLM liegen. Im Vergleich hierzu sei erwähnt, daß aus 5058/6434-Benzin aus Steinkohle [1] ein DHD-Benzin gewonnen wird, das in der Überladekurve im Minimum etwa 2-21/2 atm über dem Vergleichskraftstoff liegt.

Vergleich der beiden Arbeitsdrucke.

In der folgenden Tabelle sind mit Hilfe des Kurvenblattes 1 für ein Anfallprodukt mit 75 % Aromaten extrapolierte Werte der 42 atm und 24 atm - Versuche einander gegenübergestellt:

Arbeitsdruck atm	42	24
Durchsatz kg/l x Std.	0,4	0,4
cbm Gas/kg Öl	1,5	1,5
Zyklusdauer	ca. 20	ca. 20
Temp. des Raffinationsofens	ca. 300	ca. 300
% Ausbeute an stab. Abstreifer [2]	77	80
% Ausbeute an stab. Benzin [2]	72,5	72,5
% Koks	0,20	0,30
stab. Abstreifer [2]		
Gew.% C_5	6,1	4,1
% - 100°C	28	23
Gew.% Aromaten	75	75
Jodzahl Han. 38	ca.3	ca. 6
stab. Benzin - 165°C [2]		
Dampfdruck bei 78°C n.R.	0,25	0,22
% -100°C	30	27
Gew.% Aromaten	73,0	72,5
Restbenzin OZ. Motor [3]	(69)	(68)
Ausgangsmaterial:		
Siedebereich/%-100°	97 - 182 / 1,5	
Anilinpunkt I/II	50 / 53	

1) mit schätzungsweise 2/3 6434-Benzin.
2) incl. Gasbenzin.
3) aromatenfrei gerechnet.

Demnach werden bei 24 atm um etwa 3 % bessere Ausbeuten an stabilisiertem Abstreifer als bei 40 atm erhalten [1]. Die Ausbeuten an stabilisiertem Benzin sind jedoch wegen der bei höherem Druck kleineren Redestillationsrückstände bei beiden Arbeitsdrucken gleich. Die Koksbildung nimmt mit sinkendem Druck zu. Die Qualität der stabilisierten Benzine ist abgesehen von der bei höherem Druck stärkeren Neubildung an leichten Anteilen und der etwas tieferen Jodzahl druckunabhängig.

Ausbeute an DHD-Benzin in Abhängigkeit vom Anilinpunkt des verarbeiteten Schwerbenzins.

Aus 1000 kg stab. 6434-Benzin -180°C [2] erhält man nach den vorliegenden Versuchsergebnissen folgende Ausbeuten an flüssigen Produkten:

bei 42 atm Arbeitsdruck: 780 kg DHD-Benzin + 36 kg Mittelöl
bzw. bei Rückführung des Mittelöls in die Gasphase 804 kg DHD-Benzin

bei 24 atm Arbeitsdruck: 776 kg DHD-Benzin + 60 kg Mittelöl
bzw. bei Rückführung des Mittelöls in die Gasphase: 816 kg DHD-Benzin

Entsprechend erhält man aus 1000 kg stab. 5058/6434-Benzin -180°C [3] nach früheren Versuchsergebnissen im 40 Ltr.-Ofen (Zus. Dr.No vom 10.8.42 Nr. 205221) folgende Zahlen:

bei 42 atm Arbeitsdruck: 824 kg DHD-Benzin + 39 kg Mittelöl
bzw. bei Rückführung des Mittelöls in die Gasphase: 851 kg DHD-Benzin

bei 24 atm Arbeitsdruck: 811 kg DHD-Benzin + 66 kg Mittelöl
bzw. bei Rückführung des Mittelöls in die Gasphase: 856 kg DHD-Benzin

Der unterschiedlichen Aktivität der bei diesen und den obigen Versuchen verwendeten Kontaktchargen ist bei diesen Zahlen durch Erhöhung der in der DHD-Stufe tatsächlich erhaltenen Ausbeuten um 1 Gew.% Rechnung getragen [4]. Da ferner keine Versuche mit dem 5058/6434-Benzin bei 42 atm Arbeitsdruck vorliegen, wurde eine Umschätzung der Versuchsergebnisse auf diesen Druck vorgenommen.

1) Zu beachten ist, daß dieses Ergebnis bei sehr scharfer Fahrweise erhalten wurde. Bei schwächerer Dehydrierung sind die Ausbeuteunterschiede geringer.
2) Anilinpunkt des Schwerbenzins: 50°.
3) Anilinpunkt des Schwerbenzins: 41°.
4) Nach den Ausbeutenoten beträgt der Unterschied in der Ausbeute zwischen den beiden Kontaktchargen 2 1/2 %. Die Noten beziehen sich jedoch auf die Dehydrierung eines gemischtbasischen Schwerbenzins in 8 Std.-Zyklen, während im vorliegenden Falle naphthenische Benzine in Perioden von 20-24-Std. Dauer dehydriert wurden.

Bei der Übertragung der Ergebnisse auf großtechnische Anlagen sind die angegebenen Ausbeuten um etwa 1 1/2 % zu erniedrigen [1].

Auf dem Kurvenblatt 2 sind die für großtechnische Anlagen geschätzten Ausbeuten (bei Rückführung des Redestillationsrückstandes) für die beiden Arbeitsdrucke von 42 und 24 atm in Abhängigkeit vom Anilinpunkt des in die DHD-Stufe eingesetzten Schwerbenzins aufgetragen und zum Vergleich die nach älteren Versuchen geschätzte Ausbeute - Anilinpunkts-Kurve aus dem Bericht von Dr. Do v. 25.7.41 miteingezeichnet. Der Vergleich ergibt, daß die Ausbeute an DHD-Benzin um etwa 1% höher liegt und etwas stärker vom Anilinpunkt des Schwerbenzins abhängt, als früher angenommen wurde.

gez. Nonnenmacher

Gemeinsam mit

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

---

1) d.h. etwa 2% höhere Verluste in der DHD-Stufe, von denen etwa 1% auf die größere Periodenlänge und 1% auf die längere mittlere Betriebszeit des Kontaktes entfallen.

Anlage 1.

Versuchsbedingungen und Bilanzen.

Versuchsnummer	1	2a	2b	3	4	5
Datum der gesamten Betriebsperiode 9.42	18.17-19.15h	27.12h - 29.6h		25.18.-26.18h	20.10-21.10h	22.15-23.14h
Betriebsstunden	22	42		21	24	23
Datum der bilanzierten Teilperiode 9.42	18.23-19.15h	27.15-28.4h	28.7- 23h	25.27-26.16h	20.18-21.10h	22.22-23.14h
Betriebsstunden	16	16	16	16	16	16
Gesamtbetriebsstd. mit Bi	40	149		108	64	87
Zahl der Regenerationen	1	5		4	2	3
Temperaturen						
Ofen 1: Eingang °C	540	535	540	522	552	534
Ausgang "	473	459	478	458	490	464
Mittel "	505	492	510	488	520	494
" 2: Eingang "	537	533	540	533	543	540
Ausgang "	519	510	520	503	515	510
Mittel "	527	518	528	516	530	525
" 3: Eingang "	539	533	540	540	543	548
Ausgang "	537	535	540	541	537	543
Mittel "	537	534	540	540	539	546
" 4:	253 296	305	305	305	258 322	305
Gesamtdruck	42	40	41	43	25	24
H_2-Druck	23	21	20	24	16	15,3
Durchsatz kg/l x Std.	0,41	0,41	0,41	0,40	0,41	0,40
cbm Gas/kg Einspritzung	1,52	1,45	1,44	1,65	1,62	1,64
Zyklusdauer Std.	16	16	16	16	16	16
Ausbeute Gew.% C für Verlust						
Produkt C_4-frei (dav. C_5 im Gas)	76,5(1,2	75,7(1,4)	74,7 (1,7)	76,8(1,0)	79,9(0,71)	81,6 (0,3)
H_2	1,2	1,2	1,0	1,2	1,4	1,7
C_1-C_4	22,0	22,0	24,2	21,8	18,4	16,4
Koks (90% C)	0,3 ?	0,14	0,14	0,20	0,27	0,30
Rohbilanz	101,4	98,7	99	97,2	99,3	98,4
cbm Überschußgas/to E.P.	254	267	255	268	280	327
darin % H_2	55,4	52,2	48,6	55,6	62,2	64,0
cbm Produktgas/to E.P.	57,3	63,4	76	62,2	25	13,6
kg gelöstes Gas/to E.P.	47	35	36,2	33,7	41,5	32,5

Anlage 2.

Untersuchungen der Abstreiferprodukte.

Versuchsnummer	1	2a	2b	3	4	5
Datum Sept. 42	18/19. 23h-15h	27/28. 15h-7h	28.9. 7h-23h	25/26. 24h-16h	20/21. 18h-10h	22/23. 22h-14h
Gesamtdruck	42	40	41	43	25	24
Eigenschaften des Abstreifers (ohne Gasbi) :						
% C_5	4,44	4,5	—	4,2	3,5	3,2
Spez.Gew./15°C	0,811	0,813	—	0,811	0,815	0,817
Anilinpunkt I	-13,5ber.	-15,7 ber.	-15,5 ber.	-14,9 ber.	-13,3ber.	-14,7 ber
" II	57,0	60,8	60	59,5	56,8	57,8
Siedebeginn °C	42	38	45	38	45	41
% - 70	7,5	7,5		8	5	6
-100	32,0	33,5	24	30	26	22
-120	55,0	53,5		54	50	50
-150	84,0	84,0	74	84	80	80
-180	93,0	92,0	88	93	91	92
Endpunkt	208/97	210/96	220/92,5	202/96	210/96,5	214/97
% Gasverlust	1,7	2,5	5,0	2,3	2,5	1,8
% Paraffine	17	18,0	—	18,0	16,5	16,0
% Naphthene	12,5	8,0	—	9,0	13,0	11,0
% Aromaten	70,5	73,0	73,0	72,0	69,5	71,5
% Ungesättigte	0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,5
Eigenschaften des stab. Abstreifers (ohne C_5 des Gases)						
Spez. Gew./15°C	0,827	0,822	—	0,824	0,827	0,829
Anilinpunkt I	-20,1 ber.	-21,3 ber.	—	-21,1 ber.	-18,7 ber.	-19,9 ber.
" II	57,0	60,8	—	59,2	56,5	57,8
Siedebeginn °C	57	58	—	61	55	58
% - 70	2	2,0	—	1,5	2	2
-100	29	26,0	—	24,0	24	20,5
-120	54,5	52,5	—	51,5	48	47,5
-150	83,0	85,0	—	83,0	82	79,0
-180	94,5	94,0	—	94,5	93	94,0
Endpunkt	210/98,2	208/98	—	210/98,5	220/98	207/98,7
% Gasverlust	0,7	0,7	—	0,3	1,0	1,0
% Paraffine	13,5	15,0	—	14,5	14,5	14,0
% Naphthene	10,0	7,0	—	8,0	11,0	10,0
% Aromaten	75,5	77,0	—	76,5	73,5	75,0
% Ungesättigte	1,0	1,0	—	1,0	1,0	1,0
Jodzahl (Han.38)	4,6	—	—	2,7	—	6,1
Oktanzahl Motor	86,2	—	—	—	85,7	—

Anlage 3.

Benzinuntersuchungen.

Versuchsnummern	1	3	4	5
Datum Sept. 42	18/19. 23^h–15^h	25/26. 24^h–16^h	20/21. 18^h–10^h	22/23. 22^h–14^h
Gesamtdruck	42	43	25	24
Bezogen auf stab. Abstreifer (ohne Gasbi)				
% Benzin	93,0	94,5	92,4	89,5
% Rückstand	7,0	5,5	7,6	10,5
Benzinuntersuchung				
Dampfdruck atm	0,209	0,203 1)	0,202	0,198
Spez. Gew./15°C	0,818	0,817	0,818	0,817
Anilinpunkt I	-18,3 ber.	-21,3 ber.	-16,3 ber.	-17,5 ber.
" II	56,2	59,4	55,8	57,4
Siedebeginn	60	58	61	60
% - 70	2	2	2	1,5
- 100	29,5	26,5	28	25,5
- 120	59,5	55,0	50	55,5
- 150	91,0	90,0	88	89,5
- 160	95,5	95,0	94	95,5
Endpunkt	168/98	169/99	169/98	168/98,6
% Gasverlust	0,8	0,5	1,0	0,4
% Paraffine	14,0	14,0	14,5	15,0
% Naphthene	12,0	8,0	13,0	11,0
% Aromaten	73,0	77,0	71,5	73,0
% Ungesättigte	1,0	1,0	1,0	1,0
Jodzahl (Han.40)	3668 H	3698 H	3669 H	3697 H
Oktanzahlen:				
Res.	99,5	89,8	98,7	99,2
Mot.	84,5	86,8	85,5	85,5
" + 0,12 Pb	93,0	94,0	92,0	93,5
Untersuchung des Restbenzins (v. Abstreifer)				
Spez. Gew./15°	0,713	0,703	0,719	0,718
Anilinpunkt	54,5	57,8	54,5	55,7
Siedebeginn	52	55	55	56
% - 70°	23	18	11	10
- 100°	78,5	80,5	72	70
- 120°	90,0	91,5	86	86
- 150°	95,0	--	94	94
Endpunkt	164/97,5	156/98	166/97,5	162 /98
Gasverlust	1,3	1,0	1,2	1,0
% Paraffine	56	63,5	55,5	59,0
% Naphthene	39,5	34,0	41,0	37,5
% Aromaten	4	2,0	3	3,0
% Ungesättigte	0,5	0,5	0,5	0,5
Oktanzahl n. Mot.-Meth.	70	63,6 (?)	69,2	67,5

1) 1,5 % C_5 geschätzt beim Redestillieren verlorengegangen.

Anlage 4.

Ausbeute, Aromatengehalt und % -100°C des stabilisierten Abstreifers (nicht redest. und redest.) incl. C_5 des Entspannungs- und Produktgases (berechnet).

Versuchsnummer	1	2a	2b	3	4	5
Datum Sept. 42	18/19. 23^h-15^h	27/28. 15^h-7^h	28.9. 7^h-23^h	25/26. 24^h-16^h	20/21. 18^h-10^h	22/23. 22^h-14^h
Gesamtdruck	42	40	41	43	25	24
Bezogen auf Einspritzung Gew.% stab.Abstr. (incl. C_5 im Gas)	76,5	76,7	74,7	76,8	79,9	81,6
davon Gew.% Benzin - 168°C	71,2	--	--	72,6	73,8	73,0
Gew.% Rückstand >168°C	5,3	--	--	4,2	6,1	8,6
Vom stab.Abstreifer (incl.C_5)						
% C_5 (ber.)	6,3	6,4	6,8	5,6	4,6	3,7
% -100°C	30	29	(27)	25,5	25	21,0
% Aromaten	74,5	75,0	(75)	75,5	72,5	74,5
Vom stab.Benzin 168°C (incl. C_5 1)2)						
Dampfdruck	0,237	--	--	(0,255)	0,232	0,213
% C_5 (ber.)	6,7	--	--	5,9	5,0	4,1
% -100°C	31	--	--	29,0	29	26,0
% Aromaten	?2	--	--	74,5	70,5	72,0
Restbenzin 3) O.Z. Motor (bezog. auf 0 % Aromaten) 2)	70,2	--	--	64,5(?)	68,7	67,4

1) D.D. vom C_5 bei 38°C } 1,4 ata

2) OZ. Mischwerte für Aromaten 90
" C_5 85

3) Vom stabilisierten Abstreifer.

Anlage 5.

Untersuchungen der DHD-Benzine (einschließlich der leichten Anteile ohne Gasbi).

Schwerbenzin dehydriert am bei ... atm Gesamtdruck	25/26.9. 19h - 16h 43		22/23.9. 15h - 14h 24	
Mischungsverhältnis: DHD-Schwerbi : Leichtbi				
a) im untersuchten DHD-Bi	75,3 : 24,7		76 : 24	
b) nach Bilanz berechnet:- (einschließl. Gasbi)	74,5 : 25,5		73,4 : 26,6	
auf stabilisiertes Benzin P 1423 - 180°C bezogen:				
% C_5 im Gasbi	0,8		0,3	
% wegstabil.C_5 + überschüssiges Leichtbenzin	1,1		1,2	
% DHD-Benzin	76,0		78,5	
% Rückstand	2,8		5,4	
Produkteigenschaften:	DHD-Benzin	zugeh. Restbenzin	DHD-Benzin	zugeh. Restbenzin
Spez. Gew./15°	0,781	0,690	0,782	0,696
Dampfdruck bei 38° atm	0,425	--	0,392	--
Anilinpunkt I	0,3	58,8	0,2	58,3
" II	59,5	59,8	59,2	59,8
Siedebeginn °C	46	42	46	43
% - 70°	16,5	54	15	48
% - 100°	50,0	85,5	47,5	82
% - 120°	68,0	91,0	65	88
% - 150°	93,5	--	91,5	94
% - 160°	95,5	--	95,5	--
Endpunkt	168/98,8	149/96,5	166/98	156/97
Zusammensetzung				
% Paraffine	29,0	--	27,5	64,5
% Naphthene	14,0	--	15,0	33,0
% Aromaten	56,5	--	56,5	2,0
% Ungesättigte	0,5	--	1,0	0,5
Jodzahl	3776 H		3769 H	
Oktanzahlen:				
Res.-Meth.	93,8	--	94,3	--
Mot.- "	83,0	75	82,1	74 9
Mot.- " + 0,12 Blei	95,5	--	93,8	
Überladung:	im Minimum 2,7 atm über		im Minimum 2,2 atm über	
(Oppauer Prüfstand am 6.11.42)	CV_2B - RLM		CV_2B - RLM	

Kurvenblatt 1

Dehydrierung von 6434- Schwerbenzin an Schwer bei
42 und 24 atm Druck und abfallender Temperatur in den drei DHD-Öfen
(technische Fabrikation) (Zyklusdauer: 16 Std. in einem Falle 32 Std.)

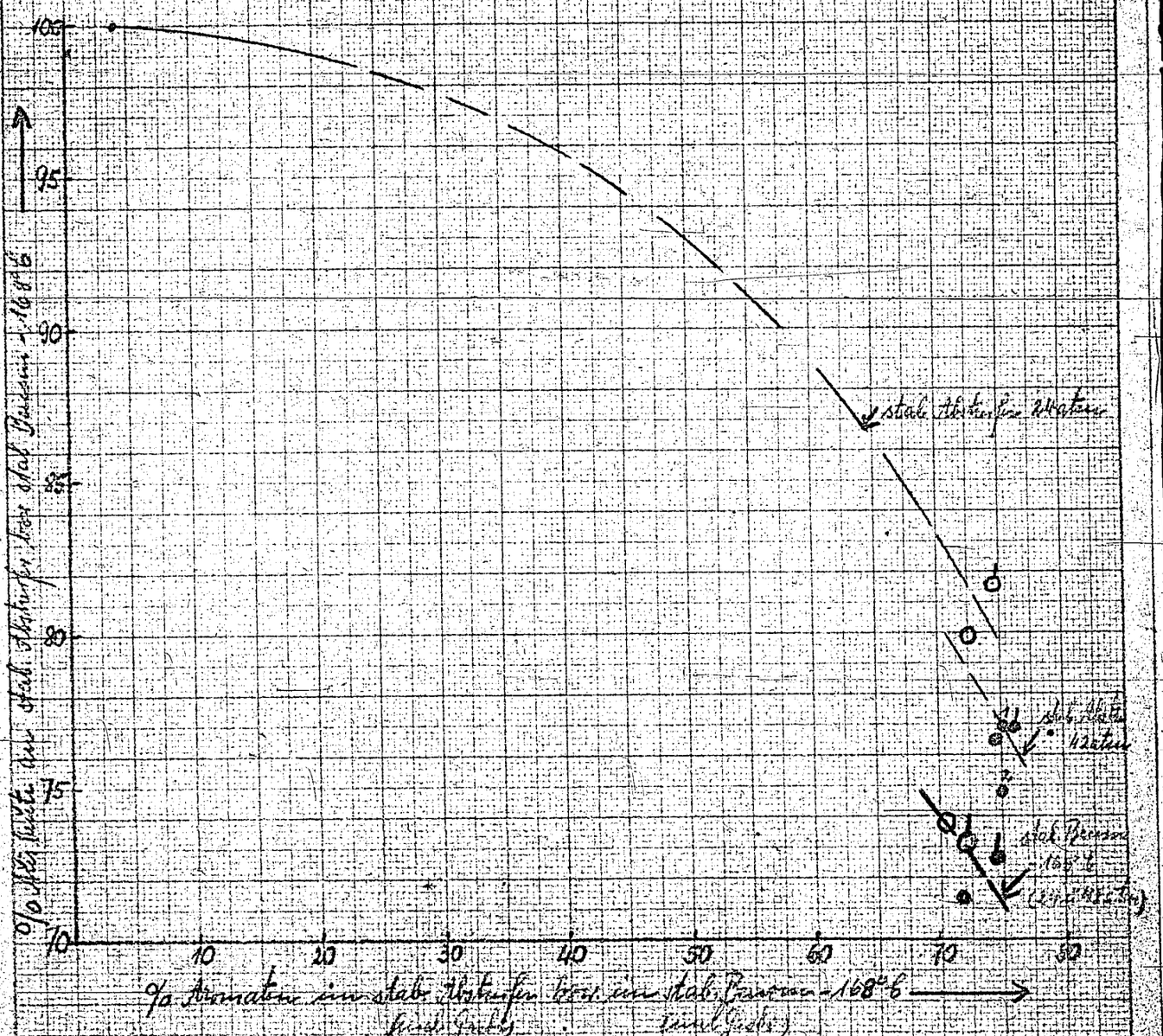
Durchsatz: 0,4 kg/L x Std. Gasl/kg = 1,5 cbm/kg

Zeichen

	42	24	atm
Eingangstemperatur (in DHD) öfter gemessen:	●	●	○	○
Eingangstemperatur " ausgeglichen:	◑	◑	◑	◑

(Rückstände stets destilliert und geeicht; Rückstände stets Benzin-168°C und Gas)

(Zahlen an den Kurven: 1. bzw. 2. Testversuch eines 32-Std.-Zyklus)



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

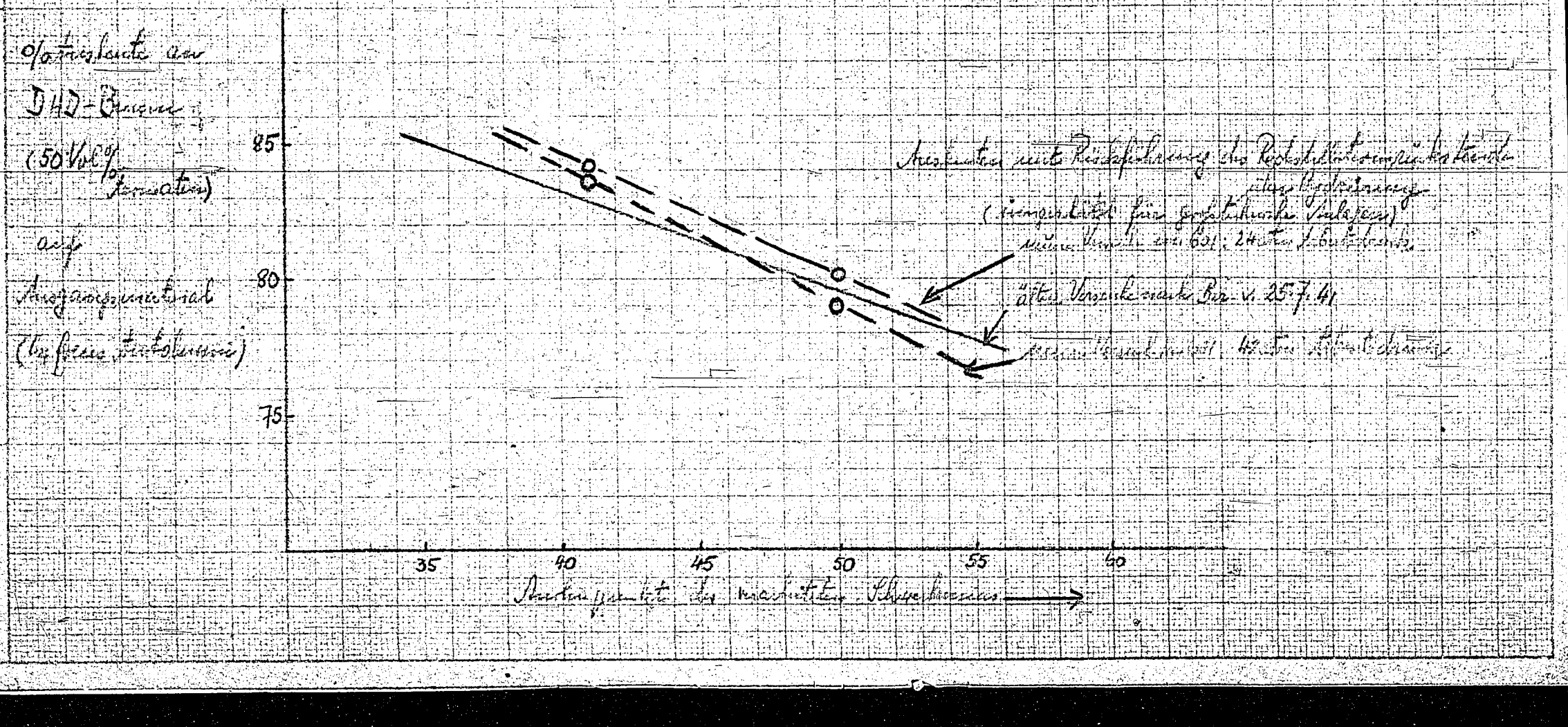
DIN-Format A 4T (210 x 297 mm)

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein

Blatt 2

DHD-Bauer Ausfuhr nach Hydrierung

Ausfuhrblatt 2



Hochdruckversuche
Lu 558

11. Februar 1943 Rtz/Fa

Prüfung von DHD-Kontakten im 1-Ltr-Ofen[1]

Zusammenfassung

1) Die Prüfung von Kontakten aus der laufenden DHD-Kontaktproduktion in Lu 35 sowie von DHD-Kontakten, die auf Tonerde-Proben der Vorhydrierungskontaktproduktion hergestellt waren, hatte folgendes Ergebnis (Bedeutung der Noten nach Prüfung mit Rumän. Schwerbenzin wie früher):

Kontakt	Schüttgewicht	Festigkeit (Abriebrückstand)	MoO_3-Gehalt g/Ltr Kontakt	Noten Temp.	Ausbeute	Spaltung	Qualität
K 7360 Charge 6 zu Vergleich				100	100	85	
K 7935 FaB 535 - 543	0,675	98,7	53	90	110	105	C-1
535 - 574	0,645	97,5	64	90	115	110	C
(575 - 614)	0,630	98,5	50	(60	20	90)	
(615 - 654)	0,565	99	54	(75	60	90)	
580-654 nachgetränkt	0,645	96,5	82	90	110	105	C
655-694	(0,555?)	97,4	(98?)	60	15	85	D
695-734	0,545	98,4	57	75	80	97	C
735-774	0,545	99	61	90	100	95	C
K 7935 auf K 8500 Vers. 861-870	0,510	99	--	75	95	105	
871-890	0,520	98,5	--	75	120	95	
K 7360/80 FaB 1673-1678	0,800	73,4	73	100	70	100	D

1) Frühere Prüfungsberichte vgl. Ber. 207911 vom 23.10.42 und Ber. 207921 vom 4.11.42 / Dr. Reitz

Zurück an Vorzimmer Dir. Dr. Pier

964

Danach waren die ersten und letzten K 7935-Partien sowie anschliessend die Tonerde K 8500 für den Vorhydrierungskontakt einwandfrei, während zwischendurch einige Partien K 7935 schlecht waren (Faß 575 - 694). Letztere wurden z.T. nochmals mit 30 g MoO_3/Ltr nachgetränkt und waren danach ebensogut wie die guten Partien; die nicht nachgetränkte Partie (Faß 655 - 694) ist nur als Raffinationskontakt verwendbar. Eine kleine Partie K 7360 auf Oppauer Tonerde, die mit erhöhter Mo-Menge (80 g/Ltr) hergestellt, ist in der sehr gut Aktivität, in der Ausbeute etwas schlechter als K 7935 und in der Festigkeit sehr schlecht.

2) Peptisierung der Tonerde bei K 7935 brachte keinen Vorteil.

3) Strangpreßlinge aus Oppauer Tonerde ergaben schlechtere Kontakte als die normalen Würfel aus der gleichen Tonerde. Die Aktivitätssteigerung durch Erhöhung der Mo-Menge ist bei den Strangpreßlingen anscheinend geringer als bei K 7935. (Das Ergebnis einer Nachtränkung bei Würfeln aus Oppauer Tonerde war nicht eindeutig).

4) Von 2 Kontaktausbauproben aus Pölitz war die eine (K 7360, ca. 11 Monate Betriebszeit) anscheinend noch ebenso gut wie beim Einbau, während die zweite (K 7360 L, 5 Monate Betriebszeit) sich anscheinend in Aktivität und Ausbeute verschlechtert hatte.

5) Ein Vergleich der Prüfungsergebnisse in den 1-Ltr-Öfen und den 100 ccm-Öfen zeigt, daß in den kleinen Öfen die % - 100° im Durchschnitt 3 % niedriger gefunden werden als in den 1-Ltr-Öfen, daß die für 65 % Aromaten erforderlichen Temperaturen bei gepillten Kontakten in beiden Öfen im Mittel übereinstimmen, bei stückigen Kontakten dagegen in den kleinen Öfen um etwa 0,6 mV niedriger liegen.

Versuchsbericht

Der vorliegende Bericht umfaßt die Prüfung von 21 DHD-Kontakten in 1-Ltr-Öfen in der Zeit vom 15.10.42 - 11.1.43 und zwar

K 7935 - Produktion Faß 535 bis 774 = 7 Proben
" " " 3 mit 30 g MoO_3/Ltr nachgetränkte Proben
K 8500 " (Tonerde für Vorhydrierungskontakt), 2 Proben mit 55 g MoO_3/Ltr
K 7360 " Faß 1673 - 68 = 1 Probe
Kontaktausbau Pölitz Kammer 21 Ofen 3 (K 7360) und Ofen 4 (K 7360 L)

ferner 6 Versuchskontakte (K 7 auf peptisierter und nicht-peptisierter Tonerde, Kontakte auf Oppauer Tonerdeproben (Würfel und Strangpreßlinge), teilweise mit erhöhtem Mo-Gehalt).

Die Kontaktprüfung wurde nach der in Ber. 207911 vom 23.10.42 genauer beschriebenen Weise durchgeführt, die wichtigsten Prüfungsergebnisse sind in den angehängten Tabellen und Kurvenblättern zusammengefaßt. Einige Kontakte wurden zusätzlich mit einem ungarischen Benzin (P 1518 > 100°) geprüft, das in Zukunft anstelle des bisher verwendeten Rumänischen Benzins (P 1505) eingesetzt werden wird, da unser Vorrat an letzterem aufgebraucht ist. Die jetzigen Versuche dienten zur Herstellung des Anschlusses zwischen beiden Produkten, die in folgender Tabelle gegenübergestellt sind:

	P 1518 > 100° v. 10.11.42 (aus Tank V)	P 1505 v. 5.1.42 (aus Tank III)
Spez.Gew./20°	0,768	0,770
AP I	+ 39	+ 43
AP II	+ 59	+ 60,5
ASTM Beginn	107	105
% - 110°	25	1
120	37	7,5
130	61	26
140	77,5	48
150	87	70
160	94	89,5
170	98,5	98,5
Ende	176	170
Rückstand/Verlust	1,5/0,5	1,0/0,5
Jodzahl	-	3
Zusammensetzung		
Gew.% Paraffine	48,5	54,5
Naphthene	27,5	24,5
Aromaten	23	20,5
Ungesättigte	1	0,5
OZ Res.-Meth.	59,5	-
Mot.- "	60,0	-
" " + 0,12% Pb	79,2	-

Danach ist der Aromaten- und Naphthen-Gehalt bei dem ungarischen Benzin etwas höher als bei dem rumänischen Benzin, daneben sind in der Siedekurve bei ähnlichem Siedebereich Unterschiede festzustellen. Das Ergebnis des Produktvergleichs ist dem Kurvenblatt 4 zu entnehmen, in welchem einerseits die mit 4 guten 7935-Partien erhaltenen Zahlen gemittelt und andererseits die mit einer sehr schlechten 7935-Partie erhaltenen Zahlen angegeben sind. Man erkennt, daß sich die Aktivitätskurven für beide Produkte decken, d.h. zur Erzielung des gleichen Aromatengehaltes im DHD-Abstreifer ist die gleiche Temperatur erforderlich. Die Spaltung ist bei dem ungarischen Benzin etwas kleiner (bei guten Kontakten 1%, bei dem schlechten 2 % weniger bis 100°), die Ausbeute ist bei dem ungarischen Benzin etwas besser (bei den guten Kontakten etwa 1,4 %, bei dem schlechten 3 - 4 %). Die Unterschiede liegen in der auf Grund der verschiedenen Zusammensetzung der Benzine zu erwartenden Richtung. Der gleiche Produktvergleich soll noch mit K 7360 durchgeführt werden, da dieser Kontakt sich in mancher Beziehung deutlich anders verhält als K 7935.

Prüfungsergebnisse.

1) K 7935 Faß 535 - 774. Der Kontakt wurde in Durchschnittsproben von 6 Partien zu je 40 Faß geprüft. 2 Partien (535 - 574 und 735 - 774) waren mit Ausbeutenoten 100 und darüber sehr gut und sind als Qualität C zu bezeichnen. Partie 695 - 734 war etwas schlechter (höhere Arbeitstemperatur und Ausbeutenote 80) und wäre als Qualität D zu verwenden. Die 5 übrigen Partien waren zunächst sehr inaktiv und gaben entsprechend sehr schlechte Ausbeuten. 75 Faß davon (585 - 654) wurden daher nochmals mit 30 g MoO_3/Ltr nachgetränkt, die erneute Prüfung ergab darauf sehr gute Aktivität und Ausbeute (Qualität C). Das gleiche Ergebnis hatte auch eine Labornachtränkung einer Durchschnittsprobe von Faß 575 - 614. Entsprechend dem Umstand, daß diese Partie vor ihrer Nachtränkung die schlechtere der beiden Partien 575 - 614 und 615 - 654 war, wurde auch bei ihrer Nachtränkung im Labor nicht ganz die hohe Aktivität der technischen Nachtränkung der zusammengenommenen beiden Partien erreicht. Die ebenfalls schlechte Partie Faß 655 - 694, die nur als Raffinationskontakt (Qualität R) verwendet werden könnte, wurde bis jetzt nur im Labor nachgetränkt und im 100-ccm-Ofen geprüft. Dabei ergab sich eine Senkung der für 65 % Aromaten erforderlichen Temperatur um 2 mV, sodaß die technische Nachtränkung voraussichtlich einen Kontakt von D-Qualität, möglicherweise von C-Qualität ergeben würde.

Nach der vorübergehenden Verschlechterung der Tonerdequalität, die sich bei den Partien 575 - 694 äußerte, wurde, wie schon oben angegeben, die alte Qualität wieder erreicht, wobei die ersten 40 Faß (695 - 734) zunächst anscheinend noch etwas schlechte Tonerde enthielten und daher nur Qualität D ergaben. Mit Faß 774 wurde die K 7935-Produktion vorübergehend zu Gunsten der Produktion des Vorhydrierungskontaktes K 8376 unterbrochen, die hierzu hergestellte Tonerde K 8500 blieb weiterhin gut, wie

die Prüfung von 2 auf Proben derselben (Durchschnittsprobe Versuch 861 - 870 und 871 - 890) hergestellten DHD-Kontakten ergab. Das Schüttgewicht der Tonerde nahm von Faß 535 bis zu Versuch 890 kontinuierlich[1]) ab, und zwar beim fertigen Kontakt von 0,675 bis auf 0,510 - 520. Eine K 7935-Probe auf einer noch späteren Tonerde (K 8500 Versuch 896 - 911), die zur Zeit eingebaut ist und ebenfalls gut sein dürfte, hat sogar nur noch Schüttgewicht 0,475.

Auf Grund des obigen Ergebnisses, daß Kontakte von ungenügender Aktivität durch Erhöhung des Mo-Gehaltes auf ausreichende Aktivität gebracht werden können, wurde noch eine ältere schlechte K 7935-Partie (Faß 69 - 102) technisch mit 30 g MoO_3/Ltr nachgetränkt. Der nachgetränkte Kontakt wurde ebenfalls im 1-Ltr-Ofen geprüft und war hierbei überraschenderweise immer noch schlecht. In diesem Falle besteht aber eine auffällige Diskrepanz zwischen dem Ergebnis des 1-Ltr-Ofens und des 100-ccm-Ofens (vgl. Tabelle 3, letzte Spalten), während in den übrigen Fällen im wesentlichen eine Übereinstimmung zwischen den Prüfungsergebnissen beider Ofentypen besteht.[2]) Gleichzeitig waren die Schüttgewichte der beiden eingebauten Proben erheblich verschieden:

1 Ltr-Ofen	Kontaktschüttgewicht	0,735	Temp. für 65 % Aromaten	27,0	mV
100 ccm-Ofen	" "	0,61	" "	25,4	"

Es besteht der Verdacht, daß im 1 Ltr-Ofen ein schlechter Durchschnitt oder überhaupt eine falsche Probe eingebaut wurde. Die Aktivität der nachgetränkten Partie Faß 69 - 102 soll daher nochmals geprüft werden.

2) Peptisierung der Tonerde bei Kontakt 7935. In einem früheren Versuch hatte eine Paptisierung der v.Füner'schen Tonerde Anzeichen für eine Ausbeuteverbesserung des Kontaktes ergeben. Eine jetzige Wiederholung des Peptisierungsversuches unter Prüfung eines Vergleichskontaktes auf der gleichen, aber nicht peptisierten Tonerdeprobe (K 8952 und K 8954) ergab keinen Vorteil zu Gunsten der peptisierten Tonerde, sondern sogar eher einen geringen Nachteil.

3) K 7360. Es wurden Kontakte auf verschiedenen Oppauer Tonerdeproben geprüft. Strangpreßlinge (Probe K 1548 g 1) ergaben gegenüber Würfeln (Stücken, Probe K 1544 g 4) einen Kontakt von geringerer Aktivität und schlechterer Ausbeute. Bei den Strangpreßlingen hatte eine Nachtränkung mit 30 g MoO_3/Ltr eine nur geringe Aktivitätssteigerung zur Folge, die wesentlich geringer war als bei K 7935.

---

1) Das vorübergehend wieder höhere Schüttgewicht bei der Probe aus Faß 655 - 694 dürfte auf einen sehr ungleichmäßigen Ausfall der betreffenden Tonerde zurückzuführen sein, denn eine zur Abriebsbestimmung verwendete Probe und eine im Ofen 408 eingebaute Probe hatten beide Schüttgewicht unter 0,6.
2) Die %-100° werden in den 100-ccm-Öfen durchschnittlich um 3-4 % niedriger gefunden.

Ferner wurde eine etwas größere Menge Oppauer Tonerde technisch zu DHD-Kontakt verarbeitet und zwar sofort mit erhöhter Mo-Menge (80 g MoO_3/Ltr auf einmal aufgetränkt = K 7360/80 Faß 1673 - 78). Der Kontakt zeigte eine sehr gute Aktivität, und zwar hatte er die sehr niedrige Arbeitstemperatur von 25,5 mV. Die Ausbeute ergab sich in Übereinstimmung mit früheren Vergleichen zwischen K 7935 und K 7360 etwas schlechter als bei K 7935 (Ausbeutenote 70), der Kontakt ist danach als Qualität D zu bezeichnen. Seine Festigkeit war sehr schlecht, bei der Abriebprüfung ergaben sich über 25 % Abrieb unter 8 mm.

Eine Labornachtränkung des vorerwähnten K 7360/80 Faß 1673 - 78 mit 30 g MoO_3/Ltr hatte kein ganz eindeutiges Ergebnis. Während sich im 100 ccm-Ofen (408) die erwartete Aktivitätssteigerung zeigte, war der Kontakt bei der Prüfung im 1-Ltr-Ofen erheblich inaktiver als vor der Nachtränkung (Arbeitstemperatur 26,8 mV gegen vorher 25,5 mV).

4) Kontaktausbau Pölitz.

Es wurden 2 Kontaktproben aus 2 in Pölitz Anfang Dezember 1942 geöffneten DHD-Öfen geprüft, die längere Zeit in Betrieb gewesen waren. Das Ergebnis der Prüfung im 1-Ltr-Ofen und im 100-ccm-Ofen ist in der folgenden Tabelle der Prüfung des frischen Kontaktes vor dem Einbau gegenübergestellt:

Kontakt		Prüfung mit P 1505, für 65 Gew.% Aromaten		
		Temp.mV	% Ausbeute in DHD-Abstreifer	%-100
(Ka 21 Ofen 4) K 7360 L Faß 418-497	Einbau Juli 42	26,7	88,4	15
	Ausbau Dez. 42			
	1-Ltr-Ofen	27,3	84 %	18
	" 100-ccm-Ofen	26,8	-	15
(Ka 21 Ofen 3) K 7360 Faß 562-681	Einbau Jan. 42	(25,6)	(86,2)	-
	Ausbau Dez. 42,			
	1-Ltr-Ofen	25,6	87,6	20
	" 100-ccm-Ofen	26,3	-	15

Der Kontakt aus Ofen 4 hat danach offenbar während des Betriebes eine Verschlechterung der Aktivität um 0,5 - 1 mV und gleichlaufend damit eine Verschlechterung der Ausbeute um ca. 40% erfahren, während der Kontakt aus Ofen 3 trotz der längeren Betriebszeit noch ziemlich unverändert zu sein scheint. In letzteren Falle wurde die länger zurückliegende Prüfung des Frischkontaktes noch mit anderen Produkten durchgeführt, sodaß die in Klammern gesetzten, für P 1505 geschätzten Zahlen etwas unsicherer sind. Der geringe Ausbeuteunterschied zwischen Frischkontakt und Ausbau, der möglicherweise noch innerhalb der Fehlergrenze liegt, macht es jedenfalls wahrscheinlich, daß auch die Aktivität sich nicht so stark geändert hat, wie es nach den Zahlen der Tabelle den Anschein hat. Die Zahlen von den 100 ccm-Öfen sind Durchschnitts-

werte von je mehreren getrennt eingebauten Proben aus verschiedenen Teilen der Pölitzer Öfen (Ofen 4 Probe A,B,C, Ofen 3 Probe D,E), während in den 1-Ltr-Öfen direkt Durchschnittsproben eingebaut waren. Zum Vergleich der Zahlen von den 100 ccm- und den 1-Ltr-Öfen siehe auch den folgenden Abschnitt.

5) Vergleich der Ergebnisse der 1-Ltr-Öfen und der 100 ccm-Öfen.

Eine kritische Betrachtung der Zahlen in den letzten Spalten von Tabelle 3, in denen die in den beiden Ofentypen erhaltenen Ergebnisse einander gegenübergestellt sind, zeigt folgendes:

Die % - 100° werden bei den kleinen Öfen durchschnittlich um 3 % niedriger gefunden als bei den 1-Ltr-Öfen, was auf den Verlust leichter Anteile zurückzuführen ist. Die Abweichungen schwanken zwischen + 5 und + 1,5 %, in einem Ausnahmefall ergab sich eine negative Abweichung von - 2 %.

Beim Vergleich der Temperaturen muß man die beiden Kontaktgruppen: gepillte Kontakte auf Tonerde K 8500 und stückige Kontakte auf Oppauer Tonerde, wie sich schon früher gezeigt hatte, getrennt betrachten, da die gepillten Kontakte in den kleinen Öfen relativ ungünstiger beurteilt werden als die stückigen Kontakte. Bei den gepillten Kontakten stimmen im Mittel die Temperaturen in den beiden Ofentypen überein, während sie bei den stückigen Kontakten in den 100 ccm-Öfen im Mittel 0,6 mV niedriger liegen als in den 1-Ltr-Öfen. Im ersten Fall schwanken die Abweichungen (Temp. im 1-Ltr-Ofen minus Temp. im 100 ccm-Ofen) zwischen - 1,3 und + 0,9 mV; im letzteren zwischen - 0,5 und + 1,3 mV. Bei der vorliegenden Betrachtung wurden die Fälle mit größerer Abweichung der Schüttgewichte der im 1-Ltr-Ofen und im 100 ccm-Ofen eingebauten Proben nicht berücksichtigt, da es sich hierbei offenbar um stark uneinheitliche und daher schlecht vergleichbare Kontakte handelt (Nr. 9 und 15 der Tabelle 3).

gez. Reitz

Gemeinsam mit

Dr. Donath/Dr. v. Füner
Dr. Rotter
Dr. Nonnenmacher
Dr. Fürst
Dr. Günther
Dr. Meier

Tabelle 1a

Prüfungen mit P 1505

Prüf. mit	Vers.-Bedingg.		Kontakt	K 7935 Faß 535-543	K 7935 Faß 535-574	K 7935 Faß 575-614	K 8902[1] =Tonerde K 1544g von Dr. Drexler + 85 g MoO_3/Ltr	K 7360 =Tonerde K 1548 g von Dr. Drexler Strang-preßl.	K 8937 =Tonerde K 1548 g Strangpr. + 85 g MoO_3/Ltr	K 8941 = K 7935 Faß 575-614 + 30 g MoO_3/Ltr	K 7935 Faß 615-654	K 7935 Faß 655-694	K 7360/80 Faß 1673-78	K 8952 peptisiert	K 8969 =K 7360/80 Faß 1673-78 + 30g MoO_3	K 7935 Faß 695-734
			Einbau, Ofen, Datum	303/I v. 18.10.	303/I v. 27.10.	308/I v. 5.11.	308/II v. 1.11.	308/II v. 10.11.	308/I v. 12.11.	308/II v. 18.11.	303/II v. 18.11.	308/I v. 21.11.	303 vom 2.12.	304 vom 30.11.	306 vom 6.12.	307 vom 8.12.
				1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
P 1505	27 mV 20 Atm	Gew.% Arom.		62,5	60,5	56,0	62,5	56,5	62,5	62	61,5	52,5	69	62,5	65	60
		% - 100		15	13	14	10	13	14	15,5	17	12	24	18,5	17	14
	27 mV 20 Atm	Gew.% Arom.		64,5	62,5	59	66	57,5	60	64	62	54,5	70	63,0	63	59
		% - 100		15	17	14,5	15	15	14	16,5	17	15	20	18	18	16
		% Ausb.		89,2?	88,2	87,1	85,0	90,0	88,8	86,6	86,9	90,0	76,6	85,1	82,7	87,3
		Rohbil.		92,1	88,0	95,5	95,6	94,0	96,7	94,3	98,8	98,0	98,3	95,6	94,7	83,5
	28 mV 20 Atm	Gew.% Arom.		68,5	74	65	71	64	66	67	67	(64)	72,5	73,5	70,5	67,5
		% - 100		17	21	20	23	18	17,5	20	20	20,5	17	23,0	23	18
		% Ausb.		82,2	77,2	79,3	82,5	85,2	82,0	76,6	81,9	78,6	75,4	74,9	68,4	82,2
		Rohbil.		92,6	89,1	96,0	93,3	90,2	96,9	94,3	87,1	97,4	103,5	91,4	94,7	94,5
	26 mV 20 Atm	Gew.% Arom.		59,5	64	46	58	53	54,5	57	59	48,5	67	65,5	61	55,5
		% - 100		14	14	8	12	10	15	10	11,5	7,5	19	19	18	12
		% Ausb.		93,5	90,4	94,0	92 ?	92,5?	90,9	92,5	91,7	93,7	82,5	83,8	82,7	92,7
		Rohbil.		92,7	90,5	96,2	97,3	98,3	98,0	91,2	92,4	91,1	95,8	88,3	95,7	93,9
	27 mV 10 Atm	Gew.% Arom.		67,5	68,5	55	71	54	63,5	68	63,5	57,0	68	61,5	59,5	67,5
		% - 100		11	10	10	16	6	12	12	9,0	11,5	12	6,5	17	8,5
		% Ausb.		88,0	91,2	88,4	85,0	93,5	87,6	87,5	90,5	89,3	80,1	90,0	80,7	(86,0?)
		Rohbil.		95,4	88,5	96,8	91,9	93,3	96,2	92,5	95,0	96,2	96,0	89,5	96,9	91,6
	27 mV 20 Atm	Gew.% Arom.		70	70	57,5	69	59,5	62,5	66,5	62,0	60,0	70,5	67	66	64,5
		% - 100		18	21	14	19	16	15,5	17	17	17,5	16	16	19	16,5
		% Ausb.		84,5	79,6	89,3	83,5	88,0	87,2	86,2	85,7	85,7	81,2	82,0	79,0	88,4
		Rohbil.		94,4	90,6	98,1	93,3	89,2	95,7	91,8	92,6	93,7	95,5	93,9	97,8	95,9
P 1400 90-180°	27 mV 25 Atm	Gew.% Arom.		67,5	68	-	69,5	-	60	63	64,5	68,0 P1505	70	71	63,5	65
		% - 100		26 ?	21	-	20	-	17	15,5	21	23,0 20 at	20,5?	20,5	26	21,5
		% Ausb.		86,9	87,1	-	89,7	-	92,0	91,7	87,2	70,7 28,5mV	84,5	89,1	82,9	88,5
		Rohbil.		95,6	93,8	-	93,8	-	97,0	90,1	97,3	96,1	91,9	92,0	95,0	92,5
	27 mV 25 Atm	Gew.% Arom.		70	-	-	68,5	-	61,5	61,0	-	58,5 P1505	71,5	66	64,5	66
		% - 100		15	-	-	27,5?	-	21	17,5	-	17,0 20at	27	20	21	19,5
		% Ausb.		85,2	-	-	91,0	-	89,7	91,5	-	86,2 27mV	84,0	91,2	90,3	89,4
		Rohbil.		95,6	-	-	93,8	-	97,6	95,5	-	95,7 +) 29.11.	90,6	91,4	92,0	91,8
	Jodzahl (10 A+m)			10,5	7,7	10,2	4,8	7,8	5,4	1,9	3,8	-	-	6,9	4,2	5,0

1) kleine Körnung 30 g Mo nachgetränkt

anschliessend P1518

+) anders angefahren

Tabelle 1b

Prüfungen mit P 1505

Kontakt			K 7935 Faß 735-774	K 7935/85 Faß 69-102	K 8954 (Vgl.Kontakt zu 8952 nicht peptisiert	K 7935/85 Faß 580-654 (nachgetränkt)	K 7935 auf K 8500 Vers. 861-870	K 7935 auf K 8500 Vers. 871-890	K 7360 L Ausbau Pö Ka 21 Ofen 4 Durchschn.	K 7360 Ausbau Pö Ka 21 Ofen 3 Durchschn.	Mittel (2,14,16,17)
Einbau, Ofen, Datum			303v.12.12.	306v.15.12.	307v.17:12.	304 v.21.12.	306v.24.12.	303v.2.1.43	306v.2.1.43	307v.2.1.43	
Prüf.mit	Vers.Beding.		14	15	16	17	18	19	20	21	
P 1505	27 mV 20 Atm	Gew.% Arom.	67,5	67	59,5	62,5	55	63,5	60	64,5	62,5
		% - 100	22	22	16,5	18	15 ?	18	18	19	17,1
	27 mV 20 Atm	Gew.% Arom.	69,5	67	60	65	62,5	68	65,5	68,5	64,25
		% - 100	20	21	15	17	15 ?	11,5	19	23	17,25
		% Ausb.	82,5	76,8	88,9	88,4	87,7	89,6	82,5	81,5	87,0
		Rohbil.	93,8	95,5	91,5	91,6	90,3	90,3	94,4	94,8	
	28 mV 20 Atm	Gew.% Arom.	71,5	69	71,5	73	68	71	66,5	72	72,5
		% - 100	21,5	22	20	20	17	21	20	23,5	20,6
		% Ausb.	81,7	74,2	80,0	(78,5)	81,0	84,0	80,0	74,2	79,35
		Rohbil.	90,6	94,5	95,9	99,6	94,6	94,5	93,0	95,1	
	26 mV 20 Atm	Gew.% Arom.	64	59	58	65	52,5	58	55	57	62,75
		% - 100	18	18	10	16,5	8	15	11,5	13	14,6
		% Ausb.	88,3	82,9	92,5	83,6	93,0	94,1	91,5	94,6	88,7
		Rohbil.	93,4	95,8	92,0	97,7	96,7	93,0	97,0	88,6	
	27 mV 10 Atm	Gew.% Arom.	72,5	64,5	64,5	70	67	64,5	65,5	68,5	68,9
		% - 100	12	15	14	12	17,5	11	14	16,5	12
		% Ausb.	86,0	82,4	84,8	87,7	84,5	90,1	89,1	85,5	87,4
		Rohbil.	97,9	95,3	88,0	94,2	96,4	91,9	96,2	91,6	
	27 mV 20 Atm	Gew.% Arom.	70	65	67	68	65	64	60,5	68,5	68,75
		% - 100	19	17	18	16	16	17	10	20	18,5
		% Ausb.	85,7	81,5	84,5	88,0	88,7	91,0	89,0	85,4	84,45
		Rohbil.	58,7	96,9	93,9	91,9	92,5	90,1	94,5	89,1	
P 1400 90-180	27 mV 25 Atm	Gew.% Arom.	72,5	57,5	66	68	63,0	68,5	64,5	69,5	
		% - 100	22,5	10 ?	19,5	21	16	22,5	20	24	
		% Ausb.	87,0	91,5	91,5	89,5	92,8	91,5	92	87,5	
		Rohbil.	97,0	95,2	91,5	95,0	94,7	93,4	93,1	90,5	
	27 mV 25 Atm	Gew.% Arom.	72,5	67	66,5	69	66,5	61,0	63	63,5	
		% - 100	23	21	19	23	19	18(JZ 4,1)	20	22	
		% Ausb.	86,3	86,7	--	85,0	91,2	92,1	89,7	86,4	
		Rohbil.	99,3	93,6	--	96,8	91,2	93,5	91,6	87,2	
Jodzahl (10 At)			7,6	5,3	5,6	--	--	7,7	7,0	6,4	
Bemerkungen			anschliessend mit P 1518 geprüft		anschliessend mit P 1518 geprüft	anschliessend mit P 1518 geprüft					

Tabelle 2

Prüfungen mit P 1518 Schwerbi von Tank V

Kontakt			K 7935 Faß 535-574	K 7935 Faß 655-694	K 7935 Faß 735-774	K 7935/85 Faß 580-654 (nachgetränkt)	K 8954 vgl.Kontakt zu K 8952 (nicht peptisiert)	Mittel (2,14,17,16)		
Einbau, Ofen, Datum			303/Iv.27.10.	308/I v.21.11.	303 v.12.12.	304 v.21.12.	307 v.17.12.			
Prüf.mit	Vers.Beding.		2	9	14	17	16			
	27 mV 20 Atm		Vorher Prüfg. mit P 1505	Vorher Prüfg. mit P 1505	Vorher Prüfg. mit P 1505	Vorher Prüfg. mit P 1505 ++)	Vorher Prüfg. mit P 1505		+)	++)
P 1518 Schwerbi	27 mV 20 Atm	Gew.% Arom.	72,5	61	70,5	69	70	70,5	Spätere Versuche mit P 1505 27 mV/20 Atm	Weitere Versuche mit P 1505 27 mV/20 Atm anschliessend an die Prüfg. mit P 1400 v. 90 - 100
		% - 100	15	18	17,5	19	18,5	17,5		
		% Ausb.	84,5	87,2	88,5	86,5	86,7	86,55		
		Rohbil.	95,2	95,9	85,1	95,2	96,5			
	28 mV 20 Atm	Gew.% Arom.	77,5	67,5	76,5	73,5	72	74,9	69,5	67,5
		% - 100	19,5	22 (28,5	21,5	17	23	20,25	16	18
		% Ausb.	77,0	76,6 mV)	74,3	82,3	78,8	78,1	85,0	83,1
		Rohbil.	95,6	94,4	101,5	93,3	95,0		92,9	97,9
	26 mV 20 Atm	Gew.% Arom.	68	55	65	60	59	63	70,5	67,5
		% - 100	16	10	15	13	7	12,25	19	17
		% Ausb.	86,8	93,1	90,4	90,0	89,2	89,05	83,0	86
		Rohbil.	92,4	95,7	92,9	92,1	91,8		94,6	95,2
	27 mV 10 Atm	Gew.% Arom.	73	60,5	67	64,5	67,5	68		65
		% - 100	12,5	12	12	14,5	18	14,25		13
		% Ausb.	86,0	92,1	(87,0)	(89,5)	87,7	87,55		88,5
		Rohbil.	98,4	94,7	93,5	(99,0)	97,6			92,5
	27 mV 20 Atm	Gew.% Arom.	70	59,5	73	65	67	68,75		
		% - 100	19	15	20	17,5	18	18,6		
		% Ausb.	84,5	92,0	88,6	90,8	87,5	87,7		
		Rohbil.	95,0	94,8	92,5	97,3	93,4			
P 1505	27 mV 20 Atm	Gew.% Arom.	72,5	59,5	74	67	66,5	69,9		
		% - 100	19,0	16,0	19	15	20	18,4		
		% Ausb.	79,0	87,0	82,0	88,4	85,4	83,7		
		Rohbil.	90,9	94,9	96,5	94,1	93,1			
	27 mV 20 Atm	Gew.% Arom.	74,0		69	59,5 2x8 Std.	68,5	68,95		
		% - 100	16,5		21,5	11,5	17	17,7		
		% Ausb.	81,0		85,5	93,3	85,4	85,6		
		Rohbil.	92,0 +)		93,5	95,8	93,0			
	Jodzahl 10 atm		5,9	5,3	-					

Bemerkungen:

Noten:
Temp. 87
Ausb. 103
Spaltg. 100

Tabelle 3

Prüfungsergebnisse

Nr.	Kontakt	Einbau		Schütt-gewicht	MoO_3-Gehalt Gew.% (nach Anal.)	MoO_3-Gehalt (Soll) g/Ltr	Abrieb-rück-stand	Noten Prüfg. mit P 1505 Temp.	Ausb.	Spaltg.	Noten Prüfg. mit P 1400 v. 90-180 Temp.	Ausb.	Spaltg.	Prüfg. im 1 Ltr-Ofen b/65% Arom. mV	%-100	Prüfg. im 100 com-Ofen b/65% Arom. mV	%-100
1	K 7935 Faß 535-543	303/I v. 18.10.42	Pillen	0,675	7,9	55	98,7	88[1]	112	105	78	60	105	26,3	15	27,6	17
2	" 535-574	" 27.10.	"	0,645	9,9	55	97,5	91[1]	115	99	77	60	100	26,1	17	-	-
3	" 575-614	308/I v. 5.11.	"	0,630	8,0	55	98,5	61	20	90	-	-	-	28,0	19,5	28,3	14
8	" 615-654	303/II v. 18.11.	"	0,565	9,5	55	99	73	60	92	76	46	96	27,3	19	-	-
9	" 655-694	308/I v. 21.11.	"	0,655	10,6	55	97,4	62	16	85	-	-	-	27,9	21	(27,5[3] 28,0[4]	16 17
13	" 695-734	307 v. 8.12.	"	0,545	10,4	55	98,4	76	81	97	72	78	99	27,1	17,5	27,3	14
14	" 735-774	303 v. 12.12.	"	0,545	11,3	55	99	91	100	95	85	72	100	26,1	18	26,8	14
15	K 7935/80 69-102	306 v. 15.12.	"	0,735	(15,1?)	85	99,2	77	15	91	67	54	103	27,0	19	25,4[5]	14
17	" /80 580-654	304 v. 21.12.	"	0,645	14,95	85	96,5	92	110	105	92	65	97	26,1	15	26,0	12
18	K 7935 auf K 8500 Vers.861-870	306 v. 24.12.	"	0,510	9,8	55	99[2]	77	97	103	71	95	103	27,0	15,5	-	-
19	" " " " 871-890	303 v. 2.1.43	"	0,520	-	55	98,5[2]	76	119	96	72	94	98	27,1	18	-	-
7	K 8941 = K 7935 Faß 575-614 + 30 g MoO_3/Ltr	308/II v. 18.11.	"	0,635	-	85	-	80	94	99	67	78	109	26,8	17	-	-
11	K 8952 = K 7935 auf Tonerde peptisiert	304 v. 30.11.	Würfel	0,585	8,8	55	-	88	65	95	82	94	103	26,3	18	27,2	16
16	K 8954 = dto. nicht peptisiert	307 v. 17.12.	Pillen	0,607	7,8	55	-	78	87	100	75	96	104	27,0	16,5	27,6	15
4	K 8902 = Tonerde K 1544 g 4 + 85 g MoO_3/Ltr	308/II v. 1.11.	Kleine Körnung	0,785	-	85	98,1[2]	84[1]	91	99	7	92	(92?)	26,6	17	25,8	13
5	K 7360 auf Tonerde K 1548 g 1	308/II v. 10.11.	Strangpr.	0,818	-	55	97,5[2]	60	70	95	-	-	-	28,1	18	27,0	13
6	K 8937 = Tonerde dto. + 85 g MoO_3/Ltr	308/I v. 12.11.	"	0,805		85	-	68	70	99	65	65	99	27,6	17	26,6	13
10	K 7360/80 Faß 1673-78	303 v. 2.12.	Würfel	0,800	9,1	80	73,4	102	70	100	82	44	93	25,5	16,5	26,0[6]	15
12	K 8969 = dto. + 30 g MoO_3/Ltr nachgetränkt	306 v. 6.12.	"	0,825	11,8	110	-	81	25	90	70	(40)	87	26,8	19,5	25,5	15
20	K 7360 L Ausbau Pölitz K 21 Ofen 4	306 v. 2.1.43	Pillen	0,555	11,1	55	96	66-78	60-70	94	79	78	99	27,3	18	26,8	15
21	K 7360 " " " 5	307 v. 2.1.43	Würfel	0,605	7,6	55	85,5	84	102	89	7	50	92	26,6	20	26,3	15

1) Kontakt zeigt noch eine Aktivitätssteigerung nach mehrmaliger Regeneration
2) An der Tonerde bestimmt
3) Schüttgewicht der Probe 0,49
4) Schüttgewicht 0,51
5) Schüttgewicht 0,61
6) Durchschnitt zweier Proben von ausgesuchten hellen und dunklen Pillen

25 %-100°

↑Spaltung

20

15

10

28mV

↑ Ofentemp.

27

26

% Ausbeute

90

85

80

75

60 70 | 60 70 | 50 60 | 60 70 | 60 70 | 60 70

○ P1505 20 Atm
□ " 10 Atm
⊕ K1402 v 90–180° 25 Atm
× P1505 20 Atm Vers. Regenerat.

K7935 F. 535-543

Fa/s 535-574

Fa/s 575-614

F 615-654

F 575-614
+3% MoO_3/Zr
(Labor)
= K8941

F 580-654
+3% MoO_3/Zr
(technisch)
= K7935/85

25%

20

15

10

28mV

27mV

26mV

90%

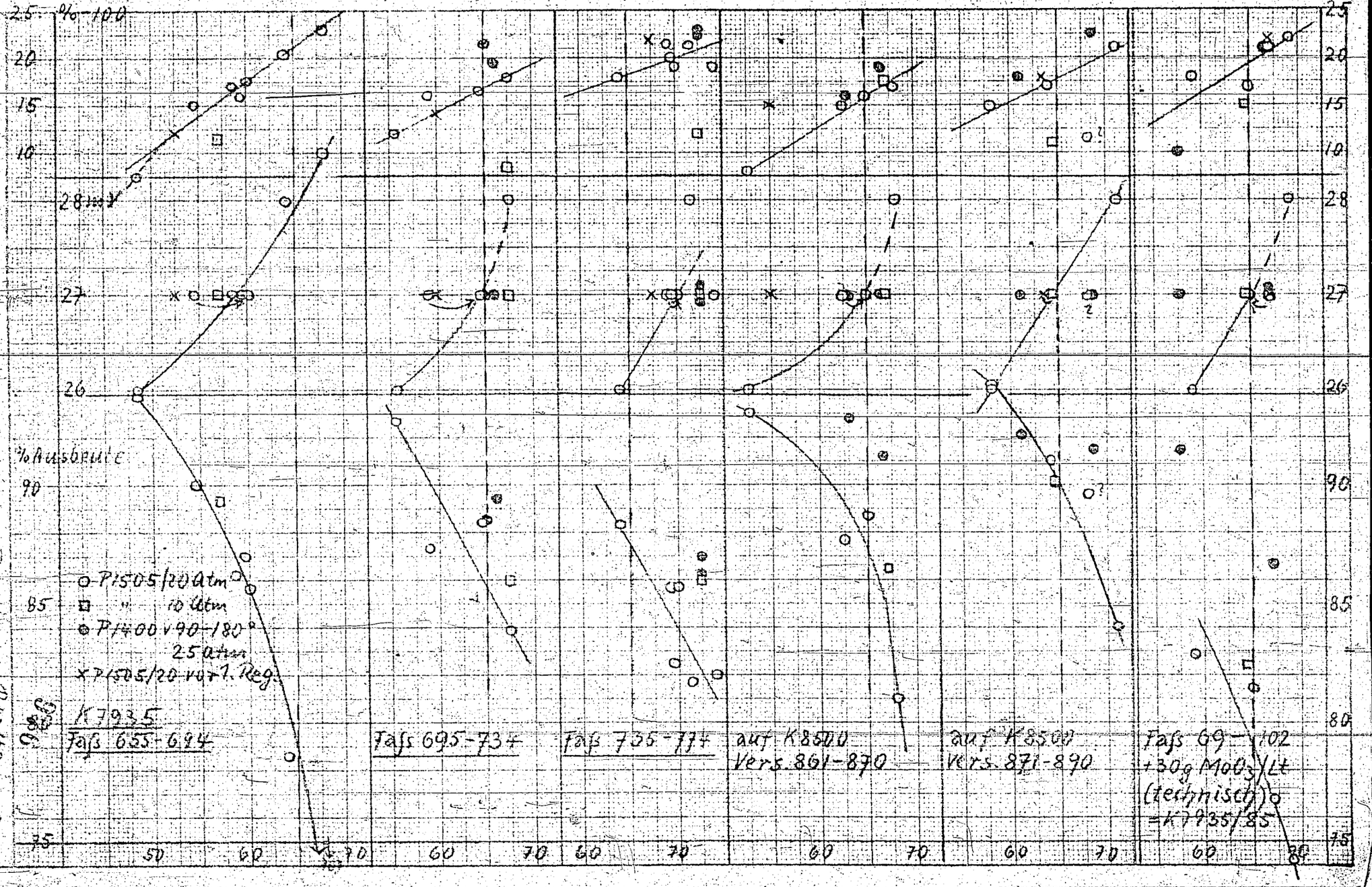
85

80

75

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft Ludwigshafen a. Rhein.

DIN-Format A 4 (210 x 297 mm)



K 7935 u. K 8500 Parallel Ruhrversuche

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft Ludwigshafen a. Rhein.

K 7360/Laborversuche/Ausbau Pölitz/Bea 43 R 3

% 100

% Ausbeute

28 mV

K 8902
[K 15494 + 85 g MoO_3/Lt]

K 7360
[K 15489 Stranggpr.]

K 8937
= dto + 30 g MoO_3/Lt

K 7360/80
Fab. 1673-78

K 8969
= dto + 30 g MoO_3/Lt

K 7360 L
Ausbau Pö.
Ka 21 Ofen 4

K 7360
Ausbau Pölitz
Ka 21 Ofen 3

K 8952 (peptisiert)
K 8957 + △◇▲ (nicht peptisiert)

68.4

Note 100

Note 85

Note 87

Note 66

Note 15

Note 100

Vergleich der Prüfbereiche

Durchschnitt von 4 guten Proben K7935

K7935 Fass 655-694

P1505 ——— P1518 v100-175 ———

Ausbeutenote

K7360 Ausb. Pö.

Strangpreßl.

K7935 (frühere Kurve)

K7935

dto + Mo nachgetränkt

K7360

dto + Mo nachgetränkt

Ausbeute-Aktivitäts-Relation

Temperaturnote

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Plér

Hochdruckversuche
Lu 558.

16. September 1942. Sgt/Le.

(37)

Stand der Arbeiten der Grossapparatur.

1. DHD-Anlage Kammer 80/8

Die Erzeugung von DHD-Benzin konnte von Monat zu Monat gesteigert werden, wie nachstehende Übersicht zeigt:

Monat	Erzeugung
November 1941	974 to
Dezember 1941	1 665 "
Januar 1942	1 631 "
Februar 1942	1 639 "
März 1942	2 288 "
April 1942	2 226 "
Mai 1942	2 103 "
Juni 1942	2 244 "
Juli 1942	2 474 "
August 1942	2 900 "

Die Sollproduktion der Anlage ist 2 200 Mato, die in den ersten Betriebsmonaten nicht erreicht wurde, lediglich wegen stockender Belieferung mit Rohbenzin. Ab 2. Hälfte Juli ist die Erzeugung auf Wunsch des Reichsamtes weiter erhöht worden und hat im August 2 9 00 Moto erreicht. Es steht zu erwarten, dass diese Erzeugung auch in den weiteren Monaten eingehalten werden kann.

Als Rohstoff diente durchweg rumänisches Straightrun-Benzin. Es wurde ~~xxxx~~ von November 1941 bis einschliesslich Februar 1942 mit einer Mischung von oktanischem und halbparaffinösem Schwerbenzin und paraffinösem Leichtbenzin bei einer Abstreifer-Ausbeute bis zu 78,5 % und ab März 1942 mit Straightrun-Benzin von Moosbierbaumqualität bei einer nur wenig geringeren Ausbeute bis zu etwa 78 % ein Hochleistungsbenzin mit 1 - 11/2 atm Überladedruck über CV-b-Vergleichskurve erhalten. Eine gleiche Qualität konnte auch mit ungarischem Straightrun-Benzin erhalten werden. Bei diesem Produkt wurde eine höhere Ausbeute von 79 - 79,5 % erreicht. Die praktischen Monatsausbeuten haben diese Zahlen noch nicht erreicht, zumal durchweg nicht bei günstigster Fahrweise mit Vordestillation gefahren werden konnte und weil die Druckverhältnisse in den Kontaktöfen zumeist nicht die gewünscht günstigsten waren. Eine Durchschnittsmonatsbilanz für den Monat Juni 1942 gibt die Übersicht Tabelle 2.

Besonders günstige Ergebnisse wurden mit einer ersten Versuchsmenge von 840 to 5058-Rheinbraunbenzin erhalten. Gegen sonst 50-60 Stunden betrug bei diesem Produkt die Fahrzeit der DHD-Periode 120 Stunden, ohne dass hiermit die DHD-Periode schon ausgefahren wurde (=Es lag kein Produkt mehr vor=). Ausserdem wurde eine

=2=

technische Ausbeute von 85,6 % ermittelt. Wegen dieser für die Produktionshöhe besonders günstigen Umstände ist mit dem RWiM vereinbart worden, dass wir ab September die ganze Produktion (etwa 3 500 to) von 5058-Benzin von Rheinbraun für unsere DHD-Anlage übernehmen, während die gleiche Menge an rumänischem oder ungarischem Benzin für die Autobenzin-Erzeugung freigegeben wird.

Die Produkteigenschaften sind in den anliegenden Tabellen und Kurvenblättern wiedergegeben. (Tabelle 3-6, Kurvenblatt 1-4).

2. DHD-Versuchskammer 504:

In der 1 cbm DHD-Versuchsapparatur Ka 504 sind im letzten Monat 18 to Höhenkraftstoff (Hochleistungsbenzin bis 180° mit Dampfdruck 0,2) aus Scholvener 5058-6434-Abstreifer erzeugt worden. Der gewünschte Dampfdruck konnte nur durch teilweise Herausstabilisation von C_5 aus dem Anfallprodukt erreicht werden. Bei dieser ersten Erzeugung ist der Endpunkt etwas niedrig (siehe Tabelle), auch ist die Fraktion 160-180° sehr dünn. Es ist daher der Versuch mit einem höher abgeschnittenen Benzin wiederholt worden; von diesem Versuch liegen noch keine Resultate vor. In der Überladung hat das erstgenannte Produkt in einer Mischung mit 20 % Isooktan gute C_5-Qualität (siehe Tabelle 7-8, Kurvenblatt 5).

3. 700 atm-Gasphaseversuchskammer 805.

In der Versuchskammer 805 ist im letzten Monat ein erster Gasphase-Versuch über Kontakt 7421 bei 700 atm zur Ausführung gekommen. Als Ausgangsprodukt diente Kohleverflüssigungsmittelöl von Scholven, das wir gegen DHD-Rückstand ausgetauscht hatten. Bei einem Kontaktvolumen von 770 Litern wurde die Kammer am 21.9.42 mit zunächst 600 atm-Anfangsdruck, 2000 cbm/h Gaseingang bei 19 mV mit Einspritzung gefahren. Das Einspritzprodukt bestand zunächst aus 60 % a-Mittelöl + 40 % 6434 b-Mittelöl, das letztere wurde ab 2. Fahrtag durch eigenes b-Mittelöl ersetzt. Der Durchsatz wurde bis 23.9. auf 620 kg, die Temperatur auf 23,5 mV, der Druck auf 700 atm gesteigert. Die weiteren Zahlen sind in der anliegenden Tabelle zusammengestellt und zeigen, dass bei einer Steigerung der Ofen-Durchschnittstemperatur auf 24,5 mV eine noch sehr ungenügende Leistung von 0,325 erzielt wurde. Insbesondere sind die Phenolzahlen im Mittelöl sehr ungenügend. Am 27.9.42 13,55 Uhr zogen bei plötzlichem Zusammenfallen der Kammerdifferenz die Temperaturen im Ofen spontan binnen 2 Minuten auf 50 mV an. Das Durchgehen des Ofens wurde mit Kaltgas abgefangen und waren die Ofenelemente bereits wieder beim Zurückgehen auf Normaltemperatur, als im Produkthinweg zwischen Regenerator und Vorheizer eine Verbindungsleitung platzte, was die Kammer zum Ausfall brachte. Die nähere Untersuchung hat ergeben, dass (offensichtlich durch die plötzliche Temperatursteigerung) im Regenerator-Eingang-Rückweg ein Flansch undicht geworden war, das ausströmende Gas sich entzündet hatte und hierdurch die oben erwähnte Verbindungsleitung angestrahlt und zum Platzen gebracht wurde. Die Kammer ist nach Auswechselung des durch die plötzliche Entspannung undicht gewordenen Rohrbündels des Regenerators wieder voll

-3-

betriebsfähig und soll in etwa 8 Tagen wieder in Betrieb genommen werden.

In Parallelversuchen der Kleinapparatur wurden bei den gleichen Bedingungen, wie sie die Grossapparatur angewandt hatte, die obenerwähnte ungenügende Phenolreduktion sowie auch die sehr niedrigen Anilinpunkte im Abstreiferprodukt und b-Mittelöl nicht bestätigt. Diese Feststellung deutet auf einen schon von vornherein vorhandener Kurzschluss im Regenerator, der im Zeitpunkte des Durchgehens des Ofens erkanntlich durch das plötzliche Zusammenfallen der Kammerdifferenz offensichtlich praktisch vollkommen vorhanden war. Das Durchgehen des Ofens wird hierauf zurückgeführt.

gez. Süssenguth

Tabelle 1.

Untersuchungsergebnisse der Anlagenprodukte.

Produkt	1 Rumänisches Leichtbenzin paraffinös	2 Rumänisches Schwerbenzin oktanisch	3 Rumänisches Schwerbenzin halb paraffin.	4 Mischung Leichtbi+Schwerbi (1-3)	5 Rumänisches Benzin Moosbierbaumqual.	6 Ungarisches Benzin	7 5058-Benzin Rheinbraun
spez.Gew. b.15°C	0,726	0,802	0,782	0,765-0,770	0,746-0,759	0,758	0,769
Anilingrmkt I	+ 51,8	+ 40,2	+44,9	+45 bis +46	+45 bis +50	+42,6	+35,4
" II	+ 57,0	+ 60,4	+60,8	+59 bis 60	+58 bis +62°	+57,7	+51,7
Jodzahl	0,5	5,4	3,4	3,0	2,0	2,3	1,8
Dampfdruck	0,357	0,014	0,02	0,12	0,2	0,16	0,399
Siedekurve:	A.S.T.M.	A.S.T.M.	A.S.T.M.	A.S.T.M.	A.S.T.M.	A.S.T.M.	A.S.T.M.
Siedebeginn °C	53	148	114	67-72	58-68	70	48
% bis 60 °C	0,4	-	-	-	-	-	1,0
% " 70 °C	2,6	-	-	-	0,5-2,0	-	2,0
% " 80 °C	13,5	-	-	0,8-1,0	2 - 4	1,0	6,5
% " 90 °C	35,6	-	-	2,5-3,0	7 -10	5,0	13,0
% " 100 °C	60,0	-	-	8,0-12,0	17 -22	18,0	23,0
% " 110 °C	81,0	-	-	14,0-18,0	29 -36	36,0	37,5
% " 120 °C	91,0	-	1,0	28,0-32,0	48 -58	54,0	52,0
% " 130 °C	95,8	-	5,5	38,0-42,0	55 -65	69,5	66,0
% " 140 °,	-	-	24,5	58,0-62,0	73-85	81,5	77,5
% " 150 °,	-	2,0	66,2	78,0-82,0	90- 95	91,0	87,0
% " 160 °C	-	87,0	91,8	94,0-96,0	95 -97	97,0	95,0
Endpunkt °C/%	139,5°C/98,0%	157/98,5	159/96,3	166-170/98,5	160-165/98,1	163/98,5	165/98,1
Rückstand %	1,2	1,2	1,2	1,0	1,2	1,3	1,3
Verlust %	0,8	0,3	0,5	0,5	0,7	0,2	0,6
O.Z. Res.M.	64,5	68,0	60,0	58-60	57-60	66,0	66,0
M.M.	60,5	63,0	58,0	56-58	55-60	60,0	64,6
Zusammensetzung:							
Gew.% Paraffine	52,5	52,5	56,0	54-55	55-59	48,5	31,5
" % Naphthene	39,5	24,0	24,5	30-28	27-32	33,5	49,0
" % Aromaten	7,0	23,5	19,0	15-17	13-16	18,0	19,0
" % Ungesättigte	1,0	0,0	0,5	0,5	0,5	0	0,5

Tabelle 2.

Schema der Dehydrierung in Lu/Op. im Monat Juni 1942 bei Verarbeitung von rumänischem Benzin (Moosbrunnqualität)

3 145,21 to Rohbenzin

Dehydrierung in Ka Lu 801/802

534 Betriebsstunden
183 Regenerationsstunden
3 Reparaturstunden

Koks	Abstreifer 35 atü	Gasbenzin 425 m³	Überschußgas
6,7 to	3010,21 to	1,3 to	212275 m³
0,21 %	95,71 %	0,04 %	127 to
			4,04 %

z.Leuchtgas

Überschussgas (einschl.Gasbenzin)

	CH_4	C_2H_6	C_3H_8	C_4H_{10}	Gasbi.	H_2	Sonstige
	35 %	14 %	6,0%	1,3%	0,2%	42,5%	1,0%
m³	74400	29800	12760	2770	425	90400	2145
to	49,6	37,3	23,2	6,7	1,3	7,5	2,5

Entspannung auf 8 atü

Abstreifer 8 atü	Entspannungsgas
2869,21 to	114 800 m³
91,2 %	141 ,0
v.Ausg.	4,5 %
	v.Ausg.

Entspannungsgas Op. (Reichgas)

	CH_4	C_2H_6	C_3H_8	C_4H_{10}	Gas-	H_2	Sonstige
	28 %	37 %	15 %	5,8%	3,2%	5,5%	5,5%
m³	32150	42500	17200	6660	3670	6310	6510
to	21,4	53,1	31,5	16,1	11,0	0,5	7,0

z.Krax.gas

Stabilisierung Redestillation

DHD-Benzin	DHD-Rückstand	Verlust	Stabil.-Abgas
			251700 m³
2521,39 to	49,85 to	31,27 to	466,7 to
73,9 %	1,6 %	1,0 %	14,8 %
v.Ausg.	v.Ausg.	v.Ausg.	v.Ausg.

Stabil-Abgas

	CH_4	C_2H_6	C_3H_8	C_4H_{10}	Gasbi.	H_2	Sonstige
	2,4%	21%	38 %	35%	0	0,8%	2,8
m³	6040	52900	95600	88100	0	2010	7050
to	4,0	66,1	175,2	213,0	0	0,2	8,2

1 000 to Rohbenzin

Dehydrierung in Ka 801

74 % DHD-Periode
26 % Regeneration

Überschussgas (einschl.Gasbenzin)

Koks	Abstreiferprodukt (35 atü)	Gasbi	Überschußgas	CH_4	C_2H_6	C_3H_8	C_4H_{10}	Gasbi.	H_2	Sonstiges
				55%	14 %	6,0%	1,3%	0,2 %	42,5%	1,0%
		135 m³	67500 m³	23650 m³	9450 m³	4060 m³	880 m³	135 m³	28750 m³	685 m³
2,1 to	95,7 to	0,4 to	40,5 to	15,7 to	11,8 to	7,3 to	2,1 to	0,4 to	2,4 to	0,8 to

Entspannung auf 8 atü (Ka-Bi-Vorlage Op.805)

Abstreiferprodukt 8 atü

912 to

Entspannungsgas 35-8 atü
36500 m³
45 to

Entspannungsgas Op (Reichgas)

	CH_4	C_2H_6	C_3H_8	C_4H_{10}	Gasbi.	H_2	Sonstiges
	28 %	37 %	15 %	5,8%	3,2%	5,5%	5,5%
m³	10220	13500	5470	2120	1170	2030	2010
to	6,8	17,0	10,1	5,1	3,5	0,16	2,34

Stabilisierung(und Redestillation)

9,9 to Verlust

80420 m³ Stabil-Abgas
148,3 to "

15,8 to DHD-Rückstand

738,0 to DHD-Fertigbenzin

Stabil-Abgas

	CH_4	C_2H_6	C_3H_8	C_4H_{10}	Gasbi.	H_2	Sonstiges
	2,4%	21%	38%	35%	0 %	0,8%	2,8%
m³	1920	16850	30840	28000	0	640	2250
to	1,24	21,0	55,7	67,7	0	0,06	2,6

Tabelle 3.

DHD-Fertigbenzin aus rumän. Leichtbenzin + Schwerbenzin.

Farbe:	farblos
Geruch:	aromatisch
Spez. Gew.	0,7855/15°
A.P.I	◇ 1,3
A.P.II	+ 61,6
Cu Streifen:	gut
Cu Schale:	2,0 mgr
Doktortest:	negativ
Ungesättigte:	0,5 %
Jodzahl M.38:	4,6 %
Brechungsvermögen:	1,4448
Dampfdruck:	0,413 atm
Klopfwert Nr.	65,24
Research ohne Pb.:	92,5
" + 0,12% Pb	103,0
Motor ohne Pb:	81,4
" ◇ 0,12% Pb:	92,0

A.S.T.M.	
Siedebeginn:	46
-50°	0,5 %
-60°	3,0 %
-70°	10,^ %
-80°	19,5 %
-90°	29,0 %
100°	37,5 %
-0°	45,0 %
-120°	52,8 %
-130°	61,5 %
-140°	73,5 %
-150°	85,0 %
-160°	95,0 %
-170°	◇
E.P.	168/98,0 %
Rückst.	1,0 %
Verlust	1,0 %

Bombentest ohne Druckabfall
Glasschal vor Alterung 0,4 mgr
" nach " 18,5/2,7 mgr

Zusammensetzung:

Paraffine	29,5
Naphthene	11,0
Aromaten	59,0 (53 Vol.%)
Ungesättigte	0,5

Tabbile 4.

DHD-Fertigbenzin aus Moosbierbaumware.

Farbe:	farblos
Geruch:	aromatisch
Spez.Gew.:	0,7745/15°
A.P.I ≈ 46° }	56,0 % Aromaten
A.P.II ≈ 62,6° }	
Cu-Streifen	gut
Cu Schale + Pb 0,0 mgr/	0,0 mgr ≈ P.H.
Doktortest	negativ
Ungesättigte	0,25 %
Jodzahl	5,1
Brechungsvermögen	1,4389/20°
Dampfdruck	0,409 atm
Klopfwert Nr.	6974 H
Research ohne Pb	94,2
" + 0,12% Pb	ca.105,0
Motor ohne Pb	79,0
" + 0,12% Pb	91,0

Bombentest + Pb Abf.v.9,3 auf 8,6 2 1/2 Std.konst. (+ P.A.ohne Abfall)
Glasschale vor Alterung 6,0 mgr ≈ Pb {≈ P.A. 0,9 mgr}
" nach " 38,4/35,7 mgr {≈ P.A. 6,6 " }

Zusammensetzung:

Paraffine	33,0 %
Naphthene	10,5 %
Aromaten	55,0 %
Ungesättigte	0,5 %

A.S.T.M.

Siedebeginn	45°
- 50°	0,5 %
- 60°	6,0 %
- 70°	15,0 %
- 80°	24,0 %
- 90°	33,0 %
-100°	42,0 %
-110°	52,0 %
-120°	62,0 %
-130°	73,0 %
-140°	82,0 %
-150°	89,0 %
-160°	93,5 %
-170°	-
E.P.	172°/97,0 %
Rückst.	1,3 %
Verlust	1,7 %

Tabelle 5.

DHD-Fertigbenzin aus ungarischem Benzin.

Spez. Gewicht:	0,7825/15°
A.P.I. ⌀ 1,2°	57,5 % Aromaten
A.P.II ⌀ 59,0°	
Cu Streifen	gut
Cu Schale	2,1 mgr + Pb
Doktortest	negativ
Ungesättigte	0,75 %
Jodzahl	4,7
Brechungsvermögen	1,4426/20°
Dampfdruck	0,429 atm
Klopfwert Nr.	6971 H
Research ohne Pb.	94,5
Motor ohne Pb.	78,5

Bombentest + Pb Abfall v. 9,4 auf 8,8, konstant 2 Std. (+ P.A. ohne Abfall)

Glasschale vor Alterung	0,7 mgr +	(+ PA. 0,6 mgr)
" nach "	84,9/56,2 mgr	(+ PA. 4,8 mgr)

Zusammensetzung:

Paraffine	26,5 %
Naphthene	15,0 %
Aromaten	57,5 %
Ungesättigte	1,0 %

A.S.T.M.

Siedebeginn	43°
⌀ 50°	0,9 %
⌀ 60°	4,5 %
⌀ 70°	11,5 %
⌀ 80°	21,0 %
⌀ 90°	31,5 %
⌀ 100°	43,0 %
⌀ 110°	55,0 %
⌀ 120°	67,0 %
⌀ 130°	77,0 %
⌀ 140°	86,0 %
⌀ 150°	92,5 %
⌀ 160°	96,0 %
E.P.	170°/98,0 %
Rückst.	1,2 %
Verlust	0,8 %

Tabelle 6

Di-Benzin aus Rheinbraunbenzin.

Spez.Gewicht:	0,7875/15°
A.P. I −0,7° }	56,0 % Aromaten
A.P.II +57,5° }	
Cu Streifen	gut
Cu Schale + Pb	2,0 mgr/0,5 mgr + P.A.
Doktortest	negativ
Ungesättigte	0,2 %
Jodzahl	1,5
Brechungsvermögen	1,4451/20°
Dampfdruck	0,402 atm
Klopfwert Nr.	7218 H
Research ohne Pb	92,3
" + 0,12 % Pb	106
Motor ohne Pb	79,5
" + 0,12% Pb	92,0

Bombentest + Pb Abfall v.9,3 auf 6,3 konst. 1 3/4 Std.(+ P.A.ohne Abfall)

Glasschale vor Alterung	0,6 mgr	(+ P.A. 0,8 mgr)
" nach "	57,1/54,7 mgr	(+ P.A.11,0/ 2,3 mgr)

Zusammensetzung:

Paraffine	26,0 %
Naphthene	18,0 %
Aromaten	56,0 % = 50,5 Vol.%
Ungesättigte	

A.S.T.M.

Siedebeginn	50°
- 50°	-
- 60°	1,5 %
- 70°	6,0 %
- 80°	15,0 %
- 90°	27,0 %
-100°	40,0 %
-110°	54,0 %
-120°	65,0 %
-130°	75,5 %
-140°	85,0 %
-150°	92,0 %
-160°	96,5 %
E.P.	165/98,2 %
Rückst.	1,1 %
Verlust	0,7 %

Tabelle 7.

DHD-Benzin bis 180° Kammer 504.
(Höhenkraftstoffkomponente)

Spez. Gewicht	0,798/15°
A.P.I + 30,2°	29,0 : 2 = 58,0 % Aromaten
A.P.II + 56,4°	
Cu Streifen	gut
Cu Schale + Pb	8,4 mgr/2,2 mgr + P.A.
Doktortest	negativ
Ungesättigte	
Jodzahl	1,8
Brechungsvermögen	1,4488/20°
Dampfdruck	0,209 atm
Klopfwert Nr.	7263 H
Research ohne Pb.	94,5
" + 0,12 % Pb	ca. 109
Motor ohne Pb.	81,9
" + 0,12 % Pb	92,5

Bombentest + Pb Abfall 8,8 auf 7,4 konst. 2 1/4 Std. (+ P.A. ohne Abfall
Glasschale vor Alterung 1,9 mgr (+P.A. 0,9 mgr)
" nach " 97,6/78,0 mgr (+P.A. 9,0 ")

Zusammensetzung:

Paraffine	19,0 %	
Naphthene	23,0 %	
Aromaten	58,0 %	53,0 Vol.%
Ungesättigte		

A.S.T.M.

Siedebeginn	63°
- 50°	
- 60°	
- 70°	1,0 %
- 80°	10,0 %
- 90°	26,0 %
-100°	41,0 %
-110°	52,0 %
-120°	66,0 %
-130°	68,0 %
-140°	76,0 %
-150°	84,0 %
-160°	91,0 %
-170°	96,0 %
E.P.	177°/98,5 %
Rückst.	1,0 %
Verlust	0,5 %

Tabelle 8.

Höhenkraftstoff = Mischung von 80 Teilen IHD-Benzin bis 180° + 20 Teilen E.T. 110.

Spez. Gewichte	0,7795/15°
A.P.I. + 17,4°	
A.P.I. + 63,2°	45,5 % Aromaten
Cu Streifen	leichter Farbenanlauf
Cu Schale + Pb	8,9 mgr/5,1 mgr + P.A.
Doktortest	negativ
Ungesättigte	keine
Jodzahl	2,6
Brechungsvermögen	1,4390/20°
Dampfdruck	0,212 atm
Klopfwert	Nr. 7328 M

Bombentest + Pb Abfall v. 9,0 auf 8,0 konstr. 3 Std. (+ P.A. ohne Abfall)

Glasschale vor Alterung	1,9 mgr	(+ P.A. 0,0 mgr)
" nach "	72,8/61,9 mgr	(+ P.A. 8,7 ")

Zusammensetzung:

Paraffine	41,5 %	
Naphthene	12,0 %	
Aromaten	45,5 %	(41 Vol.%)
Ungesättigte		

A.S.T.M.

Siedebeginn	65°	
-50°	-	
- 60°	-	
- 70°	1,0	%
- 80°	6,0	%
- 90°	20,5	%
-100°	39,0	%
-110°	54,5	%
-120°	64,5	%
-130°	73,5	%
-140°	79,5	%
-150°	84,5	%
-160°	90,5	%
-170°	96,0	%
E.P.	178/98,7	%
Rückst.	1,2	%
Verlust	0,1	%

Tabelle 9.

Kammer 805.

Datum:	23.8.42		24. 8.42		25.8.42		26.8.42	
Einspritzung B.S.								
spez.Gewicht	0,958		0,958		0,962		0,960	
A.P. I	12,6		16,2		14,0		14,0	
Phenole	12,3		11,61		11,6			
100 cm³ Engler S.B.	85		95		102		110	
" 180°	11,5		12,5		9,0		5,0	
" 250°	53,5		50,5		51,5		54,5	
" 300°	83,5		78,5		85,0		87,0	
E.P. °C/%	324 / 97,5		320 / 98,0		321 / 99,0		315/ 98,9	
Abstreifer Prod. A.B.	A.	B.	A.	B.	A.	D.	A.	B.
spez.Gewicht		0,905	0,892	0,885	0,879	0,867	0,857	0,850
A.P.		1,0	3,6	3,3		+8,2	+10,7	+9,1
100 cm³ Engler S.B.	"	63	51	49	53	46	48	45
" 100°	-	5,0	5,5	7,5	7,0	10,5	11,5	8,0
" 150°		17,5	21,0	22,5	2	29,5	34,0	35,5
" 105°	-	22,0	26,0	27,5	3	33,0	38,5	43,5
" 200°	-	39,0	41,0	45,5	47,5	50,0	55,0	61,5
E.P. °C/%		315/98,0	321/97,2	320/97,-	315/97,8	311/96,2	311/96,5	311/97,0
Abstreifer Zerlegung.								
" 165°	17,3		28,0		33,0		41,3	
über 165°	82,5		71,8		66,0		58,3	
Verlust	0,2		0,2		0,4		0,4	
Benzin 165°	L.	D.	L.	D.	L.	D.	L.	D.
Labor. Dest 541x								
nicht stab. stabil								
spez.Gewicht	0,785		0,776		0,763	0,765	0,757	0,771
A.P.I	+25,6		+26,9		27,7	28,5	+26,8	+27,5
A.P.II	+40,3		+40,7					
Cu Streifen	gut		gut		gut	gut	gut	gut
Doktortest	neg.		post.		neg.	neg.	neg.	neg.
Dampfdruck								
Klopfwert No.								
Motor								75,0
Motor + Pb.								88,4
A.S.T.M. S.B.	60		46		48	37	45	48
" 70%	1,0		5,0		6,5	8,0	8,0	7,0
"100°	23,0		29,0		36,0	41,0	37,5	38,0
E.P. °C/%	175/98,0		170/97,5		167/97,0	160/96,0	168/97,5	168/98,0
Mittelöl 165°								
Labor Dest. 541x	L.	D.	L.	D.	L.	D.	L.	D.
spez.Gewicht	0,939		0,930	0,929	0,920	0,923	0,916	0,919
A.P.I	-		6,6	6,5	4,0	6,0	4,4	4,2
Phenole			4,33	1,51	4,19	7,08	-	4,7
100 cm³ Engler S.B.	178		180	174	178	151	180	168
" 180°				3,0		4,0	-	1,5
" 200°	10,0		11,0	19,0		20,0	22,0	19,0
" 250°	61,5		59,5	61,0		63,0	71,0	65,0
E.P. °C/%	323/98,9		322/98,8	330/98,5	167/97,0	317/98,9	314/98,4	325/98,0
Versuchsbedingungen								
Einspritzmenge kg/h	620		624		630		622	
Einspritzung /ltr.Kont./h	0,81		0,81		0,82		0,81	
Eing.Gasmenge cbm/h	2000		2000		2000		2000	
Eing.Gasmenge/kg Einspritzg.	3,22		3,21		3,18		3,20	
Ofen Temp. max.	23,5		24,0		24,5		24,8	
" " Durchschn.	23,1		23,7		24,2		24,5	
Versuchsergebnisse								
Abstreifermenge/h	630		589		625		606	
berechnetes Bi/h	109		165		203		250	
Leistung	0,142		0,215		0,264		0,325	
% Polausbeute	102,0		95,5		97,5		97,8	

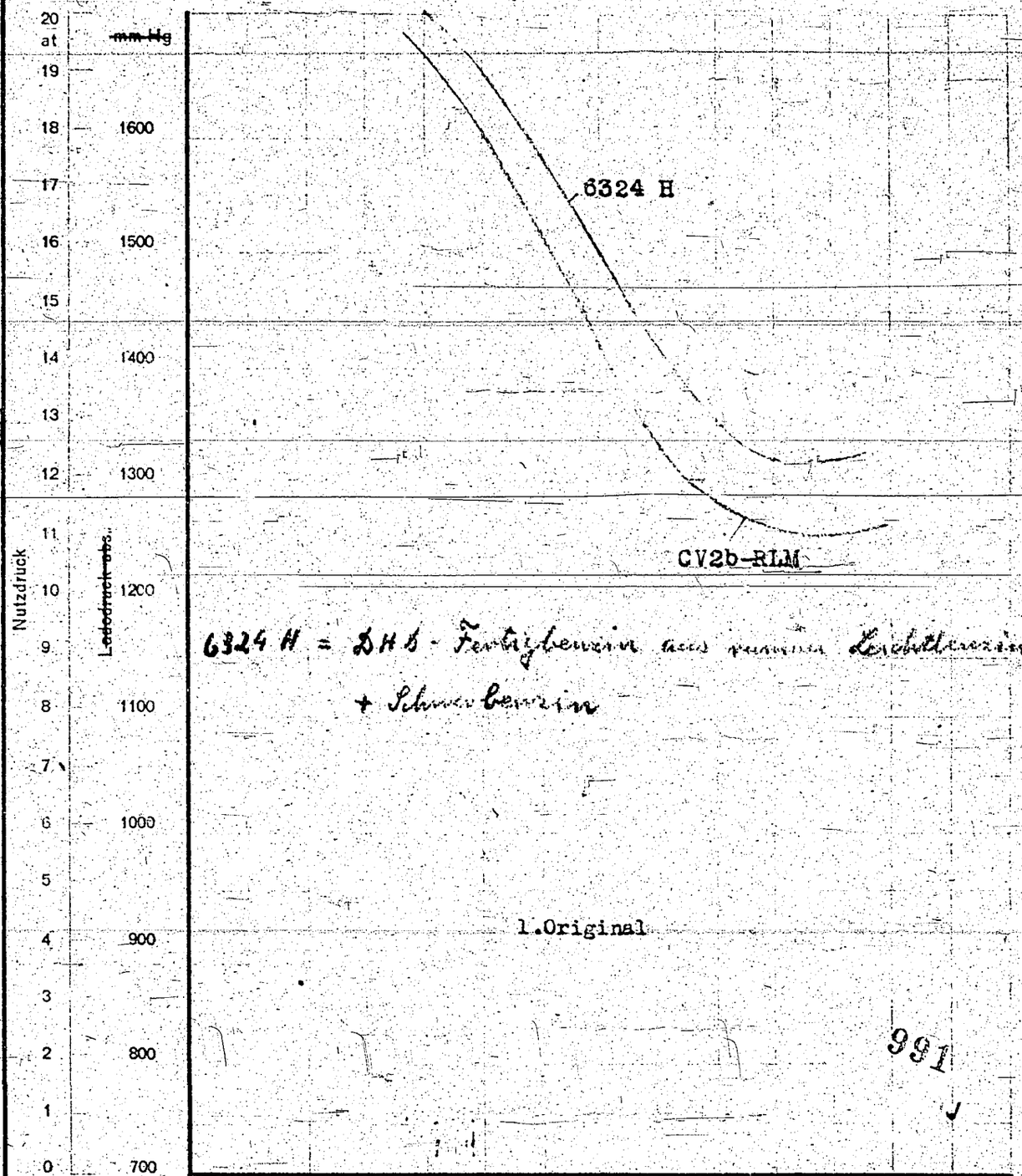
086

Techn. Prüfstand Oppau — Blatt 1

Klopfgrenzkurven nach dem Überladeverfahren

Motormuster: BMW 132 N — Verdichtungsverhältnis: 1: 6,5
Motornummer: II — Ladelufttemperatur: 130°
Versuchstag: — Zündzeitpunkt: 30° v. o. T.

1. Prüfkraftstoff: 6324 H, Br.2288 — Versuch Nr.: 90
2. Prüfkraftstoff: CV2b-RLM, Br.2226 — Versuch Nr.: 91
3. Prüfkraftstoff: — Versuch Nr.:
4. Prüfkraftstoff: — Versuch Nr.:



6324 H = DHD-Fertigbenzin aus reinem Leichtbenzin + Schwerbenzin

1. Original

991

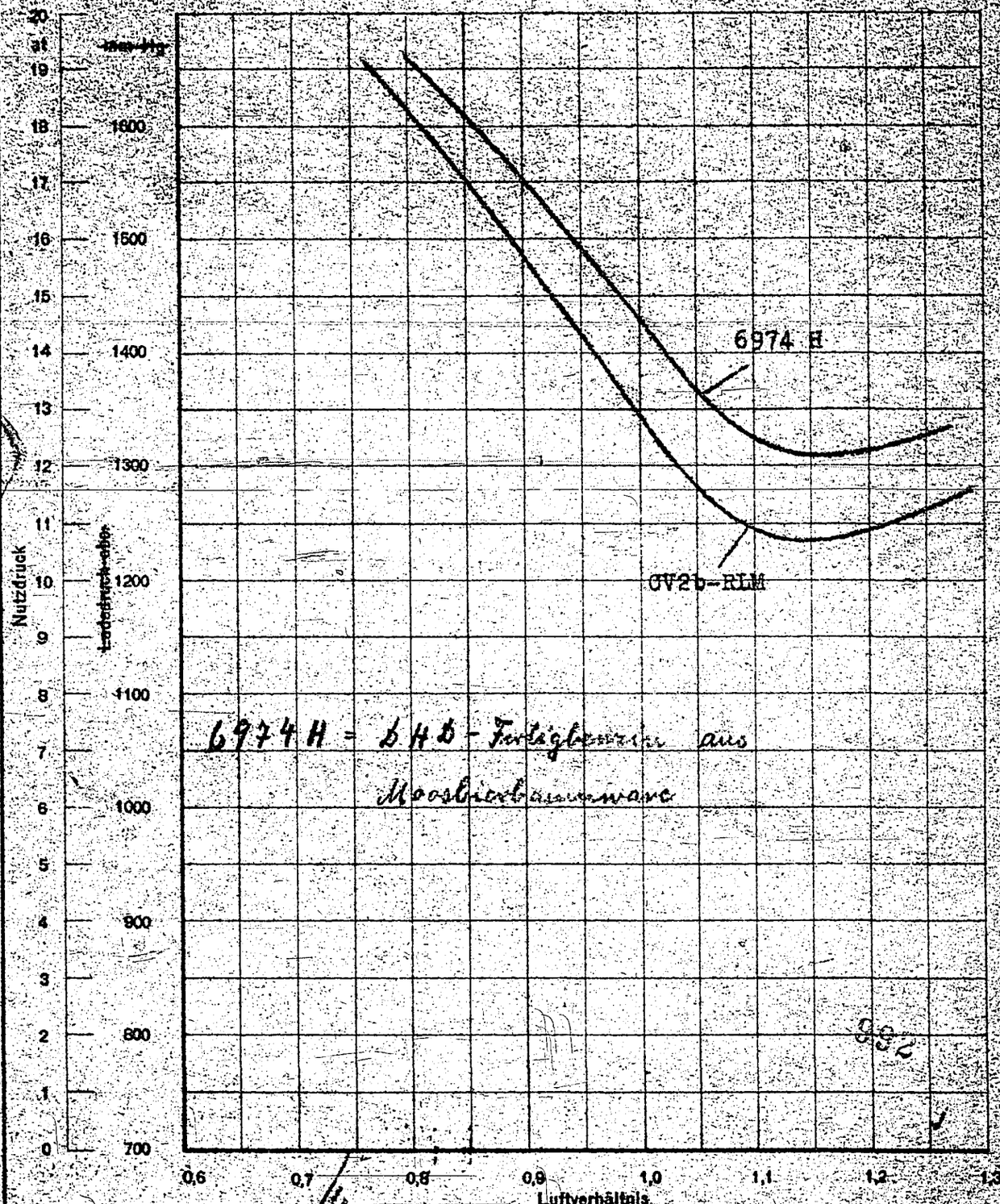
I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft Ludwigshafen a. Rh.	zur Kraftstofferprobung Nr. 259v.	T.Pr.S. 1896
Tag / Name	Urheberrechtsschutz nach DIN 34 — 13.3.42	

4314-1M-491 1/0267

Techn. Prüfstand Oppau — Blatt 2 von 4

Klopfgrenzkurven nach dem Überladeverfahren

Motormuster: BMW 132 — Verdichtungsverhältnis: 1: 6,5
Motornummer: — Ladelufttemperatur: 120°
Versuchstag: 20.6.1942 — Zündzeitpunkt: 30 °v.o.T.
1. Prüfkraftstoff: 6974 H, Br.2572, Sdg. 42 — Versuch Nr.: 537
2. Prüfkraftstoff: CV2b-RLM, Br.2545 — Versuch Nr.: 536
3. Prüfkraftstoff: — Versuch Nr.:
4. Prüfkraftstoff: — Versuch Nr.:



6974 H = DAB-Fertigkraftstoff aus Moorbirkenholz

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft Ludwigshafen a. Rh. Tag Name	zur Kraftstofferprobung Nr. 267 y. 29.7.42 Urheberschutz nach DIN 34	T.Pr.S. 2285

DSI- M-432 P 0267

Techn. Prüfstand Oppau

Blatt 3

Klopfgrenzkurven nach dem Überladeverfahren

Motormuster: BMW 132 H

Motornummer:

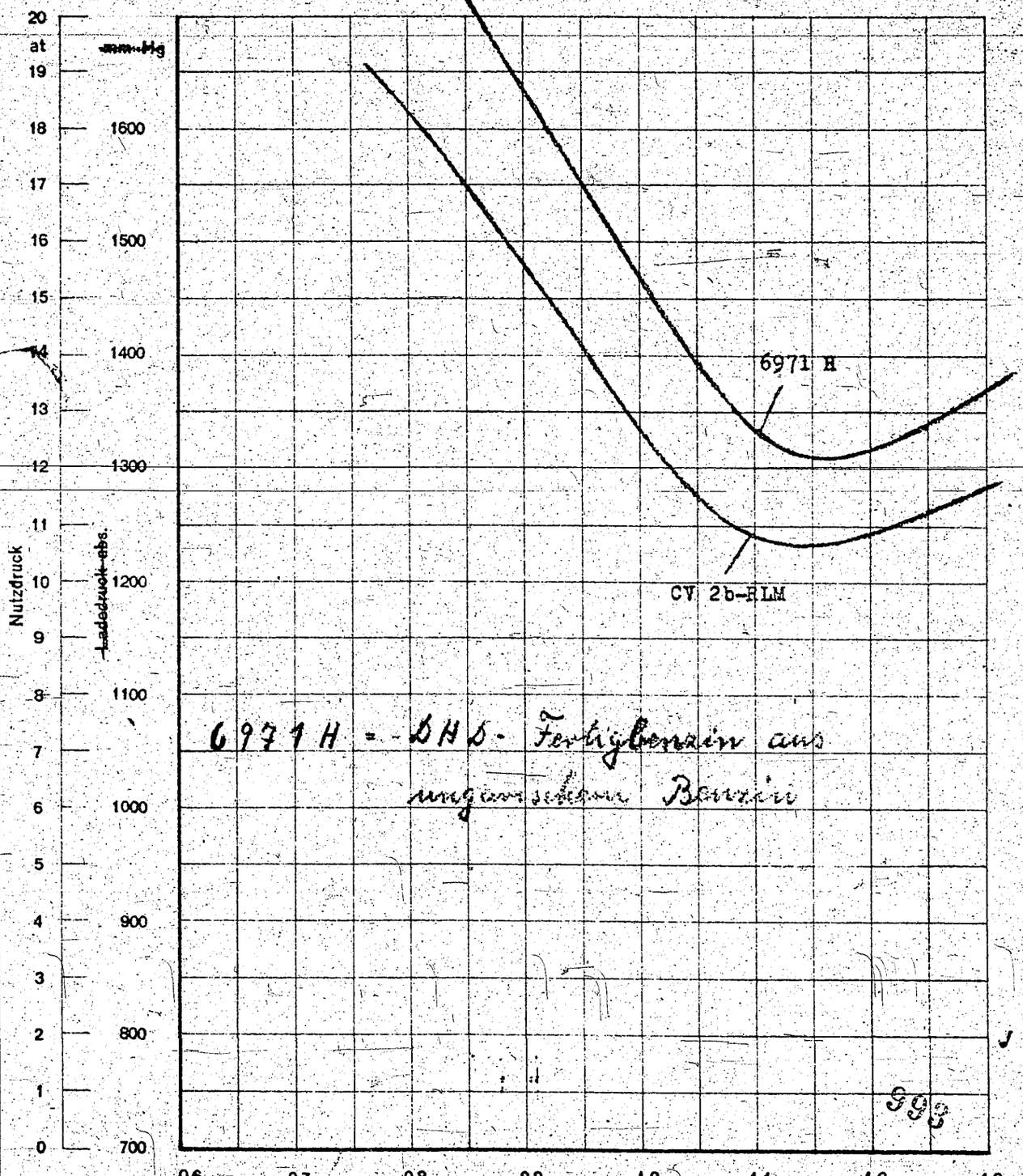
Versuchstag: 18.6.1942.

Verdichtungsverhältnis: 1:6,5

Ladelufttemperatur: 130°

Zündzeitpunkt: 30 °v. o. T.

1. Prüfkraftstoff: 6971 H, Br.2567 Versuch Nr.: 524
2. Prüfkraftstoff: CV2b-RLM Br.2545 Versuch Nr.: 522
3. Prüfkraftstoff: Versuch Nr.:
4. Prüfkraftstoff: Versuch Nr.:



I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft Ludwigshafen a. Rh. Name	zur Kraftstofferprobung Nr. 267 v. 29.7.42	T. Pr. S. 2268

Urheberrechtsschutz nach DIN 34

Tag

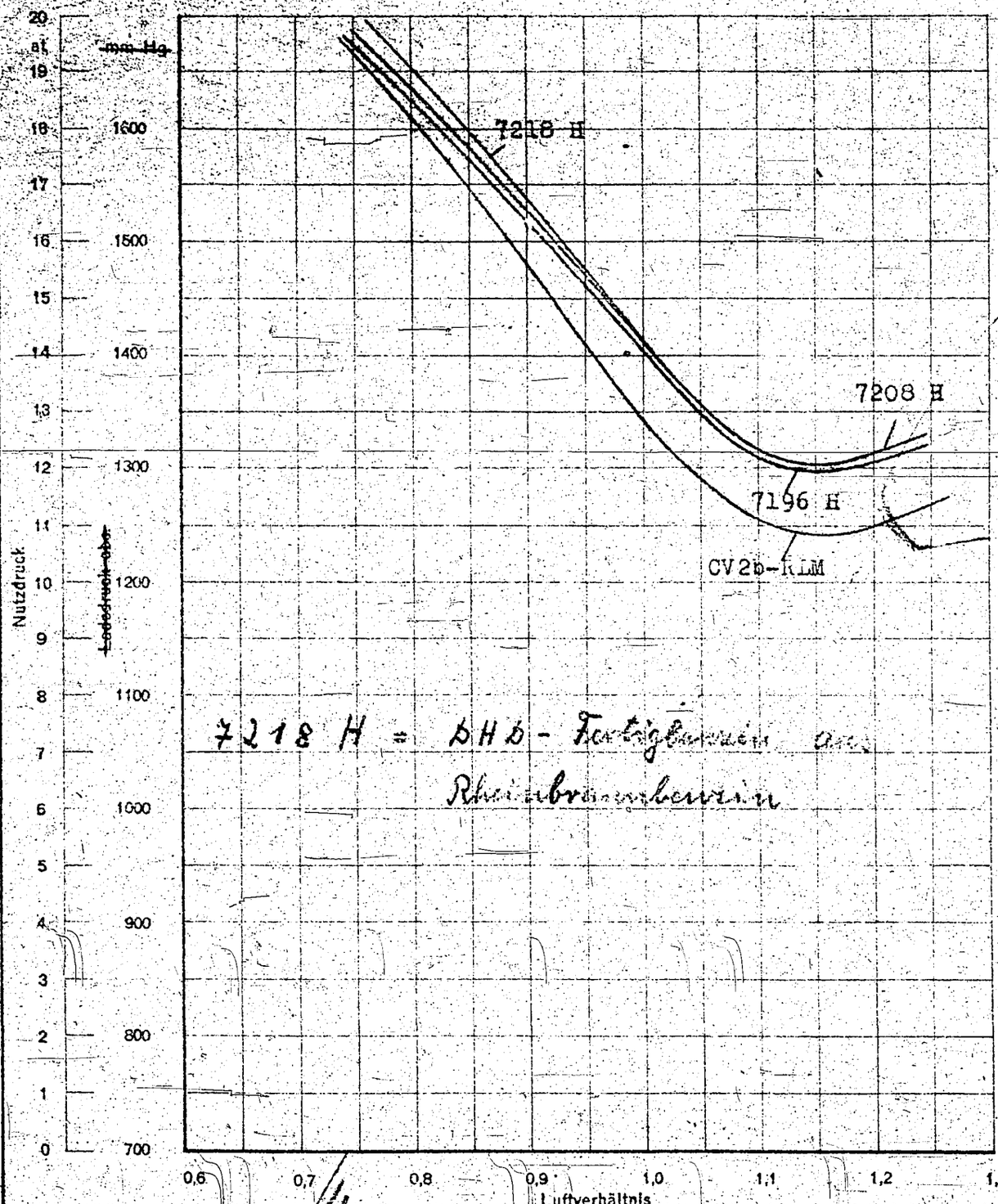
981 M-432 P 0267

Techn. Prüfstand Oppau — Blatt 4

Klopfgrenzkurven nach dem Überladeverfahren

Motormuster: BMW 132 H — Verdichtungsverhältnis: 1:6,5
Motornummer: III — Ladelufttemperatur: 130°
Versuchstag: 13.8.1942. — Zündzeitpunkt: 30 v. o. T.

1. Prüfkraftstoff: 7208 H, Br. 2653, DHD Sdg. 55 — Versuch Nr.: 35
2. Prüfkraftstoff: 7218 H, Br. 2654, " " 56 — Versuch Nr.: 36
3. Prüfkraftstoff: 7196 H, Br. 2652, " " 54 — Versuch Nr.: 34
4. Prüfkraftstoff: CV2b-RLM, Br. 2655 — Versuch Nr.: 33



7218 H = DHD-Fertigbenzin ab Rheinbrohl

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft Ludwigshafen a. Rh.
Tag Name

zur Kraftstofferprobung Nr. V.

Urheberrechtsschutz nach DIN 34

T.Pr.S. 2395

Techn. Prüfstand Oppau

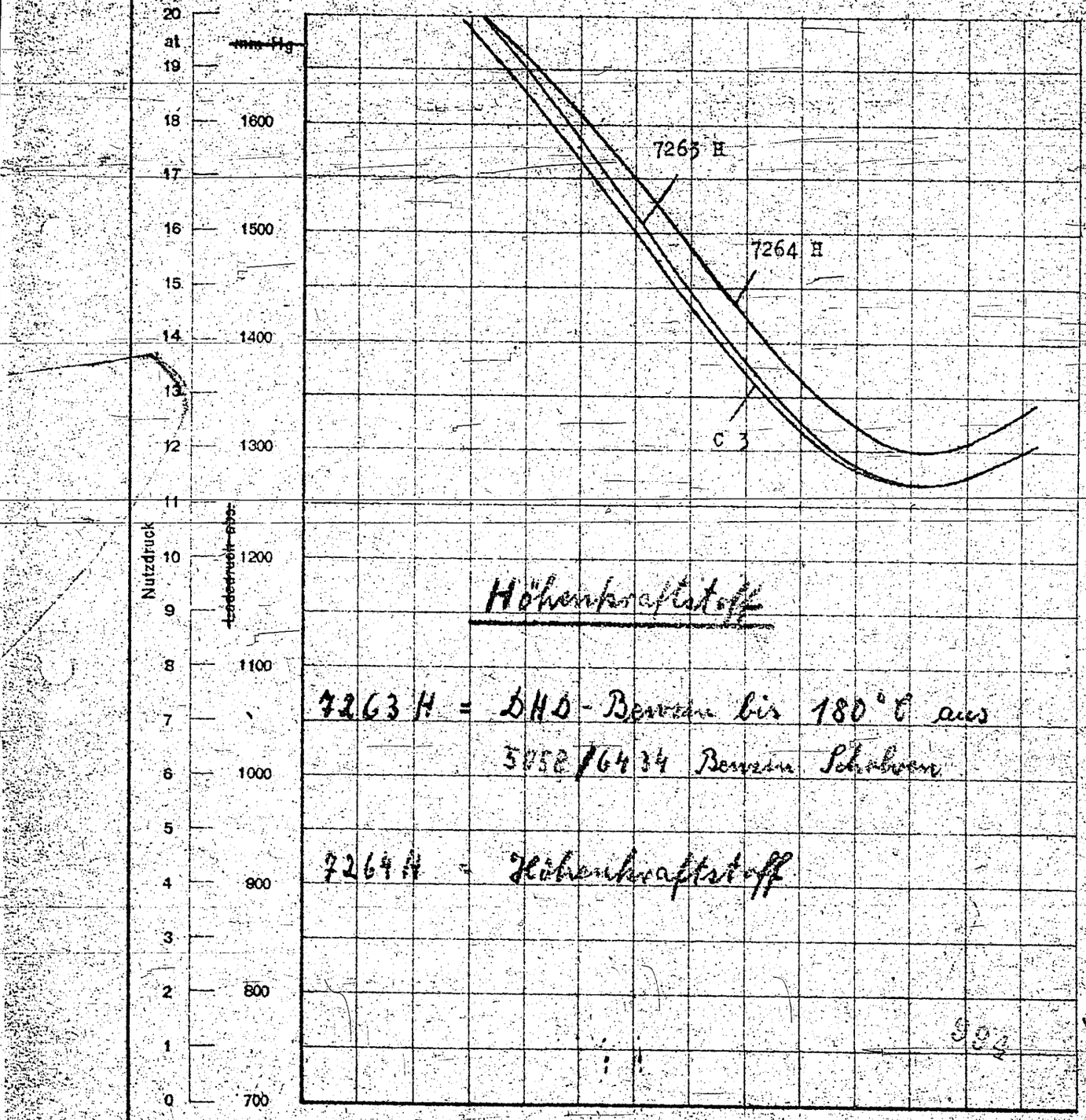
Blatt 5

Klopfgrenzkurven nach dem Überladeverfahren

Motormuster: BMW 132 N
Motornummer: III
Versuchstag: 18.8.1942

Verdichtungsverhältnis: 1: 6,5
Ladelufttemperatur: 130°
Zündzeitpunkt: 30° v. o. T.

1. Prüfkraftstoff: 7263 H; Br.: 2663 Höhenkraftstoff — Versuch Nr.: 43
2. Prüfkraftstoff: 7264 H; Br.: 2664 " : ET 110 80 / 20% — Versuch Nr.: 44
3. Prüfkraftstoff: C 3 — Versuch Nr.: 42
4. Prüfkraftstoff: — Versuch Nr.:



Höhenkraftstoff

7263 H = DHD-Benzin bis 180° C aus 3052/6434 Benzin Schwarzheide

7264 H = Höhenkraftstoff

902

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft Ludwigshafen a. Rh. Tag Name	zur Kraftstofferprobung Nr. v. Urheberschutz nach DIN 34	T. Pr. S. 2412

981- M-432. P 0257

Hdlg.

Hochdruckversuche
Lm 538

25. 8. 1941. No/Pf.

(32)

DHD-Versuche im 40 Ltr.-Ofen.

Zusammenfassung.

In einer Apparatur mit 40 Ltr. Kontakt wurden Dehydrierversuche mit K 7360 L durchgeführt. Die Apparatur bestand aus drei Dehydrieröfen von je 10 Ltr. Inhalt und einem Raffinationsofen von gleicher Größe. Sie war so eingerichtet, daß die Versuche sowohl bei homogener Temperatur als auch adiabatisch d.h. ohne Wärmezufuhr von außen und Wärmeabfuhr nach außen durchgeführt werden konnten.

Der vorliegende Bericht umfaßt die ersten 11 Betriebsperioden mit rumänischem Schwerbenzin P 1472 90-160°C.

Der Arbeitsdruck betrug bei 8 Betriebsperioden 40-50 atm, bei [illegible] Bei 40 atm ist die Ausbeute an flüssigem Anfall sowohl bei homogener als auch bei adiabatisch abfallender Temperatur selbst bei bester Fahrweise um etwa 2 - 3 % schlechter als bei 15 atm; dagegen ist bei 40 atm die Koksmenge [illegible] ungefähr halb so groß wie bei 15 atm und die Anfallprodukte besitzen eine geringere Jodzahl.

Bei einem Arbeitsdruck von 40 atm und adiabatischer Fahrweise ist die Ausbeute an flüssigem Produkt am höchsten, wenn die Ofeneintrittstemperaturen ansteigend gestaffelt werden. Wird die Eintrittstemperatur von Ofen 1 erhöht und die Eintrittstemperaturen von Ofen 2 und 3 entsprechend erniedrigt, so tritt eine starke Erhöhung der Vergasung ein. Eine Erhöhung der Kreislaufgasmenge von 1,0 auf 1,5 cbm/kg Benzin hat eine Verminderung der gebildeten Koksmenge zur Folge; eine Erniedrigung des Durchsatzes von 0,5 auf 0,25 kg bewirkt eine geringe Verbesserung der Ausbeute.

Unter den günstigsten großtechnisch möglichen Arbeitsbedingungen wird bei einer Zyklusdauer von 32 Stunden ein Anfallprodukt mit 65 % Aromaten mit einer Ausbeute von 81 - 82 % erhalten. Die dabei anfallende Koksmenge dürfte etwa 0,2 % betragen.

Auf Grund von Versuchen mit K 7360 techn. in Kammer 504 mit ähnlichen Produkten unter ähnlichen Bedingungen ergibt sich, daß K 7360 L (= K 7935 entspricht K 7360 auf Tonerde von Dr. v. Füner La 35) eine Kleinigkeit aktiver als K 7360 techn. sein dürfte (niedrigere Reaktionstemperaturen). Vor allem aber ist beim K 7360 L die Koksbildung erheblich geringer als beim K 7360 techn.

Das aus einem Anfallprodukt mit 65 % Aromaten erhaltene DHD-Benzin mit 52 Vol.% Aromaten war im Überladeverhalten erheblich besser als CV_2b. Die Teste dieses Benzins waren bis auf den Glasschalentest nach dem O_2-Bombenversuch mit Blei einwandfrei. Durch einen kleinen Zusatz eines Inhibitors ist auch der O_2-Bombentest mit Blei leicht in Ordnung zu bringen.

Einleitung.

Seit Beginn dieses Jahres stand der 100 Ltr.-Ofen 703 für DHD-Versuche nicht mehr zur Verfügung, da er für die 250- und 600 atm-Aromatisierung benötigt wurde. Als Ersatz für diesen Ofen wurde eine neue Apparatur in Kammer 601 errichtet.

Die Projektierung der gesamten Anlage wurde von den Herren Dipl.-Ing. Orth, Stelzer und Wolf durchgeführt. Ein Schema der Apparatur liegt als Abbildung 1 bei. In Anlehnung an die technischen DHD-Anlagen wurde eine Unterteilung des Reaktionsraumes in drei Dehydrieröfen von je 10 Ltr. Inhalt und einen Raffinationsofen von gleicher Größe vorgenommen. Ein vierter DHD-Ofen kann dazugebaut werden. Die Länge der Öfen betrug 2 m. Da nicht nur bei homogener Temperatur, wie in den 1 Ltr.-Öfen, sondern auch in Angleichung an die Fahrweise im großtechnischen Betrieb adiabatisch [1] fahren zu können, wurde die Außenbeheizung der Öfen nach einigen orientierenden Versuchen so eingerichtet, daß sich zwischen Heizwicklung und Ofen eine etwa 5 cm dicke Isolationsschicht befand und die Temperaturmessung der Ofenmäntel durch Thermoelemente zwischen der Heizwicklung und der Isolation erfolgte. Durch diese Anordnung wird erreicht, daß kein merklicher Wärmefluß von innen nach außen bezw. umgekehrt stattfindet, wenn die einander entsprechenden Mäntel- und Ofentemperaturen innerhalb eines Bereiches von 5 bis 10°C miteinander übereinstimmen [2].

---

1) Die Außenbeheizung der Öfen muß bei dieser Fahrweise so eingestellt werden, daß die Wärmeverluste durch Abstrahlung gerade gedeckt werden.

2) Als unzweckmäßig erwies sich eine Anordnung, bei der zwar auch Heizwicklung und Ofen durch eine Isolationsschicht getrennt war, die Temperaturmessung aber zwischen Isolationsschicht und Ofen erfolgte. Es war bei dieser Anordnung praktisch unmöglich, die Mäntel- und die entsprechenden Ofentemperaturen so genau aufeinander abzugleichen, daß kein merklicher Wärmefluß von außen nach innen bezw. umgekehrt stattfand.

Als Dehydrierkontakt wurde eine im Laboratorium hergestellte Charge (Ch. 19) von K 7360 L (K 7935, aktive bei pH = 7 nach Dr. v. Füner gefällte Tonerde + 55 gr MoO_3/Ltr. K) vom Schüttgewicht 0,42 verwendet. Nach Versuchen an 100- und 1000 ccm-Öfen hatte sich dieser Kontakt als gleichwertig und der besten Charge von K 7360 (aktive Tonerde Oppau) erwiesen (vergl. Ber. Dr. Nonnenmacher v. 28.4.41). Der Raffinationsofen wurde zu 4/5 seines Volumen mit dem gleichen Kontakt gefüllt, zu 1/5 mit Terrana-Pillen.

Verarbeitung von rumänischem Schwerbenzin P 1472.

1) Qualität des Ausgangsmaterials.

Tabelle S. enthält die Eigenschaften des Ausgangsmaterials (rumänisches Benzin P 1472, KW-567 992) und zum Vergleich die Eigenschaften zweier ~~rumänischer~~ Proben der Qualität B und C (vergl. Ber. von Dr. Schiffmann v. 12.2.41). Es handelt sich bei dem verwendeten Ausgangsmaterial um ein halbparaffinöses Benzin von einer Qualität, die nahe an C liegt. Für die Verarbeitung nach dem DHD-Verfahren besitzt es zu viel Anteile - 90°C, was zur Folge hat, daß neben dem DHD-Hochleistungskraftstoff mit 50 Vol.% Aromaten noch eine große Menge Leichtbenzin - 90° anfällt. Der Endpunkt des Ausgangsmaterials ist um etwa 8°C zu niedrig.

2) Vordestillation.

Ca. 10 Tonnen des rumänischen Benzins P 1472 wurden durch Destillation in Leichtbenzin bis ca. 90°C und Schwerbenzin >90°C zerlegt. Die Tabelle Seite 6 enthält die Bilanzen der einzelnen Destillationen und die Untersuchungen der Leicht- und Schwerbenzinfraktionen.

Tabelle

Produkt	Amur nischeg Benzin P 1472	Rumänisches Benzin Typ B	Rumänische Benzin Typ C
Spez. Gewicht/20°	0,735	0,756	0,761
Anilinprunkt I	48,4	46,5	49,8
" II	56,7	53,4	60,1
Zusammensetzung:			
% Paraffine	53	53,8	57
% Naphthene	32	29,0	28
% Aromaten	13	15,2	13
% ungesättigte	2	2	2
Siedebeginn °C	54	58	52
% - 100°	2,5	1,6	2,5
% - 100°	34,5	20,0	21,0
% - 120°	67,5	42,5	42,5
% - 160°	96,0	86,8	86,5
% - 180°	-	98,2	97,0
Endpunkt	162 / 97	180 / 98,2	-
bezogen auf Benzin - 160° mit 34,5 % - 100°			
Oktanzahl Motormeth.	59	63	58,5

Tabelle

Partie P 1472	1		2		3	
Destillationsdatum	24.4.41		14.5.41		28.5.41	
vom gesamten P 1472						
Gew.% Leichtbenzin	17,3		16,3		18,2	
" " Schwerbenzin	82,7		83,7		81,8	
Eigenschaften des	Leichtbenzin	Schwerbenzin	Leichtbenzin	Schwerbenzin	Leichtbenzin	Schwerbenzin
Spez. Gewicht	0,675	0,752	0,670	0,751	0,684 1)	0,751
Anilinpunkt I/II	50/--	46,5/60	54/--	44,5/58,5	55/60	47/59
Siedebeginn	35	103	35	92	45	99
% - 70°	63,5	--	ca.73,5	--	73,5	--
% - 80°	94,5	--	88	--	93,5	--
% - 90°	--	--	--	--	--	--
% - 100°	--	--	--	2	--	25
% - 120°	--	49,8	--	54,5	--	54
% - 150°	--	90,0	--	89,0	--	92,5
% - 160°	--	94,0	--	94,0	--	96,0
Endpunkt	ca.83/96	175/98	ca.85	172/98	98,5/98	170/98,5
Zusammensetzung						
% Paraffine	--	54,5	--	50,5	60,5	53
% Naphthene	--	27,5	--	31,0	30,5	30,5
% Aromaten	--	16	--	16,5	7,5	14,5
% Ungesättigte	--	2,0	--	2,0	1,5	2,0
Jodzahl	--	--	--	--		
Oktanzahlen						
Res.-Methode	76,5 2)	57,5 2)	--	--	71,6 2)	62,9 2)
Mot.- "	73,5	56,5	--	--	69,7	58,5
Mot.- " + 0,12 Pb	94	77	--	--	92,7	79,0
Schwerbenzin im Ofen 601 gefahren vom bis	10.5.41 - 18.5.41		24.5.41-30.5.41		31.5.41-9.6.41	

1) Leichte Anteile verloren gegangen.

2) Die Unterschiede der Oktanzahlen der gleichen Fraktionen finde in den Eigenschaften der Produkte keine Erklärung.

Die Schwerbenzinfraktion wurde im 40 Ltr.-Ofen dehydriert und das Anfallprodukt daraus mit Anteilen - 90°C auf 50 Vol.% Aromaten gestellt, stabilisiert und redestilliert.

3. Dehydrierung bei homogener Temperatur.

Nach einigen Vorversuchen wurden bei homogener oder nahezu homogener [1] Temperatur zwei Betriebsperioden bei 50 atm, eine bei 40 atm und eine bei 15 atm durchgeführt. Bei der zweiten 50 atm-Periode wurde der Druck zum Schluß etwa 10 Stunden lang auf 30 atm gesenkt. Die Ergebnisse sind in den Anlagen 1 und 1a enthalten. Auf dem Kurvenblatt 1 sind die Ausbeuten an C_4-freiem Anfall in Abhängigkeit vom Aromatengehalt aufgetragen [2]. In der folgenden Tabelle sind für ein Anfallprodukt mit 65 % Aromaten mit Hilfe der Kurven von Kurvenblatt 1 ausgeglichene Werte für 50, 40 und 15 atm Gesamtdruck aufgeführt.

Tabelle.

Druck atm	50	40	15
H_2-Druck	2	20	9
Temp. d. Raff.-Ofens	270	270	264
Durchsatz kg/Ltr.a Std.	0,5	0,5	0,5
cbm Gas/kg E.P.	0,98	0,95	0,90
Zyklusdauer Std.	30 [3]	32	32
Ausbeute Gew. %			
Prod. C_4-frei	78,2	78,2	80,2
H_2	0,3	0,45	0,95
$C_1 - C_4$	21,4	21,3	18,6
Koks	< 0,1 [4]	0,09	0,2
Produkt: Spez. Gewicht	0,781	0,778	0,778
Anilinp. I/II	-1,5 ber./64,5	-1,5 ber./64,5	-3 ber./63
Siedebereich	39 - 176	35 - 192	42 - 204
% - 100	35 (?)	39	35
% Aromaten	65	65	65
Jodzahl (aus Bromz.	2,6	1,5	8,2

1) maximaler Temperaturabfall in den Dehydrieröfen 15-20°C
2) die unsicheren Werte der ersten Betriebsperiode sind weggelassen.
3) Bilanzierung der 9.ten bis 18 ten Betriebsstunde.
4) nicht genau bestimmt.

1001

Demnach ist bei gleichem Aromatengehalt die Ausbeute an flüssigem Produkt bei 40 bis 50 atm etwa 2 % schlechter als bei 15 atm. Dagegen ist die Koksbildung bei dem höheren Druck nur etwa halb so groß wie bei dem niedrigeren.

Bemerkenswert ist, daß die gebildete Koksmenge erheblich niedriger ist, als sie unter ähnlichen Bedingungen mit K 7360 erhalten wurde. Zieht man zum Vergleich Versuche heran, die im 1000 Ltr.-Ofen über K 7360 mit einem russischen Erdölschwerbenzin durchgeführt wurden (vgl. Zusammenstellung 18 995 i v. 11.7.41 Dr. Löcker), so ergibt sich folgendes Bild:

Tabelle.

Ofenvolumen	40 Ltr.		1000 Ltr.	
Kontakt	K 7935		K 7360	
Ausgangsmaterial	Rumän. Schwerbenzin		Russ. Schwerbenzin	
Spez. Gewicht/20°	0,735		0,755	
Anilinpunkt	46,5		53,3	
% — 150°	90		95,1	
% Aromaten	16		4	
Fahrweise	homogene Temperatur		abfallende Temperatur	
Gesamtdruck atm	40,1	16	38	23
H_2-Druck "	21	10	16,2	11
Durchsatz kg/Ltr.xStd.	0,5	0,5	0,35	0,35
cbm Gas/kg Öl	0,95	0,90	1,6	1,63
Zyklusdauer	32	32	21	14
% Koks	0,09	0,2	0,26	0,31
Anfall: Spez. Gew.	0,781	0,782	0,798	0,783
% - 100	38	35	33	32
% Aromaten	66,7	62,7	67	60,5
Datum	15/16.5.41	17/18.5.41	Ber.11.7.41	

Trotz größerem Ofen [1] und größerer Kreislaufgasmenge ist demnach bei gleichem H_2-Partialdruck die Koksbildung beim K 7360 größer als beim K 7360 L (= 7935).

1) Nach den bisherigen Erfahrungen nimmt bei gleichem Ausgangsmaterial die Koksmenge beim Übergang zu einem größeren Ofen ab.

Aus Kurvenblatt 1 geht jedoch hervor, daß trotz der mengenmäßig geringen Koksbildung die Selektivität des K 7935 während einer Periode von 32 Stunden abnimmt. Wenn auch die Bilanzierung der Teilperioden nicht so genau ist [1], wie die der Gesamtperiode, so läßt sich doch sagen, daß zumindest bei dem niedrigen Druck von 15 atm die Vergasung in den zweiten 16 Stunden um mindestens 0,5 bis 1 % höher ist als in den ersten 16 Stunden. Weitere Versuche sind hier zur weiteren Klärung erforderlich.

In Anlage 1a sind neben den Untersuchungen der Anfallprodukte die Untersuchungen von Proben enthalten, die während der Versuche hinter den Öfen 1, 2 und 3 zusammen mit etwa 300 Ltr. Gas/Std. kontinuierlich herausgezogen wurden. Bei der im Vergleich zum Anfallprodukt geringen Menge der herausgezogenen Proben ließ es sich nicht vermeiden, daß nur ein Teil der leichtflüchtigen Anteil mitkondensiert wurde, die herausgezogenen Proben mithin weniger leichte Anteile enthalten als es den wirklichen Verhältnissen entspricht. Da der Aromatengehalt der Proben infolgedessen zu hoch ist, sind in der Anlage die Aromatengehalte > 100° angegeben. Die folgende Tabelle gibt für ein Anfallprodukt mit 63 % Aromaten und einen Arbeitsdruck von 40 und 15 atm an Hand des Aromatengehaltes > 100° und der Jodzahl > 70° eine Übersicht über den Verlauf der Reaktion bei homogener Temperatur.

Tabelle.

Gesamtdruck atm	41				16			
H_2-Druck	21				10			
Temp. des Raffinationsofens	270°C				260°C			
Anfall nach Ofen	1	2	3	4	1	2	3	4
Eigenschaften des Anfalls								
% - 100°	--	--	--	42	--	--	--	35
% Aromaten > 100	45	65,5	81	79,5	39,5	54,5	76,5	76,5
Neubildung an Aromaten	29	49,5	65	63,5	22,5	38,5	60,5	60,5
= % der gesamten Neubildung	45,7	78	102,4	100	37,2	63,6	100	100
Jodzahl 70° (aus Bromzahl berechn.	11,8	8,2	6,3	1,8	16,6	15,6	12,8	8,3

1) Vgl. hierzu die Rohbilanzen in Anlage 1.

Demnach findet bei homogener Temperatur sowohl bei 40 wie auch bei 15 atm Gesamtdruck etwa 40 % der Aromatenneubildung im Ofen 1 statt. Im Raffinationsofen werden bei 260°-270° praktisch keine Aromaten aufhydriert. Die Aufhydrierung der Ungesättigten durch den Raffinationsofen ist bei 40 atm stärker als bei 15 atm Gesamtdruck. Möglicherweise ist jedoch auch bei dem niedrigen Druck bei der gewählten Reaktionstemperatur nach Redestillation des Abstreifers und Vermischung mit den leichten Anteilen die Raffinationswirkung noch ausreichend, um ein testgerechtes DHD-Benzin zu erhalten. (Vergl. Abschnitt 5).

Eine genauere Untersuchung des redestillierten Abstreifer enthalten die Anlagen 4a-c.

Danach ist der Bombentest + Blei bei keinem Produkt völlig ausreichend. Ein Druckeinfluß ist hierbei nicht festzustellen.

Die Qualität der Restbenzine der bei verschiedenen Drucken erzeugten Benzine ist nur wenig voneinander unterschieden. Die Oktanzahl nach Motormethode schwankt, je nach den % - 100°, zwischen 62 und 66,4. Der Naphthengehalt nimmt mit steigendem Arbeitsdruck etwas ab.

Je Tonne Einspritzprodukt fallen bezogen auf ein Anfallprodukt mit 65 % Aromaten im Überschußgas bei 50 atm etwa 40 cbm H_2, bei 40 atm etwa 60 cbm H_2 und bei 15 atm 120 cbm H_2 an. Die anfallenden C_1-C_4 KW haben nach Stock- und Podbielniak-Analysen folgende Zusammensetzung: (vgl. Alage 7). Die Analysen stammen aus den Betriebsperioden 3 (Teilperiode 2) und 4 (Teilperiode 2). Die Vergasung enthält demnach mehr C_3 und C_4 und weniger C_1 und C_2 als bei den bisherigen Versuchen mit Hydrierbenzinen.

Gesamtdruck atm	40		15		Bisherige Mittelwerte 100 l-Ofen
% C als C_1	14,2	davon ungesättigt	13,3	davon ungesättigt	21
C_2	17,1	0,5 %	19,0	0,5 %	26
C_3	36,9	0,5 %	35,7	ca.1 %	27
C_4	31,8	1,2 %	32,0	" 3 %	26
Vom Gesamtbutan % Isobutan	ca. 30		34		33

Die folgende Tabelle gibt für die gleichen Betriebsperioden eine Übersicht über die Verteilung des C_5 auf Entspannungsgas, Produktgas und Produkt. Da Stock- und Podbielniakanalysen etwas voneinander abweichen, sind beide in der Tabelle aufgeführt.

Gesamtdruck	40		15	
Druck	Stock	Podbi	Stock	Podbi
Vol.% C_5 im Entspannungsgas	0,20	—	0,46	—
Vol.% C_5 im Produktgas	10,1	—	8,25	—
kg C_5 [1] im Entspannungsgas/to EP	0,6	0,4	2,5	1,2
kg C_5 im Produktgas/to EP	33,7	41	13,1	20,0
kg C_5 im Abstreifer/to EP	—	—	—	—

4. Dehydrierung bei abfallender Temperatur (adiabatischer Fahrweise)

Es wurden vier Betriebsperioden bei 40 atm und zwei bei 15 atm Arbeitsdruck durchgeführt. Außer dem Druck wurden noch folgende Größen variiert:

1) die Eingangstemperatur der einzelnen Öfen,
2) die Kreislaufgasmenge,
3) der Durchsatz.

Die Versuchsergebnisse sind in den Anlagen 2 und 2a enthalten. Auf Kurvenblatt 2 sind die Ausbeuten an C_4-freiem Anfall in Abhängigkeit vom Aromatengehalt aufgetragen.

1) mit Molgew. 72 gerechnet.

a) Ergebnisse bei 40 atm Arbeitsdruck.

Bis zu einem Aromatengehalt von 40 % ließ sich das Ausgangsmaterial ohne größeren Ausbeuteverlust dehydrieren (5 % Gas). Erst eine darüber hinausgehende schärfere Dehydrierung hatte eine stärkere Vergasung zur Folge.

In der folgenden Tabelle sind für ein Anfallprodukt mit 65 % Aromaten die wichtigsten Ergebnisse der 40 atm - Versuche einander gegenübergestellt, und zum Vergleich die entsprechenden Werte der homogenen Fahrweise mitaufgeführt:

Tabelle.

					Zum Vergleich homogene Temp.
Durchsatz kg/ xStd.	0,5	0,5	0,5	0,25	0,5
cbm Gas/kg E.P.	0,8	1,0	1,7	1,6	1,0
Zyklusdauer Std	42	39	36	36	32
Temperaturen Eingang Ausgang					
Ofen 1	526 → 491	505 → 468	510 → 482	488 → 448	511
" 2	515 → 490	518 → 487	517 → 496	478 → 486	511
" 3	517 → 520	518 → 525	524 → 529	495 → 502	513
Temp. des Raffinationsofens	276	261	261	267	271
% Ausbeute an C_4-freiem Produkt	74	79,5	79,7	80,5	78,2
% Koks	0,15	0,1	0,05	0,05	0,09
Anfallprodukt					
% - 100°	32	ca. 5	ca. 32	ca. 32	39
% Aromaten	65	65	65	65	65
Jodzahl (aus Bromz.)	2	3	1,5	ca. 5 ?	1,5
% Aromaten - 100°					
n. Ofen 1	42	33,5	ca. 36	39	46,5
n. Ofen 2	61	55,5	ca. 68	58	67,5
n. Ofen 3	82	81	ca. 80	ca. 80	82
n. Ofen 4	--	81	ca. 80	ca. 80	83,5
Jodzahl n. Ofen 1	11,5	6	7	5	10,5
n. Ofen 2	8	5,5	6	2-3	8
n. Ofen 3	8	7,5	6,5	3	6
n. Ofen 4	2	3	1,5	5 ?	1,5

Demnach ergeben sich folgende Gesetzmäßigkeiten:

1) Die Ausbeute ist unter sonst gleichen Bedingungen in starkem Maße von den Eintrittstemperaturen der Dehydrieröfen abhängig: Wird die Eintrittstemperatur von Ofen 1 so hoch gewählt, daß etwa 40 % der Aromatenneubildung >100° im Ofen 1 stattfindet (1. Spalte der Tabelle), so beträgt (bezogen auf ein Anfallprodukt mit 65 % Aromaten) die Ausbeute nur 74 %; bei einer Fahrweise dagegen, bei der die Eintrittstemperatur von Ofen 1 so niedrig ist, daß nur etwa 27 % der Aromaten >100° im Ofen 1 gebildet werden (2. Spalte der Tabelle), erhöht sich die Ausbeute auf 79,5 %. Sie ist damit noch besser als bei der homogenen Fahrweise [1].

2) Eine Erhöhung der Kreislaufgasmenge von 1,0 auf 1,5 cbm/kg x Std. bewirkt bei gleichbleibender Vergasung eine Erniedrigung der Koksbildung. Bei der geringen Anzahl der durchgeführten Versuche läßt sich die genaue Größe der Erniedrigung nicht angeben.

3) Eine Verringerung des Durchsatzes von 0,5 auf 0,25 kg/Ltm x Std. hat eine geringe Verbesserung der Ausbeute zur Folge. Möglicherweise kann die bei dem geringen Durchsatz erzielte Ausbeute von 80,5 % (bei 65 % Aromaten im Anfall) noch weiter durch Erniedrigung der Eintrittstemperatur von Ofen 1 verbessert werden.

4) Die Jodzahlen und der Bombentest + Blei der Anfallprodukte sind praktisch unabhängig von den speziellen Versuchbedingungen Bei einer Raffinationstemperatur von 260 - 280°C sind die Jodzahlen durchweg kleiner als 3; die Bombenteste + Blei dagegen entsprechen nicht den gestellten Anforderungen [2]. Merkwürdigerweise sind sie hinter dem Raffinationsofen schlechter als vor demselben, wie folgende Tabelle zeigt:

---

1) Offenbar ist bei gleicher Temperatur in allen 3 Öfen Ofen 1 zu stark belastet (Aromatenneubildung >100° im Ofen 1 46%). Am günstigsten ist wahrscheinlich eine Fahrweise, bei der die Temperaturen in jedem Ofen annähernd homogen sind, von Ofen zu Ofen aber in der Weise ansteigen, daß die Aromatenneubildung in jedem Ofen etwa gleich ist.

2) Durch Zumischung der leichten Anteile werden die Bombenteste + Blei jedoch merklich verbessert. Vgl. hierzu Abschn. 5.

Anfallprodukt vom 24.5. b c + 25.5. a b % - 100 : 32 % Aromaten : 65 Jodzahl (aus Brom) : ca. 2			
Anfall nach Ofen	2	3	4
Bombentest + 0,12 Blei			
Druckabfall atm	1/2	< 1/4	1/2
Glasschale vorher mg	2,0	2,4	0,7
" nachher mg	36,1/25	19/11	40,4 /35,1
Cu-Schale + 0,12 Blei mg	3,3	1,4	0,0

Wahrscheinlich werden durch den Raffinationsofen Stoffe aufhydriert die beim Bombentest + 0,12 Blei als Inhibitoren wirken.

Eine genauere Untersuchung der redestillierten Abstreifer enthalten die Anlagen 5 a - o. Es fällt auf, daß die Restbenzinoktanzahl (nach Motormethode) eines Anfallproduktes mit 64 % Aromaten aus der Betriebsperiode vom 7/8.6.41 (Durchsatz 0,25 kg/Ltr. x Std. nur 59 ist, mithin 3-7 Punkte schlechter ist, als die Restbenzinoktanzahlen von Anfallprodukten der homogenen Fahrweise. Dieser große Unterschied findet nur zu einem Teil seine Erklärung in dem Unterschied der Siedekurven und der Zusammensetzung des Restbenzins

b) Ergebnisse bei 15 atm Gesamtdruck.

In der folgenden Tabelle sind für ein Anfallprodukt mit 60 % Aromaten die Ergebnisse der 15 atm - Versuche mit den Ergebnissen bei gleichem Druck aber homogener Temperatur verglichen. Außerdem sind die bei 40 atm unter sonst ähnlichen Versuchsbedingungen erhaltenen Werte mitaufgeführt.

Tabelle.

		Zum Vergleich homogene Temp.	Zum Vergl. 40 atm
Druck atm	16	16	41
Durchsatz kg/Ltr. x Std.	0,5	0,5	0,5
cbm Gas/kg E.P.	0,9	0,9	1,0
Zyklusdauer	39	32	39
Temperatur Eingg. → Ausgg.			
Ofen 1	530→493	ca. 510	497 → 470
" 2	528→500	510	505 → 485
" 3	521→522	510	511 → 516
Temp. des Raffinationsofens	300	264	262
% Ausbeute an C_4-freiem Produkt	84,6	(ca. 83,3)	ca. 82,6
% Koks	0,15	0,15 - 0,2	0,09
Anfallprodukt			
% - 100°	32	32	32
% Aromaten	60	60	60
Jodzahl aus Bromzahl	9	8	ca. 1,3
Jodzahl - 165°C	ca. 4	—	—
% Aromaten >100° n. Ofen 1	38,5	36,5	33
n. Ofen 2	57	52,5	54
n. Ofen 3	74	73	72
n. Ofen 4	73,5	73	72
Jodzahl n. Ofen 1	18	18	7
n. Ofen 2	16	16,5	6
n. Ofen 3	17	12	6,4
n. Ofen 4	9	8	1,3

Demnach ist die Gas- + Koksbildung bei der adiabatischen Fahrweise zummindesten nicht schlechter als bei völlig homogener Ofentemperatur. Allerdings ist zu beachten, daß die in der Tabelle für homogene Temperaturen angegebenen Werte ziemlichunsicher sind, da nur eine Betriebsperiode bei 15 atm und homogener Temperatur gefahre wurde und die Ergebnisse dieser Betriebsperiode außerdem auf einen kleineren Aromatengehalt im Anfallprodukt extrapoliert werden mußten.

Gegenüber dem Arbeitsdruck von 40 atm bietet der Druck von 15 atm den Vorteil der um etwa 2 % besseren Ausbeute. Dem stehen an Nachteilen vor allem die höhere Koksbildung, die größere Menge an Anteilen über 165° (vgl. Tabelle 1b, 2b, 3b), die schlechtere Raffination des Anfallproduktes und die bezogen auf gleichen Aromatengehalt des Anfalls erheblich höheren Ofeneintrittstemperaturen gegenüber. Die höhere Koksbildung hat zur Folge, daß im Laufe einer Betriebsperiode von 32 Stunden die Gasbildung schon merklich zunimmt, wie aus Kurvenblatt 2 ersichtlich ist. Die Jodzahlen der 15 atm-Produkte dürften nach Redestillation der Anfallprodukte wahrscheinlich eben noch den an Hochleistungsbenzine gestellten Forderungen genügen. Bei den erforderlichen hohen Eintrittstemperaturen besteht beim Fahren auf hohen Aromatengehalt keine Möglichkeit mehr, sie von Ofen 1 nach 3 ansteigend zu staffeln, was sich, wie bei den 40 atm-Versuchen festgestellt wurde, günstig auf die Vergasung auswirken würde.

5.) Zumischung von leichten Anteilen zum Anfallprodukt; Redestillation der Mischung.

Die Anfallprodukte zweier Betriebsperioden, die bei homogener Temperatur und 40 bzw. 15 atm Arbeitsdruck durchgeführt wurden (vgl. Nr. 3 und 4 Tabelle 1), wurden im Verhältnis 83 : 17 mit leichten Anteilen - 90° gemischt stabilisiert und redestilliert. Der Redestillationsrückstand betrug weniger als 2%.

Eine genaue Untersuchung der Benzine enthalten die Anlagen 6a und b. Die wichtigsten Analysendaten sind in der folgenden Tabelle wiederholt.

Tabelle.

DHD-Benzin aus	rumänischem Benzin (40 atm Arbeitsdruck)	rumänischem Benzin (15 atm Arbeitsdruck)
Spez. Gewicht/15°	0,774	0,767
Anilinpunkt	3,8	9,8
Siedebeginn	42	39
% - 100°	46,8	50
% - 150°	95,5	94,8
Endpunkt	158 / 98	160 / 97,5
Gew.% Aromaten	57	51,5
O.Z. Motor-Methode	79,5	79,6
" " " + 0,12 Pb	94	94,4
Jodzahl (aus Bromzahl ber.)	1	ca. 4
O_2-Bombentest + 0,12 Pb	schwacher Druck-abfall	schwacher Druckab-fall
Glasschale vor/nach mg	5,1/16,5, 1,6	0,5 / 21,6, 13,7
Kupferschale + 0,12 Pb mg	8,4	4,9
Restbenzin		
% - 100°	82,5	80
Anilinpunkt	62,7	61,3
O.Z. Mot.-Meth.	64,2 1) ?	68
Überladung	im Mimim. 1,5 atm besser als CV_2b techn. Prüfstand Oppau	im Minim. 2 atm besser als CV_2b techn. Prüfstand Oppau

Das 40 atm-Benzin ist im Überlademotor erheblich besser als CV_2b, auch das 15 atm-Benzin liegt trotz des knappen Aromatengehaltes noch etwas über dem Vergleichskraftstoff. Der Unterschied der Restbenzinoktanzahlen der beiden Benzine ist unerklärlich. Wahrscheinlich liegt eine Fehlbestimmung bei dem 40 atm-Benzin vor

Gemeinsam mit:
Dr. Donath
" Reitz
" Hirschberger, Lajus
" Fürst.

gez. Nonnenmacher

1) Nach dem Überladungsverhalten des Benzins zu schließen, müßte die Restbenzinoktanzahl um 3 bis 4 Punkte höher sein.

Anlage 1a.

Versuch Nr.	1a	1b	2a	2b	3a	3b	4a	4b
Datum der gesamten Betriebsperiode	11.5. 1h	12.5. 5h	13.5 15h	14.5. 21h	15.5. be	+ 16.5. ab	17.5. be	+ 18.5. ab
Betriebsstunden	28		30		32		32	
Datum der bilanzierten Teilperioden	10 o_2 + 11a	11.5. be	13.2 14.9h	-1 .5 b	15.5. be	16.5. ab	17.5. be	18.5. ab
Betriebsstunden	12	16	9	8	16	16	16	16
Gesamt-Betr.Std.mit Benzin	41	57	87		119		151	
Zahl der Regenerationen	3		4		5		6	
Temperatur °C Ofen 1	504	517	516[1]	525[1]	510	515	514	528
Ofen 2	518	523	522	528	510	512	512	530
Ofen 3	516	517	520	528	513	512	513	527
Ofen 4	315	310	270	294	272	270	260	268
Gesamtdruck atm	50	50	50	32	41	41	16	16
H_2-Druck atm	27	22	27	16,5	20	21,5	10	9,5
Durchsatz kg/LxStd.	0,54	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
cbm Gas/kg Einspritzg.	0,98	0,98	0,98	0,98	0,90	1,00	0,90	0,90
Zyklusdauer	28		30		32		32	
Ausbeute (nach Ofen 4) in Gew.% für Verlust = 0								
Produkt C_4-frei	(82,1)	(75,8)	78,0	74,7	75,9	78,2	82,8	80,1
H_2	(0,4)	(0,4)	0,3	0,7	0,5	0,4	1,0	0,9
C_1 - C_4	(17,4)	(23,7)	21,6	24,6	23,5	21,3	16,0	18,8
Koks (90% C)	(< 0,1)	(<0,1)	(<0,1)	(≤0,1)	< 0,1	0,09	0,2	0,2
Rohbilanz %	104,8	111	104	101,1	99,7	102,2	101,0	103,4
cbm Überschußgas/t Einspritzung	92,5	94,5	88	153	135,5	104	187	181
Darin % H_2	54	43,2	40,2	52	49,2	52,6	63,4	58,4
cbm Produktgas/t Einspritzung	90,5	31	123	111	108,5	112	39,0	53,4
kg gelöstes Gas/t Einspritzung	25,5	30,5	29,5	28,0	30,0	29,5	33,10	31,3
Einspritzprodukt:	Rumänisches Schwerbenzin (P 1472 90°) Partie I							

1) Schwacher Temperaturabfall in Ofen 1 und 2 (max. 1 MV)

2) bezogen auf die Dehydrieröfen 1-3.

Anlage 1b.

Versuchs-Nr.	1a	1b	2a	2b	3a	3b	4a	4b
Datum	10 c$_2$ + 11a	11.5. bc	13 24^h -14 9^h	14 b	15.5. bc	16 ab	17 bc	18 a
Gesamtdruck	50	50	50	32	41	41	16	16
Produkteigenschaften								
Spez. Gewicht	0,783	0,785	0,782	--	0,786	0,774	0,784	0,778
Anilinpunkt I	1,5 ber.	-3,0 ber.	-3,0 ber.	(-10 ber.)	-9 ber.	-5	-5,5	-5,5
" II	65,5	65,5	63,5	--	65	64	63	61,2
Anilinpunkt -100°	--	--	--	--	25	28	27	28
" >100°	--	--	--	--	-36 (ber.)	-22 (ber.)	-18,5 (ber.)	-11,5 (ber.
Siedebeginn °C	41	40	39	--	39	35	42	42
% - 70°	5,8	7,5	8,0	--	10,5	10	7	6
% - 100°	27,8	28,0	35,0	--	36	42	35	35
% - 120°	58,8	58,5	63,0	--	62	67	63	62
% - 150°	91,0	90	91,5	--	90	89,5	87	87,5
% - 160°	93,0	92,0	94,0	--	94	95	91	91
Endpunkt	185/97	185/ 96,5	178/ 96	--	203/ 97,5	185/ 91	208/ 95,5	200/ 97
% Aromaten	63,0	66,5	65,5	--	70,5	63	63	62,5
% Aromaten >100°	--	--	--	--	68,0	79,5	76,5	70,5
Jodzahl (aus Bromzahl Ber.)	1,4	1,2	2,6	--	1,45	1,65	7,7	8,7
Anfall nach Ofen 1								
Spez. Gew./20°	--	0,769	0,770	0,770	0,770	0,768	0,766	0,763
Anilinpunkt - 100°	--	19,6	20,5	19	35	33	36	35,2
" >100°	--				12,7	19,7	22,5	23,2
% Aromaten >100°	--	--	--	--	49,5	45	39,5	38
Siedebeginn °C	--	60	73	76	65	75	76	67
% - 100°	--	16	17	20,3	27	23	24,5	28
Jodzahl aus Bromzahl ber.	--	10,5	8,3	15,8	9,05	11,8	16,6	20
Anfall n. Ofen 2								
Spez. Gew./20°	--	0,786	0,782	0,791	0,792	0,779	0,790	0,78(
Anilinpunkt -100°		-5,5	5,5	1,8 ber.	23,6	28,5	26,2	27
" >100°	--				-10,5 (ber.)	-3 (ber.)	-6,0	2,7
% Aromaten >100°	--	--	--	--	72	65,5	54,5	55
Siedebeginn °C	--	48	73	72	66	57	78	71
% - 100°	--	22,8	19	23	27	34	22,5	25
Jodzahl aus Bromzahl ber.	--	3,4	7,9	10,3	8,35	8,1	15,6	17,6
Anfall n.Of.3 Spez.Gew.	--	0,795	0,793	0,812	0,8128	0,800	0,795	0,80(
Anilinpunkt - 100°	--				11,2	17,5	24,5	16
" >100		-7,5 ber.	-2,5 ber.	-1,5 ber.	-29,5 (ber.)	-24,1 (ber.)	-16 (ber.)	-13,5 (ber.
% Aromaten 100	--	--	--	--	85	81	76,5	72,5
Siedebeginn °C	--	45,7	60	55	55	50	52	72
% - 100°		28,7	28	29	19	36	31	26
Jodzahl aus Bromz. ber.	--	3,2	5,9	8,1	5,7	6,23	12,3	11,9

Anlage 2a.

Versuchs-Nr.	5a	5b	6a	6b	7a	7b	8a	8b	8c	8d	9a	9b
Datum der gesamten Betriebsperiode	24.5. 3h	25.5. 21h	28.5. 24h	30.5. 15h	31.5. 13h	2.6. 1h	3.6. 5h	-	5.6. 19h		7.6. 21h	- 9.6. 9h
Betriebsstunden	42		39		36			52			36	
Datum der bilanzierten Teilperiode	24.5. bc	25.5. ab	29.5. a_2bc_1	29 c_2 30 b_1	31.5. b_2c 1. a_1	1 - a_2bc_1	3. a	3. bc	4. a_2b	4 c_2 5. b_2	7. c_2 8. ab_1	8. b_2c 9. a_1
Betriebsstunden	16	16	16	16	16	16	8	16	12	16	16	16
Gesamtbetriebsstunden mit Benzin	177	193	255	271	292	308	316	332	348	370	406	422
Zahl der Regenerationen	7		9		10	11		12			14	
Temperatur Ofen 1												
Eingang	524	528	500	500	500	505	444	449	451	486	486	485
Ausgang	476	507	457	469	468	481	423	430	443	468	439	451
Mittel	495	517	483	490	486	496	434	442	449	478	461	471
Ofen 2												
Eingang	507	523	510	515	507	511	444	458	476	498	476	473
Ausgang	486	495	483	480	488	488	410	437	440	460	490	476
Mittel	500	510	498	496	495	500	432	449	460	483	486	483
Ofen 3												
Eingang	513	521	513	513	515	517	449	473	478	510	490	493
Ausgang	517	523	519	520	522	520	454	476	474	501	500	498
Mittel	513	520	513	515	517	517	447	470	473	501	493	496
Ofen 4	270	282	261	261	267	256	227	270	254	267	266	268
Gesamtdruck	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40
H_2-Druck	22	19,5	23,5	23	21	22	--	33,5	34,5	27,5	22,5	22,5
Durchsatz kg/Ltr. x Std.	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,25	0,25
cbm Gas/kg Einspritzung	0,82	0,84	1,09	0,96	1,64	1,74	0,93	0,89	0,89	0,85	1,73	1,47
Zyklusdauer / Std.	16	16	16	16	16	16	8	12	16	16	16	16
Ausbeute in Gew.% für Verlust = 0 Produkt C_4-frei	74,8	73,2	81,3	80,2	81,9	82,2	96,2	95,0	95,2	84,2	81,4	81,7
H_2	0,7	0,5	0,7	0,6	0,5	0,5	0,4	0,8	0,8	0,8	0,6	0,4
C_1 - C_4	24,4	26,2	17,9	19,1	17,6	17,3	3,4	4,2	4,0	15,0	18,0	17,9
Koks (90 % C)	0,1-0,2	0,1-0,2	0,09	0,09	0,04	0,04	0,04	0,04	0,04	0,04	0,05	0,05
Rohbilanz %	96,7	98,9	97,6	97,9	94,6	97,7	99,3	99,3	99,3	99,3	100	98,4
cbm Überschußgas/t Einspritzg.	154,5	124,5	143	127	116,5	116	64,5	120	115	135	131	91,5
Darin % H_2	54,4	49	59,2	57,4	52,6	54,8	--	84	86,2	69	56,2	56,2
cbm Produktgas/t Einspritzg.	115	132,5	78,5	88	83	89,5	12,5	17	13,3	70,0	[illegible]	81,3
kg gelöstes Gas/t Einspritzg.	28	27,5	27,5	25,5	22	14,5	12,5	12,5	12,1	25,2	23	21
Einspritzprodukt	Rumänisches Schwerbenzin P 1472 ≥ 90° Partie 2					Rumänisches Schwerbenzin P 1472 ≥ 90° Partie 3						

Anlage 2 b.

Versuchs-Nr.	5a	5b	6a	6b	7a	7b	8a	8b	8c	8d	9a	9b
Datum	24.5. bc	25. ab	29.5.	29/30.5.	31./1.6.	1.6.	3.6. a	3. bc	4. abc	4/5.6.	7/8.6.	8/9.6.
Gesamtdruck	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40	40
Produkteigenschaften												
Spez. Gewicht	0,782	0,785	0,776	0,776	0,776	0,777	0,755	0,758	0,764	0,764	0,780	0,784
Anilinpunkt I	- 0,5Mi	-2,5 Mi	-3	- 2	- 2	- 0,5	31	26	25	13,2	- 4,0	1,0 Mi
" II	65	64,5	66	67	66	65,3	63,2	64	63,5	65	66	66
- 100°	--	--	33	33,5	33	-34	--	--	40	--	32,5	33
>100°	--	--	-18,5Mi	-18,5 Mi	-14,5 Mi	-11,5 Mi	--	--	22	--	-15Mi	- 17 Mi
Siedebeginn °C	42	43	35	40	47	44	60	56	63	50	41	39
% - 70°	6,8	7,2	7	8,5	4,8	4	0,5	1,5	--	4	7,5	6,0
% - 100°	32	31	35	35,6	33	31,0	10	14	20	26,5	33	32
% - 120°	60,5	60	63,5	63,6	61	60,0	58	59	61	63,0	64	63,5
% - 150°	89	90	91,5	89	89	90,5	91,5	92	92	92,5	90	91
% - 160°	92	92	94,0	94	92,8	94,0	94	94	96	95,0	9[illegible],5	94
Endpunkt	195/96,5	195/97	186/98	180/97,5	185/97	185/98	174/99	174/98	174/98	175/98,5	178/97,5	179/97
% Aromaten	64	66	63	63	62	61	35	40	40	51,6	63,5	64
% Aromaten >100°	--	--	78,5	78	75	73	--	--	43	--	76	77,5
Jodzahl aus Bromzahl	0,9	3,0	--	2,8	1,2	1,4	1,4	--	--	--	2,3	8,1
" nach Hanus 1910	--	--	2,2	--	6,5	--	5,4	5,4	--	6,9	7,5	7,1(1940)
- 165°C: O.Z. Motor	82,9	82,9	84,5	--	--	--	--	70,8 x)	--	78 x)	85x)	84 x)
" " + 0,12 Pb	95	--	92,8	--	--	--	--	89 x)	--	93,7x)	95x)	95,6x)
Anfall aus Ofen 1												
Spez. Gewicht/20°	0,775	0,771	0,760	0,759	0,764	0,762	--	0,752	0,754	0,746	0,768	0,773
Anilinpunkt - 100°	35,8	36,5	41	42	38	41	--	--	--	--	39,7	--
" >100	18	23,5	30	33,5	29,5	31	--	41,5	41	40,5	27,2	26
% Aromaten >100°	45	39	34,5	30	34,5	33,5	--	22	23	23	38	39
Siedebeginn °C	70	80	85	78	85	79	--	99	100	96	88	94
% - 100°	21	16	10	14,5	8,5	9,5	--	--	--	2	7	2
Jodzahl aus Bromzahl nach Hanus	8,2	14,5	4,7	6,05	5,2	9,2	--	--	--	6,7	7,6	2,8
Anfall nach Ofen 2												
Spez. Gewicht/20°	0,784	0,790	0,773	0,771	0,778	0,778	--	0,758	0,756	0,760	0,782	0,788
Anilinpunkt - 100°	32,5	30,8	36	37	32,2	35,5	--	--	--	39,5	32,5	28,5
" >100°	-1,5	-4,5	-5,5	10,8	8,5	7,5	--	35	36,5	+ 25	3,4	3,5
% Aromaten >100°	60	62	56,5	52	54,5	55,5	--	30	28	39,5	55	59
Siedebeginn °C	60	61	55	64	65	68	--	95	94	70	74	89
% - 100°	24	21	24	23	24	18	--	3	3,5	14	21	11,5
Jodzahl aus Bromzahl	7,4	8,5	4,7	5,4	4,8	6,9	--	--	--	4,9	2,7	2,6
Anfall nach Ofen 3: Spez. Gew.	0,791	0,814	0,786	0,782	0,786	0,803	--	0,764	0,762	0,775	0,798	0,793
Anilinpunkt - 100°	28	19	30,3	30,5	30,5	22,8	--	37,5	39	35	26,5	28,5
" >100°	-26,5Mi	-26,5Mi	-19,5Mi	-16,5 Mi	-12,5 Mi	- 10 Mi	--	22	24	-0,5	-16,5Mi	-18,5 Mi.
% Aromaten >100°	82,5	82	79	76	73	72	--	45	41	63	77	78
Siedebeginn °C	44	61	50	46	54	73	--	87	80	68	62	57
% - 100	34,5	20	31,5	35	30,5	13,5	--	10	9,5	21	23	29,5
Jodzahl aus Bromzahl	7,5	8,0	6,7	7,4	6,0	6,8	--	--	--	7,7	3,0	2,7

x) nach C.F.R.-Motor

Anlage 3 a.

Versuchs-Nr.	10 a	10 b	11
Datum der gesamten Betriebsperiode	26.5. 14h	28.5. 5 h	10.6. 0h - 21 h
Betriebsstunden	59		21
Datum der bilanzierten Teilperioden	26.5. o 27.5. a	27.5. bo	10.6. ab
Betriebsstunden	16	16	16
Gesamt-Betr.-Stunden mit Benzin	216	232	443
Zahl der Regenerationen	8		15
Temperatur Ofen 1			
Eingang	523	530	513
Ausgang	485	496	473
Mittel	507	513	496
Ofen 2			
Eingang	517	532	510
Ausgang	495	500	492
Mittel	506	519	500
Ofen 3			
Eingang	517	519	512
Ausgang	517	520	500
Mittel	513	520	507
Ofen 4	300	300	317
Gesamtdruck	17	16	18
H_2-Druck	11,5	10	12,5
Durchsatz kg/Ltr. x Std.	0,5	0,48	0,5
cbm Gas/kg Einspritzung	0,89	0,91	1,14
Zyklusdauer/Std.	16	16	16
Ausbeute in Gew.% für Verlust = 0			
Produkt C_4-frei	86,5	84,2	87,4
H_2	1,1	0,9	1,1
$C_1 - C_4$	12,3	14,8	12,4
Koks (90 % C)	0,15	0,15	0,10
Kohbilanz	98	97,1	95,6
cbm Überschußgas/t Einspritzung	187,5	180	181
Darin % H_2	67,8	53,2	70
cbm Produktgas/t Einspritzung	23,5	30	26
kg gelöstes Gas/t Einspritzung	29,5	33,4	27
Einspritzprodukt	Rumänisches Schwarzbenzin Partie 2		Partie 3

Anlage 3 b.

Versuchs-Nr.	10 a	10 b	11
Datum	26.5. e - 27.5. a	27.5. bc	10.6. ab
Gesamtdruck	17	16	18
Produkteigenschaften			
Spez. Gewicht	0,776	0,778	0,
Anilinpunkt I	0,2	- 1,0	- 0,5
" II	65,8	62,5	65
Anilinpunkt - 100°	35	32,5	34
" > 100°	- 12,5 ber.	-14,0 ber.	- 11,2 ber.
Siedebeginn °C	38	37	48
% - 70°	5,8	?	3,8
% - 100°	31,0	32	29,0
% - 120°	58,0	59,5	59,5
% - 150°	87,0	88,0	89
% - 160°	93,0	91,0	92
Endpunkt	195/9	197/97,5	195/98
% Aromaten	59,5	59	60,5
% Aromaten >100°	72,5	73,5	72
Jodzahl aus Bromzahl berechnet	,2	9,8	8,6
Anfall nach Ofen 1			
Spez. Gewicht/20°	0,770	0,767	0,752
Anilinpunkt - 100°	38,5	37,2	40
" > 100°	26,0	24,5	26,5
% Aromaten >100°	37,5	38	37,5
Siedebeginn °C	78	76	70
% - 100°	13	12	15
Jodzahl (aus Bromzahl berechnet)	16,2	19,8	8,6
Anfall nach Ofen 2			
Spez. Gewicht/20°	0,784	0,784	0,779
Anilinpunkt - 100°	32	29,5	34
" > 100°	4,5	2,5	3,5
% Aromaten >100°	56	56	57,5
Siedebeginn °C	70	72	68
% - 100°	22	17,5	18,5
Jodzahl (aus Bromzahl berechnet)	14,5	17,7	7,6
Anfall nach Ofen 3			
Spez. Gewicht/20°	0,798	0,790	0,787
Anilinpunkt - 100°	26	27,5	+ 30
" > 100°	-13,5 ber.	-8,5 ber.	- 10,5 ber.
% Aromaten >100°	73	69	72
Siedebeginn °C	56	58	59
% - 100°	22,5	23	24
Jodzahl aus Bromzahl ber.	16,2	17,6	7,2

Anlage 4a — Zu Anlage 1 (Vers.-Nr. 16) Untersuchung des red. Anfalls

Gesamtdruck: 50 atm
homogene Temperatur

Ofen 601 Tag 11.5.41 Produkt Anfall red. 165°

Schlich

Produkt	Gesamtprodukt	Raffinat (Restbenzin	Rückstand 165°	Extrakt
Gewicht %	red.165° 95,3%	31,0 %	3,4 %	69,0 %
Spez. Gewicht	0,792/15	0,680/15	0,925/15	0,871/15
Anilinp. I	- 5,6 x	+ 64,5	- 51,6 x	- 61,6 x
ASTM. Kurve	38°	32°	167°	Podbielniak-Dest.
- 40	—	1,0 %	—	
- 50	1,5 %	8,0 %	-170 3,0%	Vorlauf = - %
- 60	4,5 %	19,0 %	-180 31,0%	Benzol = 7,2 %
- 70	10,0 %	31,5 %	-190 58,0%	Zwfrakt. = 3,7 %
- 80	16,0 %	45,0 %	-200 70,5%	Toluol = 42,7 %
- 90	23,0 %	59,0 %	-225 82,0%	Zwfrakt. = 3,4 %
- 100	31,0 %	73,0 %	-250 90,0%	Xylol = 34,0 %
- 110	47,0 %	83,0 %	-275 93,0%	höh.Arom. = 8,6 %
- 120	65,0 %	88,0 %	-300 96,0%	Verlust = 0,4 %
- 130	82,0 %	92,0 %	Endp. % 321/98,0%	
- 140	92,0 %	—	Rü 1,5 %	
- 150	96,0 %	—	Verl. 0,5 %	
Endp. / %	159/98 %	139/96,0%		
Rückstand	1,0 %	1,5 %		
Verlust	1,0 %	2,5 %		
Paraffine	25,0	82,0		
Naphtene	5,0	16,0		
Aromaten	68,5	1,0		
Unges. KW	1,5	1,0		
Klopfwerte				
Res.	97,5			
+ Pb	—			
Mot.	86,2	62		
+ Pb 0,12	96,6	86,5		
O_2-Bombentest	Abfall 9,9-9,3			
Gumtest vor	2,0 mg			
" nach	35,7/35,1mg			
Cu-Schale	1,8 mg + P			

Anlage 4b: Zu Anlage 1 (Vers.-Nr. 3a) Untersuchung des red. Anfalls
Gesamtdruck 40 atm
homogene Temperatur

Ofen 601 Tag 15.5.41 Produkt Gesamtprodukt red. 165° = 97,8 %
b + c Schicht

3 x 100 % SO_2 1 x 00 % Propan Temp. - 78

Produkt	Gesamtprodukt	Raffinat (Restbenzin)	Extrakt
Gewicht %		29,0	71,0 %
Spez. Gewicht	0,795/15	0,678/15	0,872/15
Anilinp. I	- 7,8 x	64,2	
Anilinp. II	+64,4	+ 65,0	
ASTM. Kurve	37°	30°	Podbielniak-Dest.
- 40	-- %	3,5 %	
- 50	2,0 %	10,5 %	Vorlauf = -- %
- 60	4,5 %	25,0 %	Benzol = 12,6 %
- 70	10,0 %	43,0 %	Zwfrakt. = 2,8 %
- 80	16,8 %	58,0 %	Toluol = 38,4 %
- 90	27,0 %	74,0 %	Xylol = 30,0 %
- 100	39,5 %	85,0 %	höh. Arom. = 12,8 %
- 110	55,0 %	91,0 %	
- 120	70,0 %	93,5 %	Verlust = 0,6 %
- 130	82,8 %	-- %	
- 140	90,0 %	-- %	
- 150	94,0 %	-- %	
- 160	96,5 %	-- %	
Endp. / %	161 /97,0%	130/97,0 %	
Rückstand	1,0 %	1,4 %	
Verlust	2,0 %	1,6 %	
Paraffine	24,0 %	80,0 %	
Naphthene	5,0 %	18,0 %	
Aromaten	70,0 %	1,0 %	
Ung. kW	1,0 %	1,0 %	
Klopfwerte			
Res.	97		
Mot.	85,2	66,4	
+ Pb	98,3	89,5	
O_2-Bombentest	Abfall 10 - 9,7		
Guntest vor	1,4 mg		
" nach	31,5/24,7 mg		
Cu-Schale	0,2 + Pb		

Zu Anlage 4 b.

Ofen 601 Tag 15.5.41 bc

Spez. Gewicht 0,788

Anilinpunkt I - 9,0
" II 65,0
- 100 + 25,0
+ 100 - 36,0

Jodzahl (2042) 1,45

Siedekurve Beg. 39°-50° - 2,0 %
60 60° 5,5 %
70° 10,5 %
80° 17,0 %
90° 25,0 %
100° 35,0 %
110° 49,0 %
120° 62,0 %
130° 75,0 %
140° 85,0 %
150° 90,0 %
160° 94,0 %
170° 96,5 %
203° 97,5 %
R. 1,1 %
Verl. 1,5 %

In 5 gleiche Teile zerlegt.

	I - 78°	II 78°-99°	III. 99°-124°	IV. 124°-141°	V > 141
Spez. Gew.	0,670/10°	0,762	0,824	0,852	0,875
Anilinp. I	+ 42,0	+ 12,0	- 30,0 ber.	-52,0 ber.	- 57,0 ber.
" II	+ 58,5	+ 69,0	+ 66,5	--	--
Klopfwert Mot.Meth. + 0,12 Pb	81,8/107	77,0/93	90,0/94,6	103/105	103/105
Zusammensetzung					
Paraffine	49,0	37,5			
Naph.	31,0	11,0			
Aromaten	19,0	50,5			
Ung. KW.	1,0	1,0	2,0	2,0	2,5
Siedek. Beg.	20°	68°	98°	116°	142°
30	9,0				
40	22,5				
50	39,0				
60	56,0				
70	69,0				
80	79,8	31,0			
90	89/88,0	70,0			
100	R. 1,0	90,5	5,0		
110	Verl. 1,0	96,0	105° 34,0		145° 8,0
120		113/99,0	110° 65,0	120° 7,0	150° 35,0
130		R 1,0	115° 88,0	125° 43,0	155° 55,0
140			120° 95,0	130° 65,0	160° 68,0
150			125° 98,0	135° 81,0	170° 82,0
160			130° 99,0	140° 92,5	180° 89,0
170			R. 1,0	150/ 99,0	190° 91,0
180				R. 1,0	200° 93,0
200					225° 95,0
225					275° 97,0
275					282° 99,0
K.P.					R. 1,0

Anlage 4 c : Zu Anlage 1 (Vers.-Nr. 4a) Untersuchung des red. Anfalls
Gesamtdruck 15 atm
homogene Temperatur

Ofen 601 Tag 17.5.41 Produkt Gesamtprodukt red. 165° = 97,4 %
b c Schicht

Restbenzin + Toluol - Untersuchung

Produkt	Gesamtprodukt	Raffinat (Restbenzin)	Extrakt
Gewicht %		36,5 %	63,5 %
Spez. Gewicht	0,790/15	0,696/15	0,871/15
Anilinpunkt I	+ 62,6	+ 63,0	- 59,8 x
" II	+ 62,6	+ 63,0	
Dampfdruck	0,470 atm		
ASTM. Kurve	43°	40°	
- 40	-- %	-- %	
- 50	2,0 %	3,5 %	
- 60	4,5 %	11,5 %	
- 70	9,0 %	24,0 %	
- 80	14,0 %	40,0 %	
- 90	23,0 %	53,0 %	
- 100	36,5 %	73,5 %	
- 110	54,0 %	85,0 %	
- 120	71,0 %	92,0 %	
- 130	80,5 %	93,5 %	
- 140	89,0 %	96,0 %	
- 150	94,0 %	-- %	
Endp. %	161/97,0	145/97,5	
Rückstand	1,2	1,2	
Verlust	1,8	1,3	
Paraffine	27,0	70,0	
Naphthene	8,5	24,0	
Aromaten	63,5	2,0	
Ung. kW	1,0	1,0	
Klopfwerte			
Res.	93,6	65,8	
Mot.	81,8	64,8	
+ Pb	94,4	88,4	
O_2-Bombentest	Abfall 9,6-9,0		
Gumtest vor	0,4 mg		
" nach	30,2/19,0 mg		
Cu-Schale	0,2 mg + Pb		

Anlage 5a: Zu Anlage 2 (Vers.-Nr. 8b) Untersuchung des red.Anfalls

Gesamtdruck: 40 atm
abfallende Temp. (adiabatisch)

Ofen 601 Tag 3.6.41 Produkt - D.H.D. aus P. 1472/red. - 165°

98

b c Schich SO_2-Extraktion

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

Restbenzinuntersuchung

Produkt	Gesamtprodukt	Raffinat (Restbensin)	Restbensin >100	Extrakt	Aromaten - 150	Aromaten + 150
Gewicht %		59,8	38,0	40,2		
Spez.Gewicht	0,768	0,718	0,727	0,871		
Anilinp. I	+ 25,6	+ 62,8	+ 64,8		+26,7	- 1,8x
" II	+ 63,7	+ 63,8	+ 66,2		+63,7	+78,2
ASTM. Kurve	61°	63°	104°		37	ca.67,5
- 40	— %	— %	— %	Podbielniak-Dest.		
- 50	— %	— %	— %			
- 60	— %	— %	— %	Vorlauf =	—	%
- 70	0,5 %	1,0 %	— %	Benzol =	3,8	%
- 80	2,0 %	3,5 %	— %	Zwfrakt. =	2,6	%
- 90	6,0 %	11,0 %	— %	Toluol =	35,8	%
- 100	20,0 %	33,0 %	— %	Zwfrakt. =	3,5	%
- 110	42,5 %	61,0 %	15,0 %	Xylol =	38,8	%
- 120	65,0 %	77,0 %	55,5 %	höh.Arom. =	15,0	%
- 130	78,0 %	87,5 %	78,5 %	Verlust =	0,5	%
- 140	88,5 %	94,0 %	91,0 %			
- 150	93,5 %	97,0 %	96,0 %			
- 160	96,5 %	— %	— %	Rückstand : 165°		
Endp./%	164/98,0 %	154/98,0 %	158/98,5 %	Spez. Gew. 0,884/15°		
Rückstand	1,2 %	1,0 %	1,2 %	A.P.I - 24,8 x		
Verlust	0,8 %	1,0	0,5 %			
Paraffine	46,5 %	70,5 %	85,5 %	A.S.T.M.		
Naphtene	12,5 %	20,0 %	12,5 %	Beginn: 167°		
Aromaten	40,5 %	1,5 %	2,0 %	180° - 21,0 %		
Ung. kW	0,5	0,0 %	0,0 %	190° - 59,5 %		
				200° - 74,0 %		
Klopfwerte				225° - 87,0 %		
Res.	—	—	—	250° - 92,0 %		
Mot.	70,8	49,0	35,5	275° - 95,0 %		
+ Pb 0,12	89,0	80,5	74,0	300° - 97,0 %		
				E.P. 306/ 98,0 %		
Elementaranalyse				R. - 2,0 %		
O_2-Bombentest	Abfall v. 8.9.-8.0/1 1/2h			Verl. - —		
Cu-Test vor	0,5 mg					
" nach	71,1/61,5mg			Restbensin - 100°		
Cu-Schale	0,00 mg			Klopfw. 5414 H		
				Motor : 69,0		
				" P - 91,6		

Anlage 5b: Zu Anlage 2 (Vers.-Nr. 8d) Untersuchung des red. Anfalls

Gesamtdruck 40 atm
abfallende Temp. (adiabatisch)

Ofen 601 Tag 4.6. 3^h - 5.6. 19^h Produkt DHD aus P 1472 >90°
red. - 165°

SO_2-Extraktion
5 x 100 % SO_2 1 x 100 % Propan Temp. - 78°
Restbenzinuntersuchung

Produkt	Gesamtprodukt	Raffinat (Restbenzin)	Restbenzin >100°	Extrakt	Aromaten -150°	Aromaten >150°
Gewicht %		47,0	23,8	53,0		
Spez. Gewicht	0,776	0,703	0,722	0,872	+ 17,3	- 26,8
Anilinp. I	+ 11,0	+ 63,3	+ 65,7	- 60,4	+ 64,2	+ 72,8
" II	+ 64,4	+ 64,4	+ 63,0		ca. 1,0	ca. 82,0
ASTM. Kurve	46°	43°	102°			
- 40	—	—	—			
- 50	1,0	—	—			
- 60	3,0	4,0	—			
- 70	8,0	10,0	—			
- 80	16,0	19,0	—			
- 90	29,0	38,5	—			
- 100	49,0	54,0	—			
- 110	68,0	76,0	25,0			
- 120	81,5	84,0	62,5			
- 130	89,5	91,0	82,0			
- 140	94,0	95,0	92,0			
- 150	96,5	—	97,0			
- 160	—	—	—			
- 170	—	—	—			
- 180	—	—	—			
- 190	—	—	—			
- 200	—	—	—			
Endp./%	164/98,0	150/97,0	156/98,5			
Rückstand	1,2	1,4	1,2			
Verlust	0,3	1,6	0,3			
Paraffine	57,5	79,0	89,0			
Naphtene	8,5	18,0	6,5			
Aromaten	32,5	1,5	3,0			
Ung. KW	1,5	1,5	1,5			
Klopfwerte	(5411 H)	(5425 H)	(5426 H)			
Res.	85,7	—	—			
+ Pb 0,12	—	—	—			
Mot.	78,0	56,7	35,5			
+ Pb 0,12	93,7	—	—			
Elementaranalyse						
O_2-Bombentest	Abfall v. 9,0-8,4/ 2 1/4 h					
Gumtest vor	0,4					
" nach	44,7/41,6					
Cu-Schale	0,00 mg					

Podbielniak-Dest.

Vorlauf	=	- %
Benzol	=	6,4 %
Zwfrakt.	=	3,4 %
Toluol	=	40,0 %
Zwfrakt.	=	2,8 %
Xylol	=	35,2 %
höh. Arom.	=	12,0 %
Verlust	=	0,2 %

Rückstand >165°

Spez. Gew. 0,921/15°

A.P. I - 44,6 x

A.S.T.M.

Beginn: 172°

180°	-	14,6 %
190°	-	34,5 %
200°	-	50,0 %
225°	-	64,0 %
250°	-	81,4 %
275°	-	90,0 %
300°	-	94,7 %
325°	-	97,4 %
E.P.	--	98,7 %
R.	-	1,3
Verl.	-	—

Restbenz. - 100°
Klopfw. No. 5427 H
Motor 71,2
" + Pb 93,0

Anlage 5c: Zu Anlage 2 (Vers.-Nr. 9a) Untersuchung des red.Anfall

Gesamtdruck: 40 atm
abfallende Temp. (adiabatisch)

Ofen 601 Tag 7.6. 2 h + 8.6. 17 h Produkt ~~Anfall~~ aus P 1472 >90°
red. - 165°

SO_2-Extraktion
3 x 100 % SO_2 1 x 100 % Propan Temp. - 78°
Restbenzin + Toluol - Untersuchung

Produkt	Gesamtprodukt	Raffinat (Restbenzin)	Restbenzin 100°	Extrakt
Gewicht %	red.-165°= 97,1 %	36,0 %	12,8 %	64,0 %
Spes. Gewicht	0,782/15°	0,686/15°	0,716/15°	0,872/15°
Anilinp. I	- 2,8	+ 65,0	+ 67,2	- 60,2 x
" II	+66,0	+ 66,2	+ 69,2	
Dampfdruck	0,459			
ASTM. Kurve	44°	36°	102°	Podbielniak-Dest.
- 40	-- %	-- %	-- %	Vorlauf = -- %
- 50	0,5 %	3,0 %	-- %	Benzol = 7,6 %
- 60	2,0 %	10,5 %	-- %	Zwfrakt. = 3,6 %
- 70	5,0 %	22,0 %	-- %	Toluol = 38,4 %
- 80	11,5 %	37,0 %	-- %	Zwfrakt. = 5,2 %
- 90	20,0 %	54,5 %	-- %	Xylol = 32,8 %
-100	34,0 %	70,5 %	-- %	höh. Arom.= 12,2 %
-110	51,0 %	84,0 %	47,5 %	Verlust = -- %
-120	67,0 %	91,0 %	70,0 %	
-130	81,0 %	95,0 %	89,0 %	
-140	90,0 %	-- %	96,0 %	
-150	96,0 %	-- %	98,0 %	
-160	97,5 %	-- %	-- %	
Endp./%	166/98,5 %	140/97,0%	152/98,5 %	Rückstand >165°
Rückstand	1,0 %	1,0 %	1,3 %	Spez.Gew.0,9
Verlust	0,5 %	2,0 %	0,2 %	A.P.I -5,4
Paraffine	30,5	85,0	94,5	
Naphtene	5,0	12,5	1,5	
Aromaten	63,5	1,5	3,0	
Ung. kW	1,0	1,0	1,0	
Klopfwerte				ASTM
Res.	91,9			Beg. 187°
Mot.	83,0	59,0	35,5	Restbi -200° 10,0%
+ Pb	95,0	87,5	--	- 100° -225° 40,0%
Elementaranalyse				-250° 62,5%
				-275° 81,0%
				70,8 -300° 90,0%
				92,0 -- 97,0%
				Rü 2,7
				Verl. 0,3
O_2-Bombentest	Abfall 9,7-9,1			-150°
Gumtest vor	2,0 mg			A.P.I-0,8
" nach	41,9/37 mg			" II+65,7°
Cu-Schale	2,0 mg			Arom. 61,5%
				-150°
				A.P.I - 47,4
				" II --
				Arom. 90 %

Anlage 6a: Untersuchung des DHD-Benzins: 83 Teile Anfall + 17 Teile Leichtbenzin -90°

(Vgl.-Anlage 1 Vers.-Nr. 3a/3b)

Gesamtdruck: 40 atm

SO_2-Extraktion Überladung 5315 N

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

Restbenzin-Untersuchung + Toluol

Produkt	Gesamtprodukt	Raffinat (Restbenzin)	Extrakt
Gewicht %		42,0 %	58,0 %
Spez. Gewicht	0,774/15°	0,684/15°	0,873/15°
Anilinp. I	+ 3,8	+ 62,7	+ 63,0 x
" II	+63,5	+ 64,0	
Dampfdruck	0,507 atm		
ASTM, Kurve	42°	56°	Podbielniak-Dest.
- 40	--	--	Vorlauf = -- %
50	1,0 %	7,5 %	Benzol = 9,6 %
60	5,0 %	23,0 %	Zwfrakt. = 4,0 %
70	12,0 %	41,5 %	Toluol = 40,2 %
80	23,0 %	52,0 %	Zwfrakt. = 4,0 %
90	35,0 %	72,5 %	Xylol = 32,6 %
100	46,8 %	82,5 %	Höh. Arom. = 9,2 %
110	59,0 %	88,0 %	Verlust = 0,4 %
120	72,0 %	93,0 %	
130	84,0 %	95,0 %	
140	91,0 %	--	
150	95,5 %	--	
Endp./%	158/98,0 %	138/97,0 %	
Rückstand	1,0 %	1,4 %	
Verlust	1,0 %	1,6 %	
Paraffine	33,0	77,0	
Naphtene	9,0	21,0	
Aromaten	57,0	15	
Ung. KW	1,0	0,5	
Klopfwerte	(5315 N)	(5329 N)	
Res.	89,2	63,4	
+ Pb	101,5	--	
Mot.	79,5	64,2 ?	
+ Pb	94	89,5	
Elementaranalyse	C 87,59/ H 12,29		
O_2-Bombentest	Abfall 9,7-9,5		
Gumtest vor	5,1 mg		
" nach	16,5/1,6 mg		
Cu-Schale	8,4 mg + Pb		

Anlage 6b: Untersuchung des DHD-Benzins: 83 Teile Anfall + 17 Teile Leichtbenzin - 90°

(Vgl. Anlage 1 Vers.-Nr. 4a/4b)

Gesamtdruck: 15 atm

SO_2-Extraktion Überladung 5316 H

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

Restbenzin + Toluol-Untersuchung

Produkt	Gesamtprodukt	Raffinat (Restbenzin)	Extrakt
Gewicht %		47,4 %	52,6 %
Spez. Gewicht	0,767/15°	0,686/15°	0,873/15°
Anilinp. I	+ 9,8	+ 61,3	- 61,2 x
" II	+62,2	+ 62,7	
Dampfdruck	0,587 atm		
ASTM. Kurve	39°	35°	Podbielniak-Dest.
- 40	-- %	-- %	Vorlauf = - %
50	2,0 %	9,0 %	Benzol = 12,6 %
60	7,0 %	23,0 %	Zwfrakt. = 2,8 %
70	15,0 %	41,5 %	Toluol = 38,4 %
80	26,0 %	58,0 %	Zwfrakt. = 2,8 %
90	38,0 %	70,0 %	Xylol = 30,0 %
100	50,0 %	80,0 %	höh. Arom. = 12,8 %
110	60,5 %	88,0 %	Verlust = 0,6 %
120	72,0 %	92,0 %	
130	82,5 %	94,5 %	
140	90,0 %	-- %	
150	94,8 %	-- %	
Endp./%	160/97,5%	140/97,0%	
Rückstand	1,2 %	1,3 %	
Verlust	1,3 %	1,7 %	
Paraffine	34,5	72,5	
Naphtene	12,0	25,0	
Aromaten	51,5	1,5	
Ung. kW	2,0	1,0	
Klopfwerte	(5316 H)	(5330 H)	
Res.	89,4	66	
+ Pb	101,5	--	
Mot.	79,6	68	
+ Pb	94,4	91,8	
Elementaranalyse	C 87,71/ H 12,32		
O_2-Bombentest	Abfall 10-9,3		
Gumtest vor	0,5 mg		
" nach	21,6/13,7mg		
Cu-Schale	4,9 + Pb		

Anlage 7.

Vergasungszusammensetzung

Datum	16.5.41 a b		18.5. a b	
Gesamtdruck	40		15	
Versuch Nr. (Anl. 1)	3 b		4 b	
	Entspannungsgas	Produktgas	Entspannungsgas	Produktgas
CO_2	0,00	0,00	0,00	0,00
H_2S	0,00	0,00	0,00	0,00
H_2	53,50	3,42	59,20	2,30
N_2	0,55	0,42	1,00	0,85
C_2H_4	0,05	0,10	0,05	0,10
C_3H_6	Spuren	0,15	0,05	0,40
C_4H_8	"	0,20	0,04	0,60
C_5H_{10}	0,00	0,35	0,01	0,70
höh. KW	0,00	Spuren	0,00	0,05
CH_4	33,10	15,55	20,95	6,30
C_2H_6	8,24	20,40	10,60	18,85
C_3H_8	3,39	33,10	6,30	40,65
C_4H_{10}	0,96	16,55	1,35	22,30
C_5H_{12}	0,20	9,16	0,45	7,20
höh. KW	0,00	0,60	0,00	0,30
Podbielniak-Analyse				
% Iso-C_4 im C_4	—	34 %	35 %	37 %
Im Produkt gelöstes Gas	10,30 g C_3 [1]/kg Produkt 29,10 C_4 [1]/ " "		8,50 g C_3 [1]/kg Produkt 30,30 g C_4 [1]/ " " davon 30 % Iso-C_4	

1) als KW.

Versuchsblatt 1

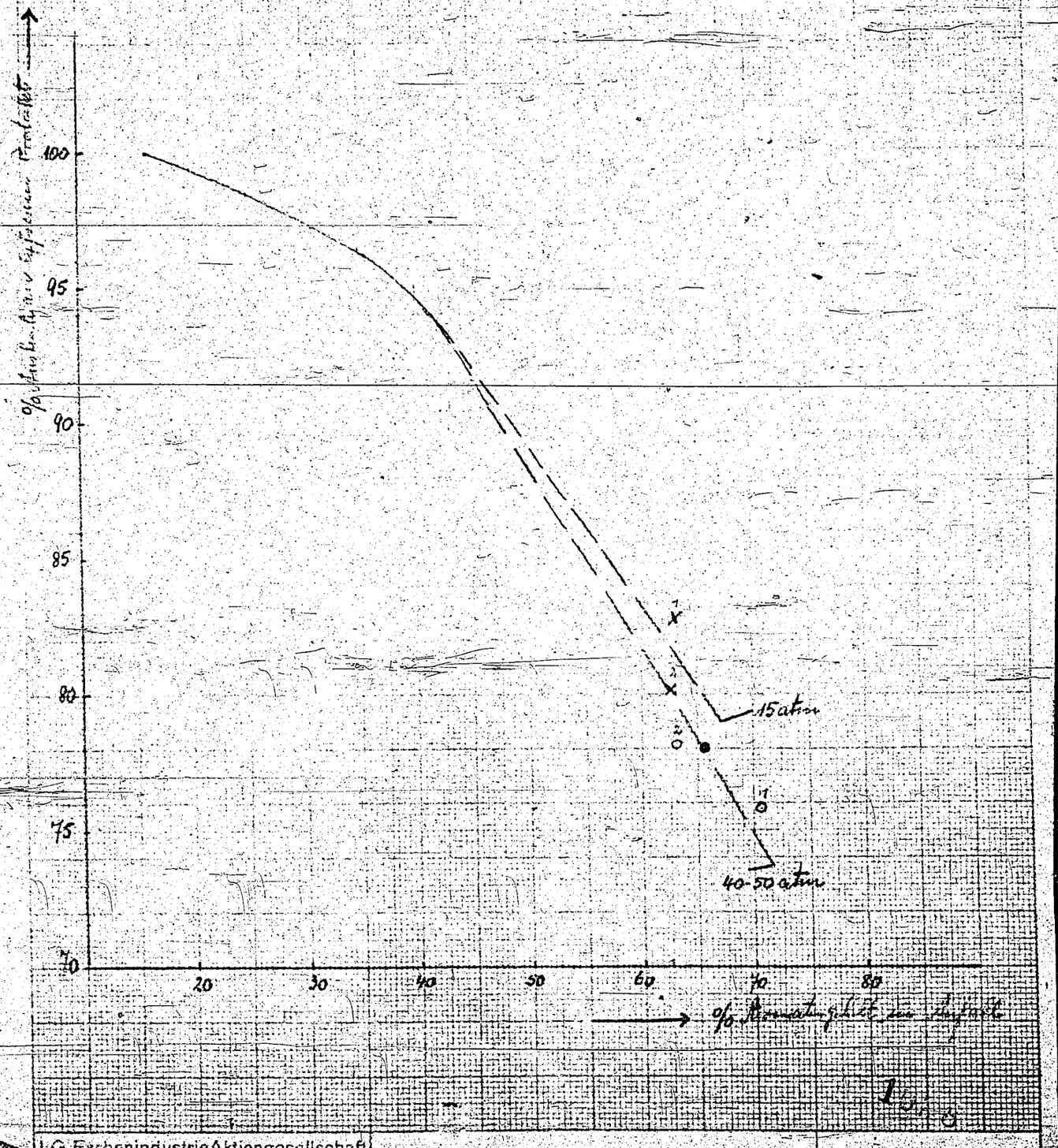
Dehydrierung von reinem Cyclohexanol bei 15, 40 und 50 atm Druck

und konstanter Temperatur

Zeichen: Druck 50 40 15 atm

● ○ ×

(Zahlen siehe Tabelle 1 Spalte 2, Tafelzeichnung)



1 Anl. 3

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein

Anmerkung

Abhängigkeit von verschiedenen Parametern bei Verwendung von Ni-Mo-Kontakt

und abfallender Temperatur unter 3 Betriebsjahren (technisch-technischer Versuch)

Kurven:

Druck: 40 15 atü

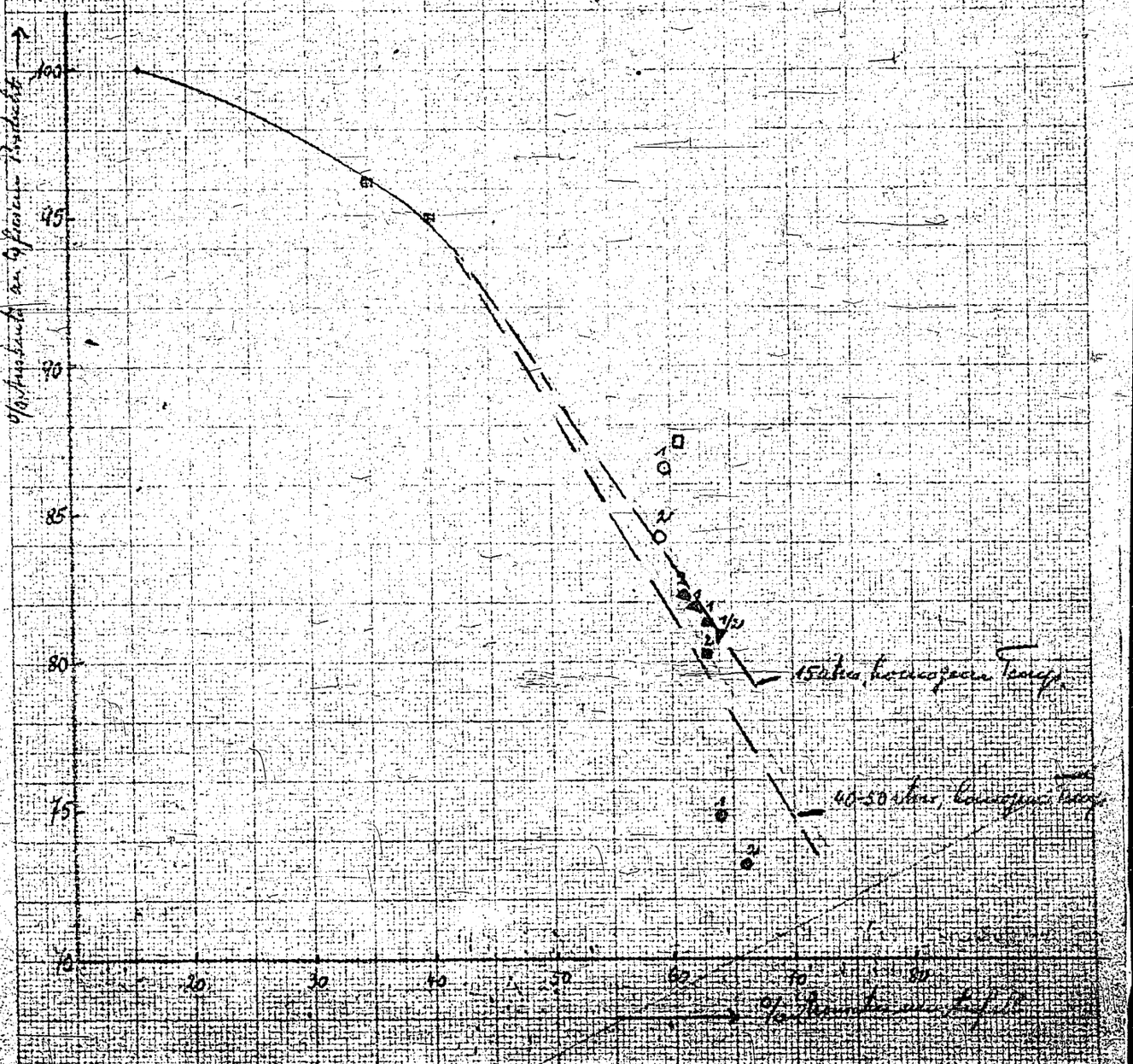
a) Eingangstemp. Ofen 1 am Kühler (520-525°) ● □

Durchsatz 0,5 kg/l Gas/Öl: 1:0 b) Eingangstemp. Ofen 1 am Kühler (500°) ■

c) Eingangstemp. Ofen 1 am Kühler ▭

" Gas/Öl: 1,5:1,7 b) ▲

Durchsatz 0,25 kg/l " Eingangstemp. Ofen 1 zwischen den vom 2. und 3. ▼

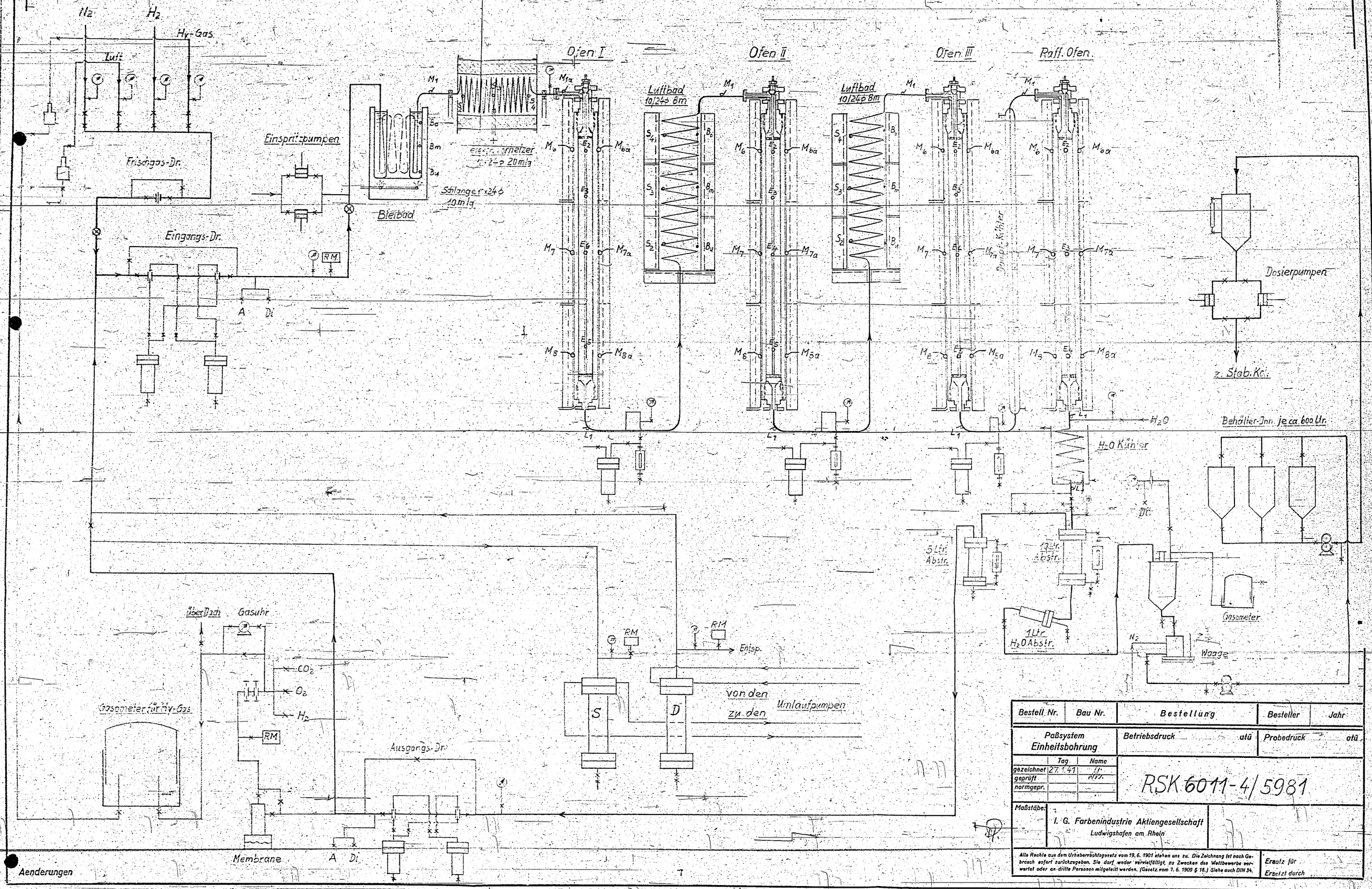


I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein

DIN-Format A 4 T (210 x 297 mm)

Zugehörige Zeichnungen	Zchg.-Nr.

Stück-zahl	Benennung	Teil	Werk-stoff	Lager Nr. / Modell Nr.	Ge-wicht	Bemerkung



Bestell. Nr.	Bau Nr.	Bestellung	Besteller	Jahr
Paßsystem Einheitsbohrung		Betriebsdruck ... atü	Probedruck ... atü	

	Tag	Name
gezeichnet	27.1.41	Lf.
geprüft		
normgepr.		

RSK 6011-4/5981

Maßstäbe:

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen am Rhein

Alle Rechte aus dem Urheberrechtsgesetz vom 19. 6. 1901 stehen uns zu. Die Zeichnung ist nach Gebrauch sofort zurückzugeben. Sie darf weder vervielfältigt, zu Zwecken des Wettbewerbs verwertet oder an dritte Personen mitgeteilt werden. (Gesetz vom 7. 6. 1909 § 18.) Siehe auch DIN 34.

Ersatz für
Ersetzt durch

Änderungen

Bau Nr. 4Lu-98 **Betrieb:** Hochdruck-Vers. **Gegenstand:** Schema für 30 Ltr. DHD-Anlage (Kammer 601)

Hoohdruckversuche
Lu 558

28. August 1941. No/Pf.

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

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

Zusammenfassung.

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

Kontakt [2]	Ausbeute	Temperatur	%-100° im Anfallprod.	Ausbeute	Temperatur	%-100° im Anfallprod.	Ausbeute	%-100° im Anfallprod.
Ausgangsmat.	5058-Benzin >90° aus Leuna			6719/6434-Benzin >90° a. estn. Schieferöl			Rum. Bi >90°	
% Aromaten im Anfallprodukt	65			65			60	
Kat. 7360 Faß 618-620 i.Betrieb od. Labor hergest.	88,1	ca. 507	21,5	85	(517)	32	81	40
K 8133	88,4	499	22	84(?)	510	30,5	81	—
K 8191	—	—	—	90,5	503	—	84	44,5
K 8211	—	—	—	89	505	16	85	36,5
K 8222	—	—	—	86,5	507	20	80,5	37
K 7360 Ch. 6 [3]	90	494	18,5	89	500	15	—	—

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

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

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

Versuchsergebnisse.

I. Zusammensetzung der geprüften Kontakte; Aktivität der Vergleichskontakte.

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

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

Tabelle.

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

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

---

1) Als Formiat auf den Kontaktträger aufgetränkt.

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

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

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

Tabelle.

Ausgangsmaterial: 5058-Benzin, 90° aus Leuna

Kontakt	7360 Betrieb Faß 618-620	7360 Labor	7360 Ch. 6 (zum Vergleich
Schüttgewicht	0,665	0,710	0,820
Temperatur °C	5212	502	494
H_2-Druck atm	25	25	25
Durchsatz kg/Ltr.x Std.	0,5	0,5	0,5
Zyklusdauer	8	8	8
Zahl der Regen.	6	9	--
% Ausbeute an C_4-freiem Produkt	88	88,2	90
Anfall			
Spez. Gewicht	0,795	0,794	0,797
Anilinpunkt I	- 3,5 (in Mi.)	- 3,5 in Mi.	- 2,5 (in Mi.)
" II	62	62	63,5
% Aromaten	65	65	65
% - 100	21	22	18,5
% - 150	78	78	78
Ausgangsmaterial			
Spez. Gewicht		0,770	
Anilinpunkt I		43	
% Aromaten		19,5	
Siedebereich % - 150		102 - 174	

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

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

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

1) Aromaten - Temperatur - Relation.

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

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

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

---

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

2) S. Fußnote 1) S. 4.

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

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

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

4) % - 100° in Abhängigkeit vom Aromatengehalt.

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

5) Jodzahlen.

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

6) Übersicht.

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

Tabelle.

Ausgangsmaterial	6719/6434 Schwerbenzin aus estnischem Schieferöl (P 1517 >90°C)					
Kontakt	7360 Betrieb od. Labor Pat 618-620	8113	8191	8211	8222	Z.Verg. K 7360 Ch. 6
Schüttgewicht	0,67-0,71	0,72	0,73	0,695	0,705	0,82
Temperatur °C	(517)	510	503	505	507	500
H_2-Druck	25	25	25	25	25	25
Durchsatz kg/Ltr. x Std.	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Zyklusdauer	8	8	8	8	8	8
Zahl der Reg.	—	5	6	8	1	—
% Ausbeute an C_4-freiem Prod.	85	84 ?	90,5	89	86,5	89
Anfallprodukt						
Spez. Gewicht	0,796	0,797	—	0,810	0,808	0,810
Anilinpunkt I	-3 ber.	-2 ber.	-2,5 ber.	-2 ber.	-2 ber.	-3 ber
" II	62	63,5	62,5	63	63	62
% Aromaten	65	65	65	65	65	65
% - 100	32	30,5	—	16	20	ca.16
Ausgangsmaterial						
Spez. Gewicht			0,788			
Anilinpunkt			39,5			
% Aromaten			21			
Siedebereich			108-211			
% - 150			45			

III. Ergebnisse mit rumänischem Schwerbenzin als Ausgangsmaterial.

Rumänisches Benzin (P 1472, KW 567 992) wurde in Leichtbenzin bis 90°0 und Schwerbenzin >90° zerlegt und das Schwerbenzin als Ausgangsmaterial für die Prüfung der Kontakte verwendet. Da die Versuche gleichzeitig als Parallelversuche zu den Versuchen im 30 Ltr.-Ofen 601 gedacht waren, wurden in den einzelnen Versuchsperioden jeweils die gleiche Destillationscharge wie im Ofen 601 verwendet. Dies hatte zur Folge, daß die verschiedenen Kontakte jeweils mit etwas verschiedenen Ausgangsprodukten geprüft wurden, wie folgende Tabelle zeigt:

Tabelle.

Partie P 1472,>90°	1a	1b	2
Destillations-datum	24.4.41	24.4.41	14.5.41
vom gesamten P 1472			
Gew.% Leichtbenzin	23,7	17,3	16,5
" " Schwerbenzin	76,3	82,7	83,7

Eigenschaften des	Leicht-benzins	Schwer-benzin	Leicht-benzin	Schwer-benzin	Leicht-benzin	Schwer-benzin
Spez. Gewicht	0,692	0,758	0,675	0,752	0,670	0,751
Anilinpunkt	48,5	45,6	50	46,5	54 (?)	44,5
Siedebeginn	35	110	35	103	35	92
% - 70°	ca.40	—	63,5	—	ca.73,5	—
% - 80°	94,5	—	94,5	—	88	—
% - 90°	—	—	—	—	—	—
% -100°	—	—	—	—	—	2
% -120°	—	31,5	—	49,8	—	54,5
% -150°	—	88	—	90.0	—	89,0
% -160°	—	95	—	94	—	94
Endpunkt	ca.85/97	173/98,4	ca.83/96	175/98	ca.85	172/98
% Aromaten		17,5		16		16,5
Schwerbenzin als Einspritzprodukt für Kontakt		7360 Betrieb		7360 Labor 8191		8133/ 8211 8222

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

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

Tabelle.

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

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

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

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

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

Gemeinsam mit

Dr. Donath
" Reitz
" Fürst

gez. Nonnenmacher

Anlage 1.

Zusammensetzung und Herstellung der verwendeten Kontakte

(Als Basis für sämtliche Kontakte wurde die gleiche aktive Tonerde Oppau verwendet)

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

1040

Anlage 2.

303 II Kontakt 7360 Betrieb Faß 618-630.

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

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

Anlage 3.

303 II Kontakt 7360 Labor.

Ofen 303 II	P 1317	8.5.	9.5.	10.5.	P 1471	11.5.	P 1472	12.5.	13.5.	14.5.	15.5.	16.5.	P 1424	17.5.
Datum	>90° 20.2.40	11-18h	11-18h	16-23h	v.5.3.41	13-20h	>90° Partie 1b	14-21h	13-20h	12-19h	12-19h	12-19h	>90° v.20.12.40	14-21h
Druck atm		25	25	25		25		25	25	10	10	10		25
Temperatur ° C		509	510	552/524 504/484		510		510	552/520 500/485	548/520 500/485	510	492		510
Durchsatz kg/Ltr. x Std.		0,5	0,5	0,5		0,5		0,5	0,5	0,5	0,5	0,5		0,5
Zyklusdauer		8	8	8		8		8	8	8	8	8		8
Zahl der Regen.		0	1	2		3		4	5	6	7	8		9
Ausbeute														
% C_4-freies Prod.		87,9	86,2	80,3		84,0		81,4	77,8	78,9	81,9	86,3		86,1
Gas C_1 - C_4		11,5	13,4	18,8		15,0		18,2	21,6	20,4	17,1	13,2		12,9
Koks		0,6	0,4	0,9		1,0		0,4	0,6	0,7	1,0	(0,5)		1,0
% Gesamtanfall/ Einspritzung		97	89 !	95		93		93	91	95	88	93		93
Produkteigenschaften														
Spez. Gewicht	0,781	0,794	0,795	0,796	0,752	0,777	0,752	0,771	0,776	0,790	0,787	0,780	0,768	0,796
Anilinpunkt I	40,5	- 2	- 3	-1,5 ber.	52,0	-10	46,5	4,5	-3,5	1,0 ber.	-1,0 ber.	6,8	42,5	-8,0 ber.
" II	58,5	62,5	62	61,5	56,0	63,0	60,0	64,0	63,0	61,0	61,5	61,7	--	62,0
Siedebeginn °C	97	37	31	35	101	35	103	33	35	45	44	75	99	43
% - 70°	--	6	7,5	9,0	--	8,0	--	11,5	15,5	5,5	6,0	5,0	--	5,0
% - 100°	1,5	26,5	29,5	30,5	--	27,5	--	36,5	40,0	30,0	32,0	30,5	--	25,5
% - 120°	12	45,0	47,0	48,0	59	54,0	49,8	63,0	63,0	59,0	61,0	61,5	33,5	50,0
% - 150°	52	69,0	69,0	71,5	93	90,0	90,0	91,0	91,0	86,0	88,0	85,0	79	81,5
% - 180°	80,5	83,5	87,0	86,5	--	--	--	--	--	94,5	--	--	--	94,
Endpunkt	210 98,5	233/92,5	235/94,5	236/96	175/97	180/97	175/98	180/97,5	184/97,5	201/97	185/97	189/97,5	172/98	205/97
Anilinpunkt -150°	--	--	13,7	4,5		0,5		5,5	-4,0	-3,0	-3,0	11,6		-3,0 ber.
>150	--	--	-32,5 ber.	-39,0 ber.		-45		-38,0 ber.	-43,0 ber.	-39,0 ber.	-40,0 ber.	-27 ber.		-46,0 ber.
% Aromaten		60	60,5	63		60		57	61,5	61,5	63	53		69
Jodzahl aus Bromzahl		--	2,3	1,2		--		3,55	3,15	3,5	4,8	5,8		2,8

Anlage 4

308 I Kontakt 8133

Ofen 308 I	P 1317	15.5.	16.5.	17.5.	20.5.	P 1472	18.5.	19.5.	P 1424	21.5.
Datum	>90° v.20.2.40	12-18h	13-20h	12-19h	14-21h	>80° Partie 2	13-20h	12-19h	>90° v.20.2.	13-20h
Druck atm		25	25	25	25		25	25	40	25
Temperatur °C		508	509	552/520 500/484	508		509	552/518 500/484		510
Durchsatz kg/Ltr. x Std.		0,5	0,5	0,5	0,5		0,5	0,5		0,5
Gas : Öl Ltr./kg x Std.		1,0	1,0	1,0	1,0		1,0	1,0		1,0
Zyklusdauer		8	8	8	8		8	8		8
Zahl der Regenerationen		0	1	2	5		3	4		6
Ausbeute:										
% C_4-freiem Produkt		90,4	87,9	81,9	84,5		85	--		85,7
Gas $C_1 - C_4$		9,1	11,5	17,5	14,9		14,5	--		13,9
Koks		(0,5)	(0,6)	(0,6)	(0,6)		0,5	--		0,4
% Gesamtanfall/Einspritzung		100	100	100	89		100	--		91
Produkteigenschaften										
Spez. Gewicht/20°	0,781	0,804	0,800	0,802	0,797	0,751	0,770	0,770	0,768	0,804
Anilinpunkt I	40,5	5,5	- 2	- 1	- 5	44,5	12	4,5	42,5	-8 ber
" II	58,5	62	63	62	63,5	58,5	62,5	62,5	--	63,5
Siedebeginn °C	97	48	50	44	49	92	40	45	99	41
% - 70°	--	3	5	5	5,0	--	9,5	6,0	--	5,5
% - 100°	1,5	18,5	22,5	26	28,5	2	40,0	37	--	24
% - 120°	12	38,0	40,5	45,5	47,0	54,5	69,0	66	33,5	50,5
% - 150°	52	62,0	64,0	66	70,5	89,0	92	91	79	83,5
% - 180°	80,5	80,0	84,0	84,5	85,5	--	97	--	--	95,5
Endpunkt	210/98,5	268/98	235/97	231/ 97,5	235/98	172/98	191/98	195/ 97,5	172/98	198/ 98,5
Anilinpunkt - 150°	--	20,5	12,5	13	12		12	8		-3ber.
>150	--	-16ber.	-28ber.	-24 ber.	-35 ber.		-34 ber.	-30,7 ber.		-44 be
% Aromaten	--	55	60	57,5	63	16,5	50	56		69,5
Jodzahl aus Bromzahl	--	45	3,5	2,6	4,8		4,5	2,6		(2132) 2,4

Anlage 5.

308 II Kontakt 8191.

Ofen 308 II	P 1317	11.5.	12.5.	13.5.	16.5.	17.5.	P 1472	14.5.	15.5.
Datum	>90° v.20.2. 40	12-19h	12-19h	12-19h	12-19h	15-22h	>90 Partie 1b	12-19h	12-19h
Druck atm		25	25	25	25	25		25	25
Temperatur °C		510	510	552/523 500/484	508	510		541/513 500/480	510
Durchsatz kg/Ltr. x Std.		0,5	0,5	0,5	0,5	0,5		0,5	0,5
Gas : Öl Ltr./kg x Std.		1,0	1,0	1,0	1,0	1,0		1,0	1,0
Zyklusdauer		8	8	8	8	8		8	8
Zahl der Regenrationen		0	1	2	5	6		3	4
Ausbeute									
% C_4-freies Produkt		91,4	93,0	80,1	87,8	88,2		83,2	87,3
Gas C_1 - C_4		8,1	8,5	19,1	11,6	11,0		16,2	12,0
Koks		0,5	0,5	(0,8)	(0,5)	(0,8)		0,6	0,7
% Gesamtanfall/ Einspritz.		92	87	92	91	90		87	90
Produkteigenschaften									
Spez. Gewicht	0,781	0,799	0,799	0,796	0,792	0,798	0,752	0,770	0,771
Anilinpunkt I	40,5	0,5	0	- 3	1	- 8	46,5	10,5	10
" II	58,5	62,5	63,5	60,5	62	ber. 63	60,0	62,5	64
Siedebeginn °C	97	53	69	42	46	42	103	42	41
% - 70°	--	2,5	1,5	8	5,5	3,5	--	6,5	5
% - 100°	1,5	23,5	23	30	28	24	--	38	37,5
% - 120°	12	44,0	42	45	47	49,5	49,8	65	66,5
% - 150°	52	69,0	66,5	73	70	81,5	90,0	89	92,5
% - 180°	80,5	86,5	84	87	87	95	--	--	--
Endpunkt	210/98,5	228/97,5	231/97	234/97,5	228/97,5	200/97	175/98	181/97	174/98
Anilinpunkt - 150°		16	17	11,5	15,5	-2 ber.		13,5	11,5
>150°		-26,5 ber.	-30 ber.	- 33 ber.	- 32 ber.	- 43 ber.		- 31 ber.	- 30 ber.
% Aromaten	21	58	59,5	60	57,5	70		52	52,5
Jodzahl aus Bromzahl		5,2	4,2	(2021) 2,45		2,6		2,0	2,2

104

Anlage 6.

308 II Kontakt 8211.

Ofen 308 II Datum	P 1317 >90° v.20.2.40	20.5. 13-20h	22.5. 5-12h	23.5. 11-16h	29.5. 13-20h	P 1472 >90° Partie II	24.5. 13-20h	25.5. 10-17h	26.5. 15-22h	27.5. 13-20h	28.5. 12-19h
Druck atm		25	25	25	25		25	25	10	10	10
Temperatur °C		510	510	552/520 500/484	510		549/520 500/484	510	508	549/520 500/484	493
Durchsatz kg/Ltr.xStd.		0,5	0,5	0,5	0,5		0,5	0,5	0,5	0,5	0,5
Gas : Öl Ltr./kg x Std.		1,0	1,0	1,0	1,0		1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Zyklusdauer		8	8	8	8		8	8	8	8	8
Zahl der Regenerationen		0	1	2	8		3	4	5	6	7
Ausbeute											
% C_4-freies Produkt		89,2	87,4	84,0	87,5		79,9	85,8	--	--	--
Gas $C_1 - C_4$		10,5	12,0	15,2	11,9		19,6	13,7	--	--	--
Koks		0,3	(0,6)	(0,8)	0,6		0,5	(0,5)	--	--	--
% Gesamtanfall / Einspr.		86	85	87	86		86	86	--	--	--
Produkteigenschaften											
Spez. Gewicht	0,781	0,794	0,814	0,827	0,812	0,751	0,770	0,774	0,794	0,786	0,786
Anilinpunkt I	40,5	- 1	- 4 ber.	6,5 ber.	- 4 ber.	44,5	5,5	5,5	- 4 ber.	- 1	3,8
" II	58,5	63	64	62	64,5	58,5	63,5	64	62,5	61	62
Siedebeginn °C	97	47	50	36	50	42	38	44	53	50	56
% - 70°	--	2	3	2	2,5	--	8,5	7	2,5	4	2,5
% - 100°	1,5	23,8	16,5	14	16,5	2	35,5	34,2	18	21	20
% - 120°	12	45	34,5	32	35	54,5	62,5	63,5	50	54	53
% - 150°	52	69	63,5	60	63,5	89,0	88	90	85	87,5	87
% - 180°	80,5	86	83,5	78,5	83	--	--	--	96	97	97
Endpunkt	210/98,5	240/98	245/97,5	240/95	235/97,5	172/98	180/95,5	197/97,5	191/98,5	212/98	208/98
Anilinpunkt - 150°	--	15,5	5,6	1,0	4,3		5,8	6	2	4,5	7,2
" > 150°	--	-30,5 ber.	-30 ber.	- 32,5 ber.	- 35 ber.		- 36 ber.	- 39 ber.	- 33 ber.	- 29,8 ber.	- 27 ber.
% Aromaten		60	67,5	67,5	68	16,5	55,5	57,5	66	58	56
Jodzahl aus Bromzahl		2,6	5,7	2,6	(2223) 7,1			6,4	7,4	4,45	8,45

Anlage 7.

308 I Kontakt 8222.

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

Anlage 8.

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

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

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

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

1547

HYDRIERWERKE PÖLITZ AKTIENGESELLSCHAFT

Zu

Vorzimmer

Pölitz

Postanschrift der Hydrierwerke Pölitz Aktiengesellschaft, Stettin-Pölitz

DRAHTWORT: Hydrie Stettinpölitz

FERNSPRECHER: Pölitz 2301, Stettin 25041

FERNSCHREIBER: Nr. 1 Berlin 422, Hydrie Pölitz

34

I.G. Farbenindustrie
Aktiengesellschaft
Abt. Hochdruckversuche
L u d w i g s h a f e n/Rhein.

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr.

Ihre Zeichen	Ihre Nachricht vom	Unsere Nachricht vom	Unsere Zeichen	STETTIN-PÖLITZ
			DHD/Sfc.	28. April 1943 Mc

Betrifft: DHD-Kontakt, Pillenform.

In der Anlage erhalten Sie einen Bericht über den Ausbau des DHD-Kontaktes 7360 L, der in der Kammer 21 neun Monate in Betrieb war. Wir haben drei Proben des Kontaktes über die Reisserdefabrik Pölitz an Sie geleitet und bitten Sie, den Aktivitätsverlust zu prüfen und uns die Ergebnisse mitzuteilen.

Heil Hitler !

HYDRIERWERKE PÖLITZ AKTIENGESELLSCHAFT

1 Anlage.

1 40

HYDRIERWERKE PÖLITZ
AKTIENGESELLSCHAFT

Stettin, den 28. April 1943
DHD/Stf.

Aktenvermerk

Betr.: Reparatur der DHD-Kammer 21
ausgeführt v.12.-17.4.1943.

Zusammenfassung:

Der im Ofen II eingebaute, gepillte DHD-Kontakt verlor in letzter Zeit während der Fahrperioden schnell an Aktivität. Die El. 207 - 212 zeigten starken Temperaturanstieg. Es trat eine um 2 % zu hohe Vergasung und eine Abkürzung der Fahrperioden ein.

Der Ausbau zeigte, dass der gepillte DHD-Kontakt infolge der eingebauten Schwimmröste besser durchregeneriert war. Infolge ungleichmässigen Durchlassens der Schwimmröste hatten sich jedoch über und unter dem zweiten Rost Koksnester gebildet. Unregenerierte Kontaktpillen waren zusammengebacken.

Der Kontakt wurde durch Kat. 7360 (Würfel) ersetzt. Proben des ausgebauten Kontaktes wurden nach Lu. zur Untersuchung geschickt. Es wird eine neue Konstruktion der Schwimmröste demnächst in Kammer 22 eingesetzt, aus der ebenfalls der gepillte DHD-Kontakt des Ofens IV ausgebaut werden muss..

Ausbaubefund:

1.) Gepillter DHD-Kontakt.

Der Kontakt des Ofens II musste ausgebaut werden. Die Prüfung ergab, dass eine nennenswerte Schwarzkernbildung der Pillen, wie sie beim Ausbau des gleichen Kontaktes aus Ofen IV im Dezember beobachtet wurde, dieses Mal nicht vorlag (Bild I). Dagegen wurden zwei Koksnester gefunden. Diese bestanden aus zusammengebackenen, unregenerierten Kontaktpillen (Bild II). Das eine dieser Nester lag auf dem unteren Rost, was im Bilde an dem schwarzen Kreis inmitten des Rostes zu erkennen ist. Das grössere Nest wurde unter dem Rost vorgefunden. Die Fundstelle ist in der Skizze (Bild III) angegeben.

Eine Besichtigung der Röste zeigte, dass infolge seiner Konstruktion in der Mitte der Durchfluss zu gering war. Hier stiessen die wenig durchlochten Stellen der 8 Segmente und ihre Trennflächen zusammen. Der Gasstrom wurde in der Weise abgelenkt,

dass über dem Rost ein Kegel und ein zweiter unter dem Rost entstanden, die zumal beim Regenerieren vom Gasstrom nicht erfasst wurden. In diesen Kegeln bildeten sich Koksnester, welche den Ablauf der Reaktion störten.
Der Kontakt wurde ausgebaut und da in der Kürze der Zeit keine neu konstruierten Roste zur Verfügung standen, durch vorhandenen Kat. 7360 (Würfel) ersetzt.

2.) Das N_6-Element war an der Schweisstelle abgerissen und wurde erneuert.

3.) Die zweite Kupferdichtung am heissen Regenerator wurde durch eine Weicheisendichtung ersetzt. Am Kühler wurden zwei Ventile ausgebaut.

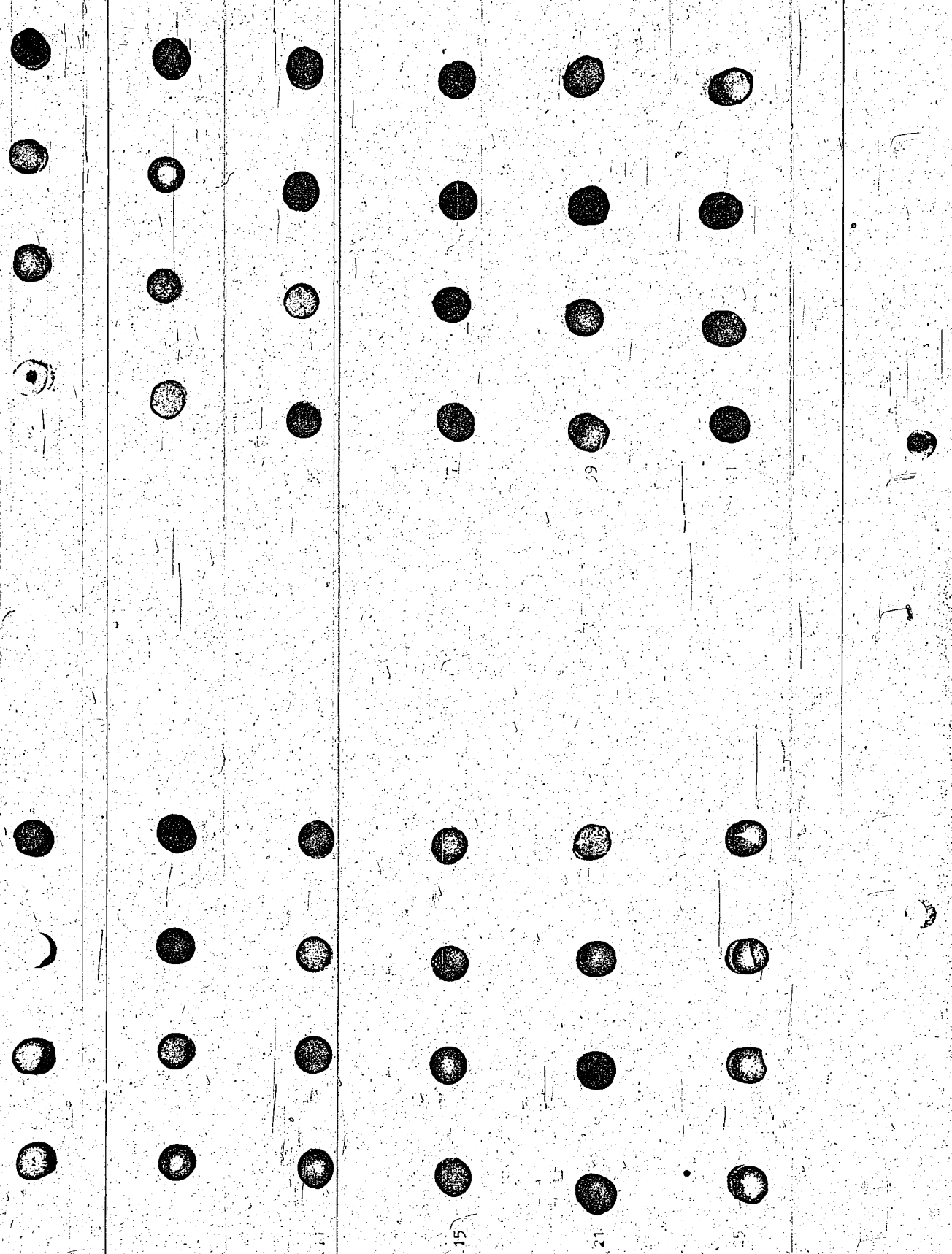
4.) An den geöffneten Rohrleitungen und Verbindungsstücken der Apparatur wurde kein nennenswerter Angriff durch Korrosion beobachtet.

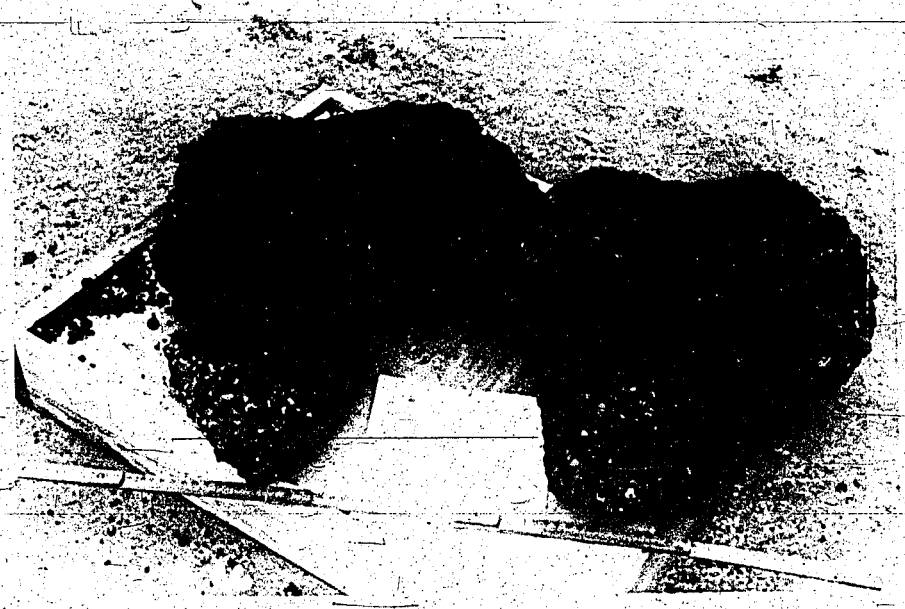
Auswertung:

Auch bei DHD-Öfen erweist sich der Einsatz von Rösten, die als Schwimmröste ausgebildet sein können, als zweckmässig, da diese ein besseres Abbrennen des Kontaktes im unteren Teil des Ofens gewährleisten. Ein solcher Rost muss den Gasstrom gleichmässig durchlassen. Zwei Schwimmröste neuer Konstruktion, die diese Forderung erfüllen, werden im Ofen IV der Kammer 22 demnächst eingesetzt werden. Zu prüfen ist, welchen Aktivitätsabfall der erstmalig hier eingesetzte, gepillte DHD-Kontakt nach 9 monatiger Betriebszeit (15. 7. 42 - 15.4.43) aufweist. Zu dem Zweck wurden 3 Proben aus dem oberen Teil, der Mitte und dem unteren Teil des Ofens über die Weisserde-Fabrik an die Hochdruckversuche Ludwigshafen zur Prüfung geschickt.

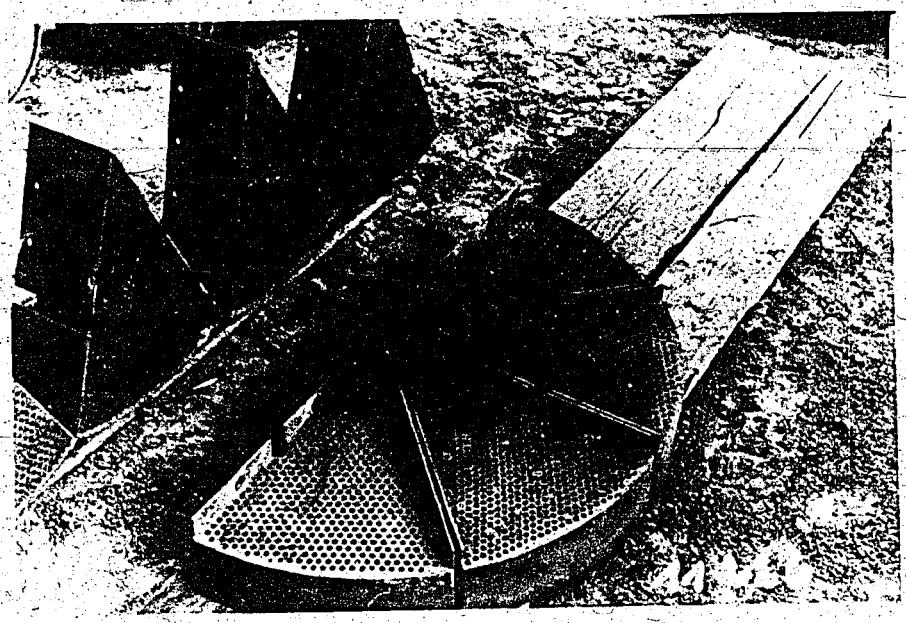
(Dr. Steffen)
HYDRIERWERKE PÖLITZ
AKTIENGESELLSCHAFT

Ø : W, Sch, Str.2x Lu.

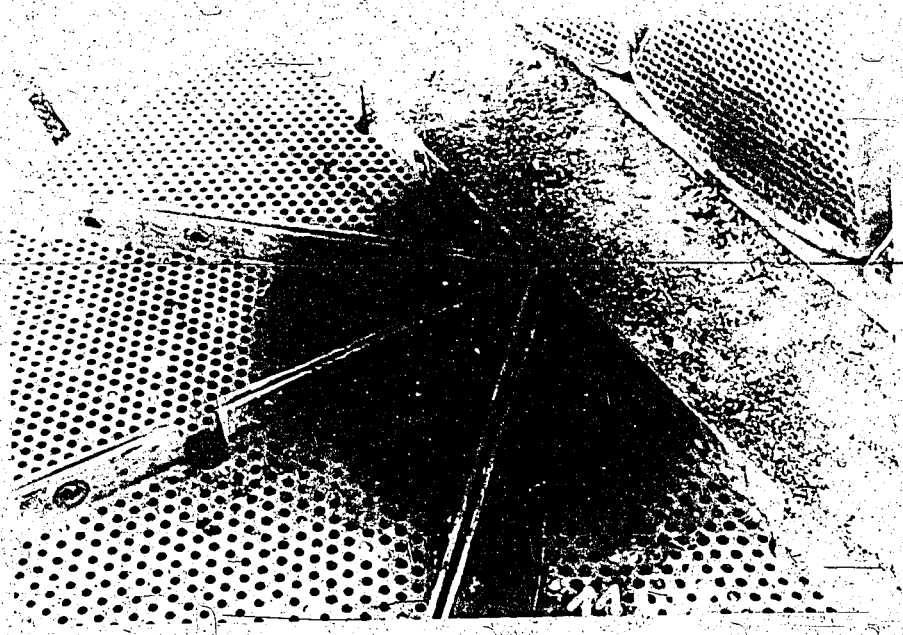




Gepillter Kontakt
aus Ofen II, Ka. 21
v. 14.4. 43
(Koksnest)

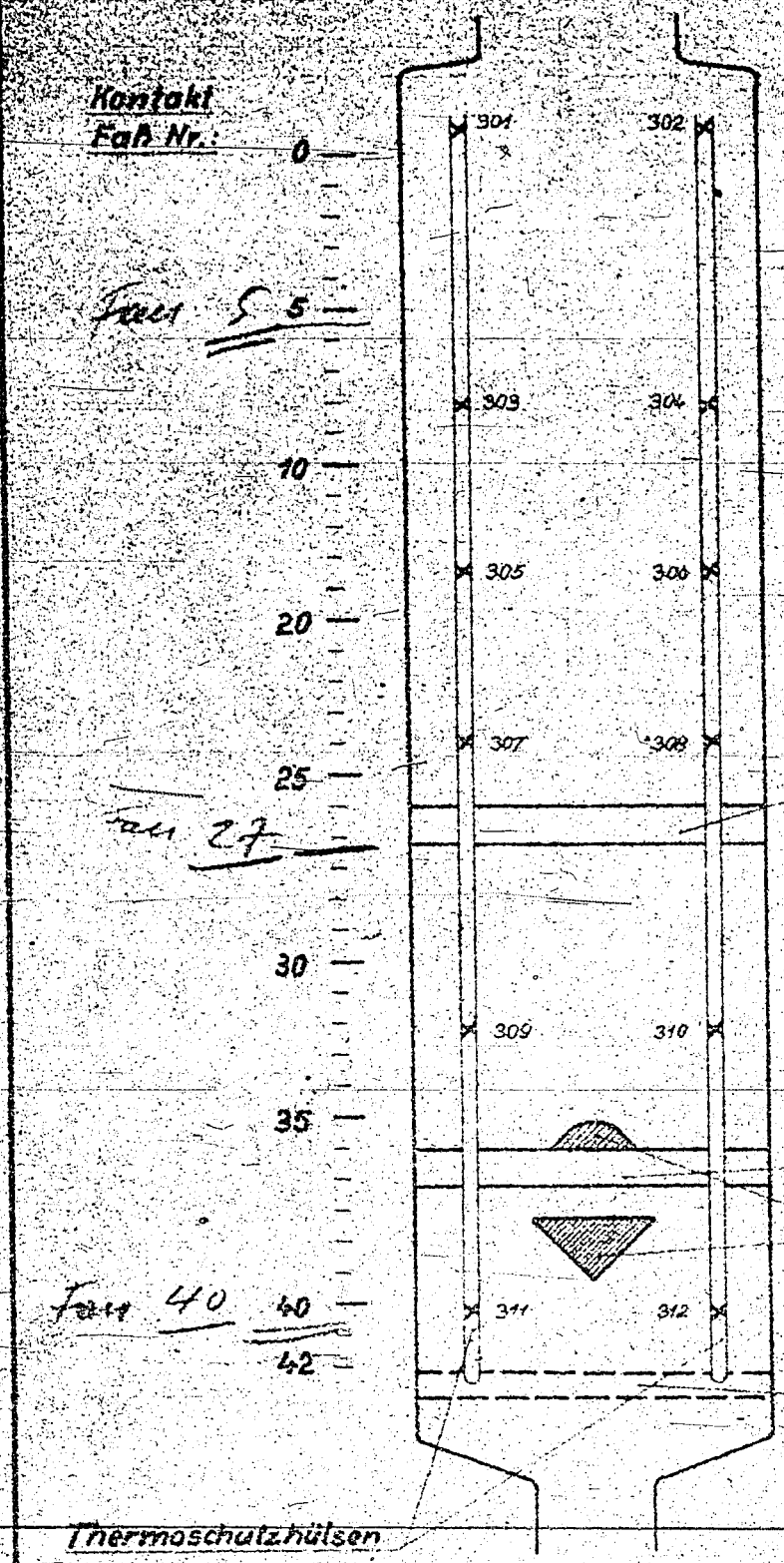


Schwimmrost II
aus Ofen II Ka. 21
v.14.4.43



Schwimmrost II
aus Ofen II Ka. 21
v. 14.4. 43

92380



Kontakt des Ofen's II der Kammer 21

ausgebaut am 14. 4. 43

1051

Hydrierwerke Pölitz A. G.
Stettin-Pölitz

Betrifft: Kammer 21 mit K 7360 (Stück) und Kammer 22 mit K 7360 (Stück)

Kammer 21 mit K 7360 (Stück) wurde zunächst durch eine Portion Ofen mit K 7360 L (Pillen) gefüllt. In der Kammer 21 befand sich exothermes Reaktion zu [illegible] wurde er auf Vorschlag von [illegible] in zweiter Stelle gesetzt. Durch die exotherme Reaktion [illegible] trat jedoch nach ca. 3 Minuten Gesamtbrand ein, besonders beim Laden von Benzin mit hohem Schwefelgehalt wurde dieser Ausgang [illegible] Ofen.

In Kammer 22 [illegible] Stabilisatoren im Ofen 4 bei K 7360 L (Pillen) voll, legt sich [illegible] die gesamte Kammer-Benzinmenge mit K 7360 L (Pillen) zu füllen. Da [illegible] (Stücke) der Ofen 1-3 und 5 bis 8 [illegible] besonders mit Rücksicht auf die abzugebende Kontakt[illegible] ein Ausfall des gesamten Kontaktes [illegible] vorgesehen, wir würden empfehlen, auf den K 7360 L (Pillen) in Ofen 4 zu verzichten und schlagen auf Grund der bisherigen [illegible] in Kammer 21 mit K 7360 L (Pillen) beim Betrieb der Kammer 22 mit Stabilisatoren Benzin vor, hierfür den K 7360 (Stücke) zu verwenden.

Zur Frage der Vorbehandlung bei Verwendung von Schwefelwasserstoff möchten wir bemerken, daß nach unseren Versuchen die Verwendung von Schwefelwasserstoff zur Gasverteilung nicht notwendig ist, doch kann [illegible] Verfahren bieten, zumal eine Kühlung nicht beabsichtigt ist. Für den Fall des Auftretens einer exothermen Reaktion in einer der Öfen auf das eine Verringerung der Ausbeute bei möglicher Koksbildung an der betroffenen Stelle zur Folge haben [illegible] Schwefelwasserstoff [illegible] zu prüfen, ob bei einer Verminderung des Eingangsdruckes (5036 anst. 5454, reduzierter Arbeitsdruck) eine Änderung des Arbeitsverfahrens [illegible] bietet.

Herren Dr. Simon
Dr. Stengruth

Hochdruckversuche Lu 558.

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier Kennelly

35

TB/E-Sg/DHD/ Lu/Op. 16.3.1943/Kl.

DHD-Kammer Wärmetönung 230 Kcal/1 kg.

Die nachstehende Tabelle zeigt, daß bei der negativen Wärmetönung 230 nur ein Durchsatz von etwa 15 t/h erreicht wird. Die genaue Ermittlung der Durchsatzmenge ist möglich, wenn die genaue Verteilung der Wärmetönung auf die einzelnen Öfen bekannt ist.

		Erdöl	Steinkohle
Durchsatz	t/h	10,5	15
Eingangsgas	m^3/h	16000	22500
Spez. Gewicht des Gas	kg/m^3	0,6	0,55
Druck im letzten Ofen	at	20	30
Gesamtdruckverlust der Kammer einschl. Wärmeaustauscher	at	23	25
Wärmetönung (neg.)	Cal/kg	140	230
Zahl der Haarnadeln		40-42	44

1053

Hochdruckversuche
Lu 558

Zurück an 36
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

15. April 1942 Mo/Mb

Dehydrierung von Vorhydrierungsbenzin aus rheinischer Braunkohle.

Zusammenfassung.

Benzin aus der 5058-Benzinierung von rheinischer Braunkohle (der Union Rheinischen Braunkohlen A.G. Faß) ließ sich im Kleinversuch nachdem DHD-Verfahren mit etwas besserer Ausbeute als Vorhydrierungsbenzin aus mitteldeutscher Braunkohle in ein Hochleistungsbenzin überführen. Verarbeitungsgang, Qualität und Ausbeute, auf Grund der Kleinversuche für großtechnische Anlagen geschätzt, zeigt folgendes Schema:

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

Vordestillation

125 kg Leichtbenzin

875 kg Schwerbenzin

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

689 kg Benzin

38 kg Schwerbenzinrückstand[1])

---

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

---

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

1054

2/7/42

Versuchsergebnisse.

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

Tabelle 1

Produkt	P 1508 -80°	P 1508 80-170°	P 1484 -90° stab.	P 1484 90-170°
% vom Gesamtbenzin	12,5	87,5	20 gesch.	80 gesch.
Spez.Gewicht/20°C	0,682	0,764	0,706	0,775
Anilinpunkt I	50	38,5	48	43
" II	55	50,5	55	54,5
Siedebeginn °C	37	85	44	88
% - 70	78	-	58	-
- 90	-	3	95	0,5
-100	-	22	-	6
-120	-	63	-	48
-150	-	85,5	-	86
-170	-	94	-	97
Endpunkt	88/96	180/96	107/97,5	173/98
Verlust	5	2,5	1,3	0,8
Zusammensetzung				
% Paraffine	46,5	29,0	45	41,0
% Naphthene	46,5	54,0	45	43,5
% Aromaten	6,5	14,5	8,5	14,5
% Ungesättigte	0,5	2,5	1,5	1,0
Jodzahl	-	-	-	2,1
Oktanzahl nach M.M	72,2	61	73,5	ca 56
bezogen auf 0% Butan und 0% Aromaten	70 (gesch.)	-	72,0 (gesch.)	-

leicht

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

Schwer

Das Schwerbenzin aus rheinischer Braunkohle wurde in einem 1 Ltr. Ofen bei Temperaturen von 492 und 510°C, H_2-Drucken von 10 und 20 atm (entsprechend technisch 40 bzw. 20 atm Gesamtdruck) und einem Durchsatz von 0,5 kg/Ltr. & Std. dehydriert. Die Dauer der Zyklen war 8 Std. Als Kontakt wurde eine technische Charge auf v. Fünersche Tonerde von guter Aktivität verwendet(K 7935F 135-175, Temperatur- und Ausbeute-Note ca 90[1]).

1) 10°C höhere Temperatur und 1 % schlechtere Ausbeute als K 7360 Ch6 bei gleichem Aromatengehalt.

Die Ergebnisse der Versuche sind in den Anlagen 1 und 2 enthalten. Auf Kurvenblatt 1 sind Ofentemperaturen, Ausbeuten an C_4-freiem Abstreifer, Jodzahlen und %-100°C im Abhängigkeit vom Aromatengehalt des Abstreifers aufgetragen. Hinsichtlich Ausbeute auf gleichen Aromatengehalt bezogen verhalten sich 20 und 10 atm H_2-Druck innerhalb der Versuchsfehler gleich. In den folgenden Tabelle sind bezogen auf einen Aromatengehalt von 65 % den bei 20 atm erhaltenen Ergebnisse Werte gegenübergestellt, die in früheren Kleinversuchen mit Vorhydrierungsschwerbenzin 90-170°C der Hydrierung Merseburg über K 7360 Che erhalten wurden (Zusammenstellung No. v.7.12.40 17221i[2]).

Tabelle 2.

Ausgangsmaterial	P 1508 80-170°C %-100: 32	P 1434 90-170°C[3] %-100: 0
Kontakt	K 7935F 135-175	K 7360 CH6
Druck atm Durchsatz kg/Ltr.&Std.	20 0,5	25 0,5
Temperatur °C	506	491
Ausbeute an C_4-freiem Abstreifer	88,5	89,5
umgeschätzt auf K 7935	88,5	88,5
Anfall % - 100° % Aromaten Jodzahl	 35 65 5	 18 65 -
Restbenzin % - 100° OZ M.M.	 ca 73 66	 - -

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

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

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

Aus der Restbenzinoktanzahl des DHD-Abstreifers und der Oktanzahl des zugehörigen Leichtbenzins errechnet sich eine Oktanzahl des gesamten DHD-Hochleistungskraftstoffes mit 50 Vol % Aromaten von etwa 67. Die Überladekurve dieses Kraftstoffes dürfte demnach etwa 3/4 atm über der $CV_2{}^B_{RLM}$-Kurve liegen.

gez. Nonnenmacher

Gemeinsam mit:

Dr. Donath
" Reitz
" Hirschberger
" Lajus
" Fürst

Anlage 1

Kontakt	Ausgangs-material		K 7935	Pi Fas 135 - 175	
Temperatur °C	P 1508	510	492	510	492
H_2-Druck atm	80-170°	20	20	10	10
Durchsatz kg/l+Std.	v.5.2.42	0,5	0,5	0,5	0,5
Gas:Öl cbm/kg Std.		1,0	1,0	1,0	1,0
Zyklusdauer		8	8	8	8
Zahl der Regen.		8	9	10	11
Ausbeute					
Gew. % Produkt C_4-frei		86,8	92,3	88,0	93,2
" H_2 gasch		0,4	0,4	0,6	0,6
" Gas C_1-C_4		12,6	7,2	11,1	6,0
Koks		(0,2)	(0,13)	(0,3)	(0,15)
%Gesamtanf./Einspr.		93,5	92,5	94,5	94
Anfall					
Spez.Gewicht	0,764	0,798	0,792	0,799	0,793
Anilinpunkt I	38,5	-30 ber.	3,5 ber	-4,8 ber	5,0 ber.
" II	50,5	-	-	-	-
Aromaten	14,5	66,5	61	67	58,0
Anilinpunkt - 100	-	19,7	23	19	24,5
" - 100	-	-19,5ber	-10,5 ber	-19,0ber	-4,0 ber
Jodz. (aus Cromz.)	-	4,9	5,7	7,2	8,5
Siedebeginn °C	85	53	58	47	63
% - 100	22	36	32	34	29,5
- 150	85,5	83	83	86	84,5
- 170/180	94/-	90/92	90/92	93/94,5	92,5/95
Endpunkt	180/96	205/96,5	215/95,5	215/98	215/99
Gasverlust		2,0	2,5	1,0	0
Ofen 308 II					
Datum		25.2.	26.2.	28.2.	1.3.

Anlage 2

Ofen 308 II Tag 25.2.42 12h-20h Produkt DHD-Abstreifer 20 atm Kont. K 7935

3x100 % SO_2 SO_2-Extraktion 1x100 % Propan Temperatur -73°

Restbenzin-Untersuchung

Produkt	Gesamtprodukt	Raffinat (Restbenzin)	Extrakt
Gewicht %		34,0	63,5 %
Spez.Gewicht	0,804/15	0,707/15	0,877/15
Anilinpunkt I	-5,7x	+54,6	-59,1x
" II	+59,2	+59,9	
Jodzahl A.P. -100	+17,8	-	
Doktortest A.P. > 100	-28,1x	-	
H_2SO_4 Test A.P. > 100	+52,2	-	
Cu-Streifen b,/		-	
ASTM. Kurve	43°	39°	Podbielniak-Dest.
- 40	-	-	
- 50	0,5 %	2,0 %	Benzol 14,4%
- 60	1,5 %	8,0 %	Zw.Frakt. 3,2%
- 70	5,0 %	19,5 %	Toluol 38,6%
- 80	11,0 %	38,0 %	Zw.Frakt. 2,2%
- 90	21,5 %	58,5 %	Xylol 23,0%
- 100	36,5 %	73,0 %	145-168° 10,8%
- 110	52,5 %	83,0 %	R°stand 6,6%
- 120	65,5 %	88,0 %	Verlust 1,2%
- 130	77,0 %	91,5 %	
- 140	84,0 %	94,0 %	
- 150	88,0 %	96,0 %	
- 160	91,5 %	-	
- 170	94,0 %	-	
- 180	95,0 %	-	
- 190	96,0 %	-	
- 200	97,0 %	-	
Endpunkt /%	207/97,8 %	154/97,0 %	
Rückstand	1,0 %	1,3 %	
Verlust	1,2 %	1,7 %	
Paraffine	19,0		
Naphthene	13,0		
Aromaten	66,0		
Ung. kW	2,0		
Aromaten > 100 Mot.	81,5	1,0	
OZ Mot.für 0% Aromaten		67,4	
		66	

1059

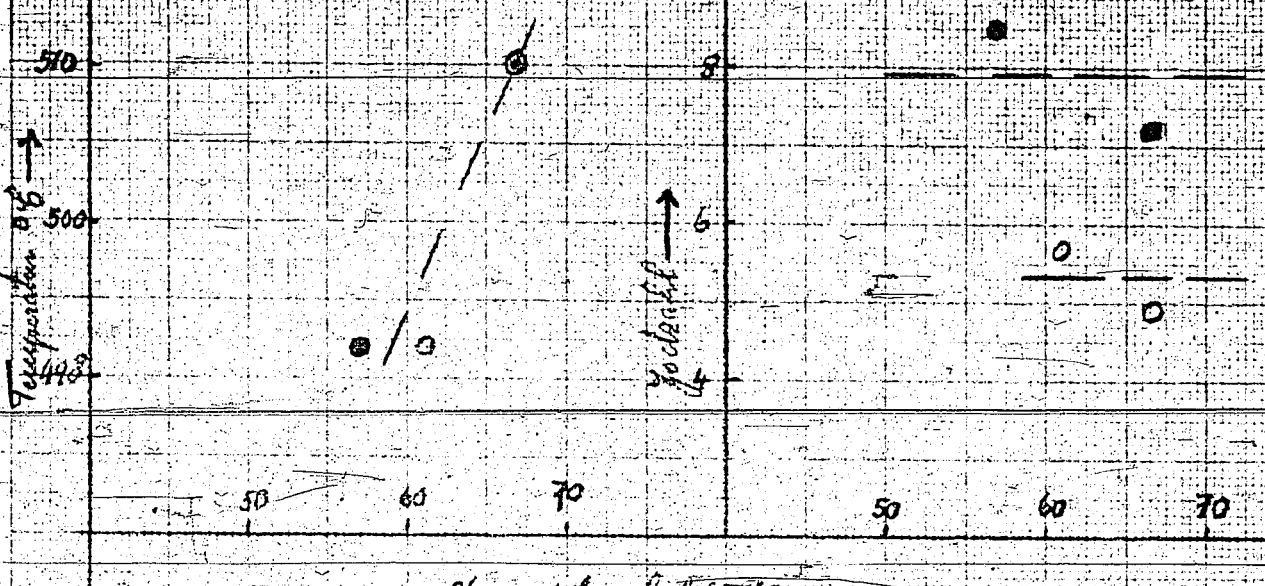
Versuch 1

Versuchsanordnung: Pk 508 80-170° C

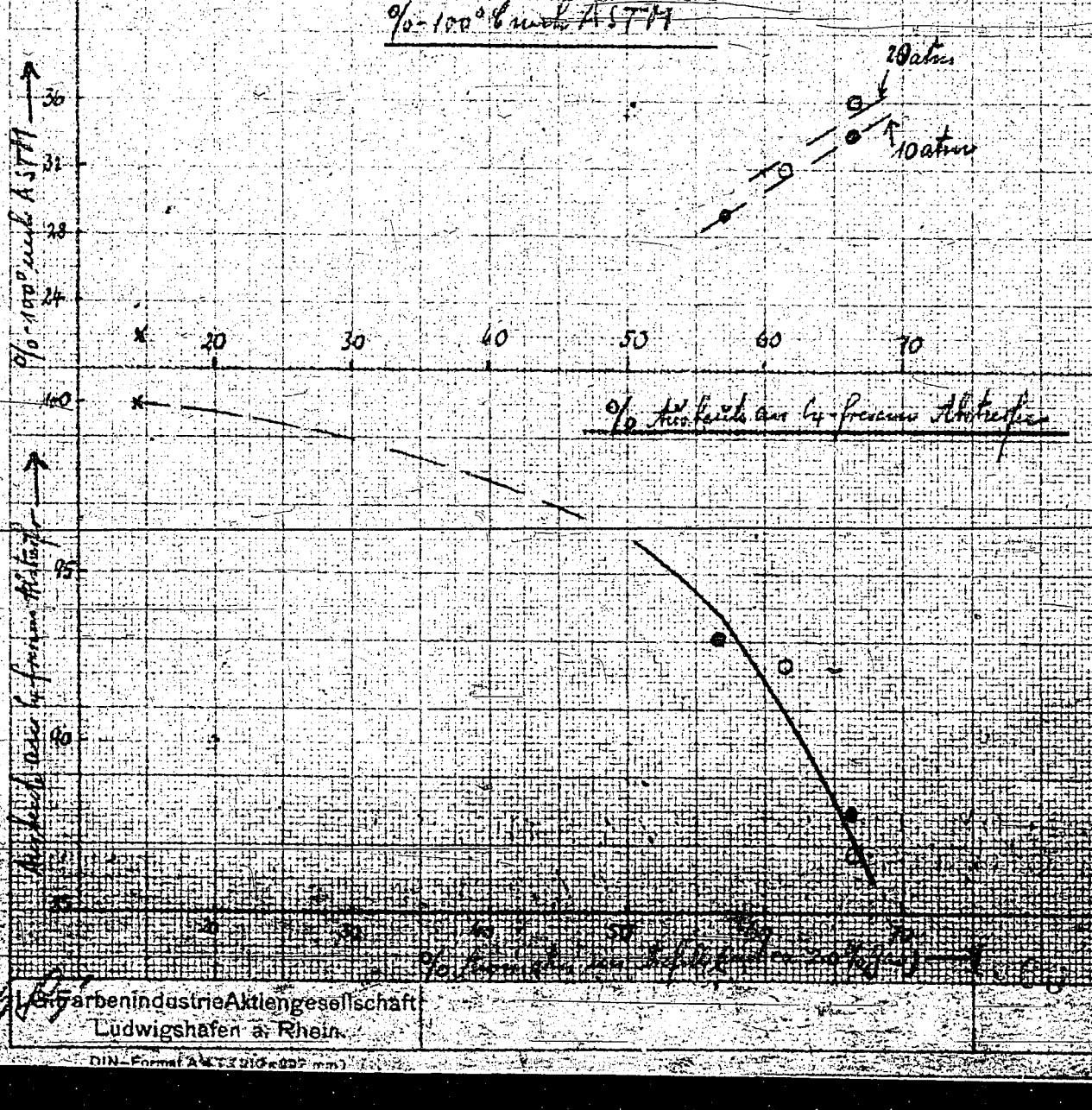
Kat 7935 Fp 135-175

Zeichen: ○ 20 atm | ● 10 atm

Temperatur — Isobaren (Mass 38)



% - 100° C nach ASTM



I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein

DIN-Format A4 (210 x 297 mm)

Hochdruckversuche
Lu 558.

8. April 1942. Ho/Le.

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

DHD-Versuche in 1 Ltr.-Öfen mit Kontakten hoher und mittlerer Aktivität.

Einfluss von Druck und Durchsatz auf Ausbeute, Spaltung und Jodzahl bei verschiedenen Ausgangsmaterialien.

Zusammenfassung.

In 1000 ccm-Öfen wurden systematische DHD-Versuche über den Einfluss von Druck und Durchsatz auf Ausbeute, Spaltung und Jodzahl mit verschieden aktiven Kontakten und verschiedenen Ausgangsmaterialien durchgeführt. In der folgenden Tabelle sind für ein Anfallprodukt mit 60 % und mit 70 % Aromaten die wichtigsten Zahlen aufgeführt, die mit einer sehr aktiven Kontaktcharge auf Tonerde 8500 (K 7935 aus Fass 1-11[1]) und einem Ausgangsmaterial mit Anilinpunkt 40 (6719/6434 aus Benzin > 90°C aus estnischem Schieferöl) bei homogener Temperatur erhalten wurden.

Tabelle I.

Ausgangsmaterial:	P 1317 > 90°, Anilinpunkt 40, Siedegrenzen 104°-205°							
H_2-Druck atm	25				10			
Durchsatz kg/L & Std.	0,5		0,2		0,5		0,2	
Zyklusdauer Std.	8		12		8		12	
Temperatur °C	486	510	471	489	ca. 486	ca. 510	460	479
% Ausbeute an C_4-freiem Produkt[2]	92,8	86,3	92,8	86,3	ca. 93,3	ca. 88,5	93,7	90,5
Anfall								
% Aromaten	60	70	60	70	60	70	60	70
% -100°	9,6	16,5	9,6	16,5	ca. 7	ca. 14	3	7,5
Jodzahl (aus Bromzahl berechnet)	4,2	6,0	4,2	4,4	"	"	"	7

Demnach ist bei 10 atm und Durchsatz 0,2 die Ausbeute an C_4-freiem Abstreifer besser und die Spaltung geringer als bei 25 atm. Diese Druckabhängigkeit steigt mit stärkerer Dehydrierung an. Ausserdem wird bei 10 atm und Durchsatz 0,2 im Vergleich zu 25 atm eine geringere Temperatur zur Erreichung eines bestimmten Aromatengehaltes im Anfall benötigt. Nachteile des geringeren Druckes sind die höhere Jodzahl und nach früheren Versuchen (bei den hier zusammengestellten Versuchen aber nicht näher untersucht) die stärkere Polymerisation (grösserer Redestillationsrückstand) und die höhere Koksmenge. Eine

1) K 7935 Versuch 1-5 u. K 7935 Ausbau Kammer 504 vom 8.2.41.

2) incl. der anfallenden Gew.% H_2, die nicht getrennt bestimmt wurden.

2/0162

Abhängigkeit vom Durchsatz ist bei 25 atm (abgesehen von der bei kleinerem Durchsatz tieferen Reaktionstemperatur und der etwas geringeren Jodzahl) nicht vorhanden, bei 10 atm ist bei Durchsatz 0,2 die Ausbeute besser, die Spaltung geringer und die Jodzahl kleiner als bei Durchsatz 0,5.

In der Tabelle nicht aufgenommen ist das Ergebnis einiger Versuche mit stark abfallender (Δ t ca. 50°C) und ansteigender (Δ t ca. 25°C) Temperatur; Die Ausbeuten an C_4-freiem Abstreifer, bezogen auf gleichen Aromatengehalt, waren bei diesen Versuchen um ein bis mehrere % schlechter als bei homogener Temperatur. Es sei erwähnt, dass hiermit nur schwer die Ergebnisse in Einklang zu bringen sind, die bei früheren Versuchen im 40 Ltr.Ofen erhalten wurden (Vgl. Bericht No vom 25.8.41): Bei adiabatischer Fahrweise mit ansteigenden Eingangstemperaturen der drei Dehydrieröfen wurden z.T. bessere Ausbeuten als bei homogener Fahrweise erhalten.

Die gleichen Gesetzmässigkeiten wie mit K 7935 (aus Fass 1-11) und P1317 > 90°C wurden im grossen und ganzen auch bei Versuchen mit anderen Ausgangsmaterialien (5058/6434-Benzin > 90° aus Steinkohlenmittelöl Scholven, rumänischem straight-run Benzin > 90°), sowie bei Versuchen mit einem Kontakt auf Oppauer Tonerde von mittlerer Aktivität (K 7360 Fass 883 -962) erhalten. (Vgl. Tabellen 4-6 im Text).

Ein endgültiges Urteil über die Vor- und Nachteile eines H_2-Partialdruckes von 10 atm und eines Durchsatzes von 0,2 kg/L & Std. gegenüber 25 atm und höherem Durchsatz kann erst gefällt werden, wenn die Ergebnisse von sehr eingehenden Versuchen im 40 Ltr.Ofen vorliegen.

Einen Überblick über den Anteil der Naphthendehydrierung und der Paraffinzyklisierung an der Aromatenneubildung und den Anteil der Naphthen- und Paraffinspaltung an der Gas- und Koksbildung gibt die folgende Tabelle, die auf Grund der Bilanzen und der nach den Anilinpunkten und Jodzahlen bestimmten Zusammensetzung von Ausgangsmaterial und Anfallprodukten berechnet wurde (Vgl. hierzu auch Kurvenblatt 1a-d).

Tabelle II.

Kont.: K 7935 (aus Fass 1-11), Ausgangsmat.: P1317>90°						
H_2-Druck atm	25			10		
Durchsatz kg/L & Std.	0,5			0,2		
P 1317 dehydriert auf % Aromaten im Anfallprodukt	40	60	80	40	60	80
in Gew.% des Ausgangsmaterials umgesetzte Naphthene	14	23,5	25	14	23,5	25
" Paraffine	7	20,5	40	7	20,5	40
von den umgesetzten N: Gew.% Arom. + Unges.	92	92	88	92	92	88
von den umgesetzten P.: Gew.% Arom. + Unges.	80	74	45	80	78	(62)
Die neugebildeten Aromaten im Anfallprodukt stammen aus Naphthenen (in %)	70	59	55	70	57	(47)
aus Paraffinen (in %)	30	41	45	30	43	(53)

Beschreibung der Versuche.

Die Versuche erstreckten sich über einen grösseren Zeitraum. Die einzelnen Versuchsreihen liegen zum Teil mehrere Monate auseinander und wurden in verschiedenen 1000 ccm-Öfen durchgeführt. In einem Falle wurde ein- und dieselbe Kontaktcharge zweimal eingebaut, um ein klares Bild über die Versuchsstreuungen zu bekommen. Im einzelnen wurden folgende Versuchsreihen durchgeführt:

(1) Ofen 303 II vom 17.6.41 - 4.7.41.
Kontakt K 7935 Versuch 1-5 (aus Fass 1-11)
Einspritzprodukte: 6719/6434-Benzin > 90° aus estnischem Schieferöl: P 1317 > 90° aus Tank IV (16 Versuchszyklen)
Rumänisches Benzin P 1472 > 90° Dest. v. 30.5.41 (2 Versuchszyklen)

(2) Ofen 303 I vom 5.10.41 - 21.10.41, 29.10. - 11.11.
Kontakt K 7935 Ausbau Kammer 504 vom 8.[illegible], Durchschnittsprobe aus Fass 5-11.
Einspritzprodukte: P 1317>90° aus Tank IV (7 Versuchszyklen)
P 1472>90° Dest. v. 16.8.41 (8 Versuchszyklen)
5058/6434-Benzin P 1400 90-180°C aus Steinkohlenmittelöl Scholven, Dest. v. 29.10.41 (9 Versuchszyklen)

(3) Ofen 303 II vom 10.1.42 - 3.2.42.
Kontakt: die gleiche Charge wie beim Einbau (2)
Einspritzprodukte: P 1317>90° aus Tank IV (12 Versuchszyklen)
P 1400 90-180° Dest. v. 4.1.42 (8 Versuchszyklen)

(4) Ofen 303 II vom 18.11. - 29.11.41
Kontakt: K 7360, Fass 883-962 techn.
Einspritzprodukte: P 1317>90° aus Tank IV. (8 Versuchszyklen)

Versuchsbedingungen:

Druck: 10, 20, 25 atü
Temperatur: 476, 492, 510, 527°C
Durchsatz: 0,2 und 0,5 kg/L & Std.
Gas/Öl: 1,0 cbm/kg
Zyklusdauer: 8 Std. (bei 0,5 kg/L & Std.), 12-16 Std. (bei 0,2 kg/L & Std.)

Um gute Rohbilanzen zu erhalten, erwies es sich als notwendig, vor und nach jedem Versuchslauf die Apparatur auf Dichtigkeit zu prüfen und das Anfallprodukt doppelt, d.h. sowohl den stündlichen Anfall als auch den Gesamtanfall wiegen zu lassen. Von jedem Versuch wurde die Gesamtvergasung durch eine Analyse des Ofen- und Produktgases sowie des im Anfallprodukt gelösten Gases bestimmt.

Über die Aktivität der verwendeten Kontakte wurde bereits in anderem Zusammenhange berichtet. In der Zusammenstellung vom 1.12.41 (Prüfung von DHD-Kontakten auf Oppauer Tonerde und Tonerde von Dr. v. Füner) wurden ihnen im Vergleich zu K 7360 Ch.6 im Mittel folgende Noten gegeben, wobei 10 Punkte Unterschied in der Bewertung bzw. eine Differenz von 10°C in der Temperatur, 1 % in der Ausbeute

-4-

und 2 - 4 % in den neugebildeten Anteilen -100°C bedeuten.

	Temperatur	Ausbeute	Spaltung
K 7360 Ch.6	100	100	100
K 7935 Versl-5	102	107	99
" " Ausbau Ka.504 v.8.9.41	98	94	84
K 7360 F.883-962	92	85	87

Danach besitzt K 7935, Versuch 1-5, eine ausgezeichnete, K 7935, Ausbau Kammer 504 vom 8.9.41 eine gute und K 7360 F.883-962 eine mässige Qualität. Hierzu ist jedoch zu bemerken, dass die beiden zuletzt genannten Kontakte eine etwas zu schlechte Note erhalten haben. Dies ist darauf zurückzuführen, dass in der Zeit vom 10.7.41 bis 19.3.42 im organischen Laboratorium der Aromatengehalt der angelieferten Proben um 1 bis 4 % zu niedrig bestimmt wurde, da an Stelle von Normalbenzin ein Waschbenzin als Mischkomponente verwendet wurde. Nach Korrektur dieses Fehlers ergibt sich, dass die Kontaktcharge des Ausbaues von Kammer 504 vom 8.9.41 praktisch genau so aktiv ist wie K 7935 (Vers. 1-5), während K 7360 Ch.883-962 eine mittlere Qualität besitzt.

Die verwendeten Einspritzprodukte hatten folgende Eigenschaften:

Tabelle 1.

Ausgangsmaterial	P 1317>90°TV.	P 1400 90-100°, Dest. v.29.10.41	P 1400 90-180°C, Dest. v.4.1.42	P 1472>90°C v.16.8.41.
Spez.Gewicht/20°	0,788	0,776	0,768	0,750
Anilinpunkt I	40	41	40	47,5
II	58	52	52	59,3
Siedebeginn °C	104	90	92	94
% -100°	-	4	5	4
-120°	9,0	38	46	50
-150°	49,0	72	80	88
-180°	80,0	-	-	-
Endpunkt	205/98,8	178/98	176/99	165/98,5
Zusammensetzung.				
% Paraffin	48,0	34,5	34,0	54,0
% Naphthene	30,0	52,0	51,0	30,0
% Aromaten	21,5	13,0	14,5	14,5
% Ungesättigte	0,5	0,5	0,5	1,5

Lediglich das 6719/6434-Benzin P 1317 90°C aus estnischem Schieferöl stand in ausreichender Menge zur Verfügung, um den Einfluss von Druck, Temperatur und Durchsatz genauer studieren zu können. Das Produkt hat den gleichen Anilinpunkt I, aber einen höheren Anilinpunkt II als das 5058/6434 Schwerbenzin P 1400 90-180° aus Steinkohle, ist also, bezogen auf gleiche Siedegrenzen, etwas schwerer zu dehydrieren als dieses; wegen der höheren Siedegrenzen aber lässt es sich (bis zu einem Aromatengehalt von ca.70%) mit etwas geringeren Verlusten verarbeiten als das verwendete Steinkohlenschwerbenzin Das rumänische Schwerbenzin P 1472 90°C ist erheblich wasserstoffreicher als die beiden anderen Einspritzprodukte; es ist vom gleichen Typus wie das Ausgangsmaterial der DHD-Anlage Lu.

Versuchsauswertung.

Die Versuche wurden in der üblichen Weise bilanziert. Die Koksreste wurden z.T. auf Grund der Ergebnisse im 40- und 100-Ltr.Ofen geschätzt, da die aus der CO_2-Menge des Regenerationsgases berechneten Werte sehr häufig durch Spuren von mitverbranntem Benzin zu hoch liegen. Die Genauigkeit der Rohbilanzen liess z.T. immer noch zu wünschen übrig. Es gelangten nur solche Versuche zur Auswertung, deren Rohbilanzen besser als 93 % waren. Bei den meisten Versuchen lagen sie über 96 %. Der Verlust wurde prozentual auf C_4-freien Abstreifer, Gas und Koks verteilt. Von den Anfallprodukten wurden ASTM-Kurve, Anilinpunkt, Anilinpunkt bis und über 100°C, Aromatengehalt und Bromzahl bezw. Jodzahl nach Hanus 1938 bestimmt. Wie schon erwähnt, liegen die in der Zeit vom 10.7.41 bis 19.2.42 ausgeführten Aromatenbestimmungen infolge einer Fehlbestimmung des Anilinpunktes I um 1 bis 4 % unter den richtigen Werten. Die Umrechnung erfolgte mit Hilfe einer im Labor von Dr.Hirschberger aufgestellten Korrekturkurve: Aromatengehalt (Anilinpunkt I bestimmt in Mischung mit Normalbenzin) als Ordinate, Aromatengehalt (Anilinpunkt I bestimmt in Mischung mit dem verwendeten Waschbenzin) als Abszisse. Eine weitere Korrektur der Aromatengehalte musste wegen der starken Schwankungen der im Anfallprodukt gelösten Gasmengen vorgenommen werden. Die Aromatengehalte wurden für jedes Ausgangsmaterial einheitlich auf den gleichen Gasverlust der ASTM-Destillation bezogen. Um einen Überblick über evtl. sonst noch vorhandene Fehler der Produktuntersuchungen zu gewinnen, wurde bei den mit P 1317>90° durchgeführten Versuchen der Aromatengehalt in Abhängigkeit vom spez. Gewicht und bezogen auf gleiche %-100°C (nach ASTM) aufgetragen. Für die Umrechnung auf gleiche %-100°C wurde ein spezifisches Gewicht von 0,670 für die leichten Anteile zugrundegelegt. Die meisten Versuchswerte gruppieren sich mit einer Abweichung vom ± 0,004 im spez. Gewicht um eine Gerade, die auf 100 % Aromaten extrapoliert ein spez.Gewicht von 0,870 ergibt. Bei den herausfallenden Bestimmungen konnte fast in allen Fällen der Grund für die Abweichung gefunden werden. Bei einigen war der Anilinpunkt II zu niedrig bestimmt, da die für die Aromatenherausnahme benutzte Schwefelsäure nicht genügend konzentriert war, bei anderen handelte es sich um eine fehlerhafte Bestimmung des spez.Gewichtes oder der ASTM-Kurve.

Versuchsergebnisse.

Die gesamten Versuchsergebnisse liegen in Form von Tabellen vor. Diese wurden aber wegen ihres Umfanges in die Zusammenstellung nicht aufgenommen, sondern nur Kurvenblätter, auf denen die wichtigsten Versuchsergebnisse graphisch aufgetragen sind. Auf den Kurvenblättern 1, 2, 5 sind jeweils für die verschiedenen Einspritzprodukte und Kontakte und für die verschiedenen Versuchsbedingungen die Ofentemperatur, die Ausbeute an C_4-freiem Abstreifer[1], die %-100°C nach ASTM und die Jodzahl[2] in Abhängigkeit vom Aromatengehalt dargestellt. Einen genaueren Einblick in den Reaktionsverlauf

---

1) incl. der anfallenden Gew.% Wasserstoff, die nicht besonders bestimmt werden.

2) Bei den ersten Versuchsserien nach der Bromzahl berechnet, bei den späteren nach Hanus 1938 bestimmt.

(Ringbildung und Ringspaltung) bei dem mit P 1317>90° als Einspritzprodukt durchgeführten Versuchen geben die Kurvenblätter 1a-d. Als Abszisse wurde bei sämtlichen Kurven der Aromatengehalt des Anfallproduktes (mit ca. 2,5 % Gas) gewählt. Als Ordinaten wurden in Gewichtsprozent vom Ausgangsmaterial in den Kurvenblättern 1 a - b_1) die Gas- und Koksbildung incl. H_2, die Paraffine[4]) und Naphthene bezw. ihre Abnahme, die Aromaten und Ungesättigten bezw. ihre Zunahme, in den Kurvenblättern 1 c-d die zugehörigen Differentialkurven[2]) aufgetragen. Die Aufteilung der Abnahme der Naphthene an jeder Stelle der Reaktion in Gas- und Koksbildung einerseits und Aromaten- + Ungesättigtenbildung andererseits wurde in folgender Weise vorgenommen (Vgl. Kurvenblatt 1e): Gebiet III Übergang von 5-Ring Naphthenen in Gas + Koks (incl. H_2); Annahme, dass bei 60 % Aromaten im Reaktionsprodukt praktisch noch keine Spaltung von 5-Ring-Naphthenen stattfindet. Bei 60 % Aromaten im Reaktionsprodukt müssen, da keine Aromatenneubildung mehr stattfindet (s. Kurvenblatt 1d) sämtliche verschwindenden Naphthene 5-Ringe-Naphthene sein[3]). Gebiet II: Übergang von 6-Ring Naphthenen in Gas + Koks. Annahme auf Grund von Versuchen mit reinem Zyklohexan, dass die KW-Vergasung von 6-Ring Naphthenen im untersuchten Temperatur-Druckbereich 2 % bezogen auf gebildete Aromaten beträgt.[4]) Gebiet I: Übergang von 6-Ring-Naphthenen in Aromaten + Ungesättigte. Da die Summe von verschwindenden Naphthenen und Paraffinen an jeder Stelle der Reaktion gleich der gebildeten Menge an Gas + Koks und an Aromaten + Ungesättigten ist, ergibt sich die Aufteilung der Abnahme der Paraffine in Gas + Koksbildung und Aromaten + Ungesättigtenbildung ohne weitere Annahme.

I. Ergebnisse mit Kontakt 7935 (Vers. 1-5) und Kontakt 7935 6Anaban Kommar 504 vom 8.9.41) mit 67?9/64?4-Benzin>90° als Ausgangsmaterial.

1) Abhängigkeit vom Druck.

Bei einem Durchsatz von 0,5 kg/L & Std. ist nur eine geringe, bei einem Durchsatz von 0,2 kg/L & Std. dagegen eine deutliche Druckabhängigkeit vorhanden.

Bei Durchsatz 0,5 wird zur Erreichung eines bestimmten Aromatengehaltes bei 10 und 25 atm praktisch die gleiche Temperatur benötigt: die Ausbeute an C_4-freiem Abstreifer ist bei schwächerer Dehydrierung bei beiden Drucken gleich, bei Dehydrierung auf 65 bis 70 % Aromaten dürfte sie beidem niedrigeren Druck um etwa 1 % günstiger sein; die Spaltung zu Anteilen unter 100°C ist bei 10 atm nur etwa 2-3 % geringer als bei 25 atm.

Bei Durchsatz 0,2 liegt die Reaktionstemperatur bei gleichem Aromatengehalt im Anfallprodukt bei 10 atm um etwa 10°C niedriger als bei 25 atm; die Ausbeute ist im Gebiet von 65 bis 75 % Aromaten im Mittel um etwa 4 % besser und die Spaltung zu Anteilen unter 100°C um etwa 7-10 % geringer. Ein Vorteil des höheren Druckes

---

1) Berechnet nach den Anilinpunkten I und II. Es wurde angenommen, dass diese Methode auch bei Verbindungen, die aus Ringen mit paraffinischen Seitenketten bestehen, annähernd den richtigen %-Gehalt der naphthenischen und der paraffinischen Bestandteile ergibt.

2) Ordinaten bezogen auf eine Zunahme von 10 % Aromaten.

3) Sind die gemachten Annahmen richtig, so müssten von den 30 % Naphthenen im Ausgangsmaterial ca. 4,5 % (ca. 1/7) 5-Ring Naphthene sein.

4) Aus 100 Gew.Teilen 6 Ringnaphthenen entstehen also 92 Gew.Teile Aromaten, 6 Gew.Teile H_2 und 2 Gew.Teile C_1-C_4.

-?-

besteht in der etwas niedrigeren Jodzahl (3 Punkte).

2) Abhängigkeit vom Durchsatz.

Die Abhängigkeit vom Durchsatz ist bei 25 atm geringer als bei 10 atm.

Bei einem Druck von 25 atm liegt die zur Erreichung von 65 bis 75 % Aromaten benötigte Reaktionstemperatur bei einem Durchsatz von 0,2 kg/L & Std. um 18 bezw. 20°C niedriger als bei einem Durchsatz von 0,5 kg/L & Std.; die Ausbeute an C_4-freiem Abstreifer sowie die Spaltung zu Anteilen unter 100°C und die Jodzahlen sind bei beiden Durchsätzen praktisch gleich.

Bei einem Druck von 10 atm ist bezogen auf einen Aromatengehalt von 70 % im Anfallprodukt bei Durchsatz 0,2 im Vergleich zu 0,5 die Reaktionstemperatur um ca. 30°C tiefer, die Ausbeute um ca. 3 % besser und die Spaltung zu Anteilen unter 100°C um ca. 6 % geringer.

3) Abhängigkeit von der Temperaturlage im Ofen (homogen, abfallend, ansteigend).

Über diese Frage liegen in diesen Versuchsreihen nur wenige Versuche vor. Bei 25 atm Druck und 0,5 kg/L & Std. Durchsatz ist die Ausbeute an C_4-freiem Abstreifer sowohl bei (um ca. 50°C) abfallender als auch bei (um ca. 25°C) ansteigender Temperatur um mehrere Prozent[1]) ungünstiger als bei homogener Temperatur.

4) Anteil der Naphthendehydrierung und der Paraffinsyklisierung an der Aromatenneubildung und Anteil der Naphthen- und Paraffinspaltung an der Gas- + Koksbildung.

In der folgenden Tabelle ist mit Hilfe der Kurven des Kurvenblattes 1b für 25 atm und Durchsatz 0,5 und 10 atm und Durchsatz 0,2 aufgeführt, wieviel Naphthene und wieviel Paraffine in Aromaten (+ Ungesättigte) und wieviel in Gas + Koks übergehen, wenn auf einen Aromatengehalt von 40, 60 und 80 % im Abstreifer dehydriert wird.

---

1) bei 60 % Aromaten im Anfallprodukt ca. 1 %, bei 75 % ca. 4,5 % Ausbeuteminderung.

-8-

Tabelle 2.

Druck atm	25			10		
Durchsatz kg/L & Std.	0,5			0,2		
P 1517 >90° dehydriert auf ...% Aromaten im Abstreifer	40	60	80	40	60	80
in Gew.% des Ausgangsmaterials: umgesetzte Naphthene	14	23,5	25	14	23,5	25
" Paraffine	7	20,5	40	7	20,5	40
Naphthene → Aromaten + Unges.	13	21,5	22	13	21,5	22
" → Gas[1] + Koks	1	2	3	1	2	3
Paraffine → Aromaten + Unges.	5,6	15,0	18	5,6	16,0	(25)
" → Gas[1] + Koks	1,4	5,5	22	1,4	4,5	(15)
von den umgesetzten N: Gew.% Aromaten + Unges.	92	92	88	92	92	88
von den umgesetzten N: Gew.% Gas[1] + Koks	8	8	12	8	8	12
von den umgesetzten Paraff: Gew.% Aromaten + Unges.	80	74	45	80	78	(62)
von den umgesetzten Paraff: Gew.% Gas[1] + Koks	20	26	55	20	22	(38)
Die neugebildeten Aromaten im Anfallprodukt stammen aus Naphthenen (in %)	70	59	55	70	57	(47)
aus Paraffinen (in %)	30	41	45	30	43	(53)

Man entnimmt der Tabelle, dass mit schärferer Dehydrierung das Verhältnis von zyklisierten zu vergasten Paraffinen abfällt und zwar bei 25 atm stärker als bei 10 atm.

Noch deutlicher kommt dieses Verhältnis in Tabelle 3 zum Ausdruck, in der mit Hilfe des Kurvenblattes 1 d die Paraffinzyklisierung und -vergasung und die Naphthenzyklisierung und -vergasung für die Dehydrierung von 40 auf 41 %, 60 auf 61 % und 80 auf 81 % Aromaten berechnet ist.

---

1) Gas incl. H_2

Tabelle 3

Druck atm	25			10		
Durchsatz kg/L & Std.	0,5			0,2		
Reaktionsprodukt aus P 1317 >90° dehydriert von ... auf ...	von 40% Arom. auf 41% Arom.	von 60% Arom. auf 61% Arom.	von 80% Arom. auf 81% Arom.	von 40% Arom. auf 41% Arom.	von 60% Arom. auf 61% Arom.	von 80% Arom. auf 81% Arom.
in Gew.% vom Ausgangsmat.						
P 1317 >90° x 10						
ungesätt. Naphthene	5	8,7	1,3	6	2,7	1,3
" Paraffine	5,0	8,4	11,2	5,0	8,4	11,2
N. → Arom. + Unges.	5,5	2,4	0	5,5	2,4	-
→ Gas 1) + Koks	0,5	0,3	1,3	0,5	0,3	-
Paraffin → Arom. + Unges.	4,0	3,8	0	4,2	5,7	-
" → Gas 1) + Koks	1,0	4,6	11,2	0,8	2,7	-
% der unges. N. → Arom. + Unges.	92	89	0	92	89	-
" " " " → Gas 1) + Koks	8	11	100	8	11	-
% der unges. P. → Arom. + Unges.	80	45	0	84	68	-
" " " → Gas 1) + Koks	20	55	100	16	32	-
die Aromatenneubildung stammt						
aus Naphthenen (in %)	58	39	2)	57	30	-
" Paraffinen (in %)	42	61	-	43	70	-

II. Versuche mit Kontakt 7935 (Aachen Kamen 504 x 4,5 mm) mit 50/55/45-Benzin 90-180°C aus Schelwen.

Tabelle 4 enthält mit Hilfe der Kurven der Kurvenblätter 2 und 3 für die verschiedenen Versuchsbedingungen extrapolierte Werte bezogen auf ein Anfallprodukt mit 70% Aromaten. Die infolge zu spärlicher Versuchsunterlagen unsicheren Werte wurden mit einem Fragezeichen versehen.

Tabelle 4

Ausgangsmaterial	P 1400 90-180°C aus Destillation v. 28.10.41 Destillation v. 4.1.42				
Druck atm	25		25	10	
Durchsatz kg/L & Std.	0,5	0,2	0,2	0,5	0,2
Zyklusdauer	8	16	12	8	12
Temperatur °C	518	502	483	520?	483
% Ausbeute an C_4^- freiem Produkt	81,6	81,6	87	87?	91
Anfall					
% Aromaten	70	70	70	70	
% -100°C	30	50?	-	-	

1) Gas incl. H_2

2) Keine Aromatenneubildung; die Abnahme des Aromatengehaltes ist durch Verdünnung von Paraffinen und Naphthenen bedingt.

Tabelle 3

Druck atm	25			10		
Durchsatz kg/L & Std.	0,5			0,2		
Reaktionsprodukt aus P 1317>90° dehydriert von ... auf ...	von 40% Arom. auf 41% Arom.	von 60% Arom. auf 61% Arom.	von 80% Arom. auf 81% Arom.	von 40% Arom. auf 41% Arom.	von 60% Arom. auf 61% Arom.	von 80% Arom. auf 81% Arom.
in Gew.% vom Ausgangsmat. P 1317>90° x 10						
ungesätt. Naphthene	6	3,7	1,3	6	2,7	1,3
" Paraffine	5,0	8,4	11,2	5,0	8,4	11,2
N. → Arom. + Unges.	5,5	2,4	0	5,5	2,4	-
→ Gas[1]) + Koks	0,5	0,5	1,3	0,5	0,3	-
Paraffin → Arom. + Unges.	4,0	3,8	0	4,2	5,7	-
" → Gas[1]) + Koks	1,0	4,6	11,2	0,8	2,7	-
% der unges. N. → Arom. + Unges.	92	83	0	92	89	-
" " " → Gas[1]) + Koks	8	11	100	8	11	-
% der unges. P. → Arom. + Unges.	80	45	0	64	68	-
" " → Gas[1]) + Koks	20	55	100	16	32	-
die Aromatenneubildung stammt						
aus Naphthenen (in %)	58	39	-[2])	57	30	-
" Paraffinen (in %)	42	61	-	43	70	-

II. Versuchsreihe mit Kontakt 7935 (Ausbau Kammer 504 v. 3.9.41) mit 5058/6434-Benzin 90-180°C aus Schelven.

Tabelle 4 enthält mit Hilfe der Kurven der Kurvenblätter 2 und 3 für die verschiedenen Versuchsbedingungen extrapolierte Werte bezogen auf ein Anfallprodukt mit 70% Aromaten. Die infolge zu spärlicher Versuchsunterlagen unsicheren Werte wurden mit einem Fragezeichen versehen.

Tabelle 4

Ausgangsmaterial	P 1400 90-180°C aus Destillation v. 29.10.41		Destillation v. 4.1.42		
Druck atm	25		25	10	
Durchsatz kg/L & Std.	0,5	0,2	0,2	0,5	0,2
Zyklendauer	8	16	12	8	12
Temperatur °C	518	502	483	5207	483
% Ausbeute an C_4^- freiem Produkt	81,2	81,6	87	877	91
Anfall					
% Aromaten	70	70	70	70	70
% -100°C	30	30?	-	-	-

1) Gas incl. H_2
2) Keine Aromatenneubildung; die Zunahme der Aromatenkonzentration ist lediglich durch Vergasung von Paraffinen und Naphthenen bedingt.

Auffällig ist zunächst der bei 25 atm Druck und 0,2 kg/L & Std. Durchsatz gefundene grosse Unterschied in der Temperatur und der Ausbeute zwischen den bei-den verwendeten Chargen P 1400 90-180°C. Dieser Unterschied findet nur zum Teil seine Erklärung darin, dass der Anilinpunkt der zweiten Charge etwas tiefer ist und die Zyklus-länge bei der ersten Charge 16, bei der zweiten 12 Std. betrug.

Über die Abhängigkeit vom Druck ist folgendes zu sagen: Bei Durchsatz 0,5 kg/L & Std. liegen abgesehen von zwei Versuchen mit ansteigender Temperatur, bei denen der tiefere Druck eine um fast 4 % bessere Ausbeute als der höhere lieferte (vgl. Kurvenblatt 3), keine Versuchsunterlagen vor. Bei Durchsatz 0,2 kg/L & Std. ist die Ausbeute bei 10 atm um ca. 4 % besser als bei 25 atm (Vgl. 4 und 6)

Eine Abhängigkeit vom Durchsatz ist nach den Spalten 2 und 3 der Tabelle bei 25 atm Druck nicht vorhanden; bei 10 atm dagegen ist die Ausbeute bei Durchsatz 0,2 um ca. 4 % besser als bei Durchsatz 0,6 (Spalten 4 und 5 der Tabelle).

Im grossen und ganzen gelten also für das Gasphasenschwerbenzin aus Steinkohle die gleichen Gesetzmässigkeiten wie sie bei dem Gasphasebenzin aus estnischem Schieferöl gefunden wurden.

III. Versuch mit Kontakt 7935 (Ausbau Kammer 504 vom 8.9.41) mit Straight-run-Benzin 90° aus Ruhr-Kohle.

Tabelle 5 gibt einen Überblick über die unter den verschiedenen Bedingungen erhaltenen Ergebnisse, extrapoliert aus den Kurven des Kurvenblattes 4 auf ein Anfallprodukt mit 65 % Aromaten.

Tabelle 5.

Ausgangsmaterial	P 1472, 90°C			
Druck atm	25		10	
Durchsatz kg/L & Std.	0,5	0,2	0,5	0,2
Zyklusdauer	8	16	8	12
Temperatur °C	515	494	510	485
% Ausbeute an C_4-freiem Produkt	80,6	-	82,4?[1]	82,4
Anfall				
% Aromaten	65	65	65	65
% -100°C	33	33	25	25

Demnach erhält man bei 10 atm Druck und 0,2 kg/L & Std. Durchsatz eine um ca. 2 % bessere Ausbeute als bei 25 atm Druck und 0,5 kg/L & Std. Durchsatz. Für eine genaue Bestimmung der Ausbeute bei 25 atm und 0,2 Durchsatz und 10 atm und 0,5 Durchsatz sind die Versuchsunterlagen zu spärlich.

1) aus zwei stark streuenden Versuchswerten.

-11-

IV. Versuche mit Kontakt 7360 Pass 883-962 und 6719/6434 Benzin >90° aus estnischem Schieferöl.

Die unter den verschiedenen Bedingungen erhaltenen Ergebnisse sind in der Tabelle 6, bezogen auf ein Anfallprodukt mit 70% Aromaten, einander gegenübergestellt (nach Kurvenblatt 5). Zum Vergleich sind die Ergebnisse beigefügt, die mit K 7935 (Ausbau vom 8.9.41) mit dem gleichen Ausgangsmaterial bei 25 atm und 0,5 kg/L & Std. Durchsatz und 10 atm und 0,2 kg/L & Std. Durchsatz erhalten wurden.

Tabelle 6.

Kontakt	K 7360 F. 883-962			Zum Vergleich Kat. 7935 Ausbau Kammer 504	
Ausgangsmaterial	6719/6434 Benzin >90° aus estnischem Schieferöl				
Druck atm	25		10	25	10
Durchsatz kg/L & Std.	0,5	0,2	0,2	0,5	0,2
Zyklusdauer	8	12	12	8	12
Temperatur °C	(526)	500	498	510	479
% Ausbeute an C_4^- freiem Produkt	81	81	85	86,3	90,5
Anfall					
% Aromaten	70	70	70	70	70
% -100°C	22	22	14	16,5	7,5

Es besteht also bei dem technischen Kontakt mittlerer Aktivität soweit geprüft die gleiche Abhängigkeit von Druck und Durchsatz wie bei einem Kontakt hoher Aktivität.

gez. Nonnenmacher

Gemeinsam mit

Dr. Donath
Dr. Reitz
Dr. Fürst.

Kurvenblatt 1

Ausgangsmaterial: 6419/6434 – Bi > 90° aus estn. Schieferöl; K 7935 Fakt. (5-11) Atmosphären Nr. 5014 { Einbau 303 I v. 5.10.41 (6) / Einbau 303 II v. 10.1.42 (6) und Kat. 7935 I.P. aus Kat. II / 17.6.42

Zeichen: homogene Temp. 0.5 kg/l × Std. 25 atm — Kat I ○ Kat II ○ — abfallende Temperatur: glatte Zeichen mit Thermometer
" 10 atm — □ □ — (50°/6)
0.2 kg/l × Std. 25 atm — ◐ ◐ — ansteigende Temperatur: " mit Hand gezeichnet
" 10 atm — ■ ■ — (25°/6)

Temperatur – Aromaten – Relation

Temperatur °C

Durch 0.5 kg/l × Std. → Druck 10–25 atm ○ ○

Durch 0.2 kg/l × Std. 25 atm

Durch 0.2 10 atm

Ausbeute an 6er flüssiger Abstreifer

% Aromaten im Ausfallprodukt (rund ca 2.5% Gas)

Ausbeute – Aromaten – Relation

10 atm Durch 0.2 kg/l × Std.

25 atm Durch 0.2–0.5 kg/l × Std.

% – 100° in Vorlauf (in Benzol löslich)

Vorlauf (in Benz.)

% – 100 °C nach ASTM

25 atm

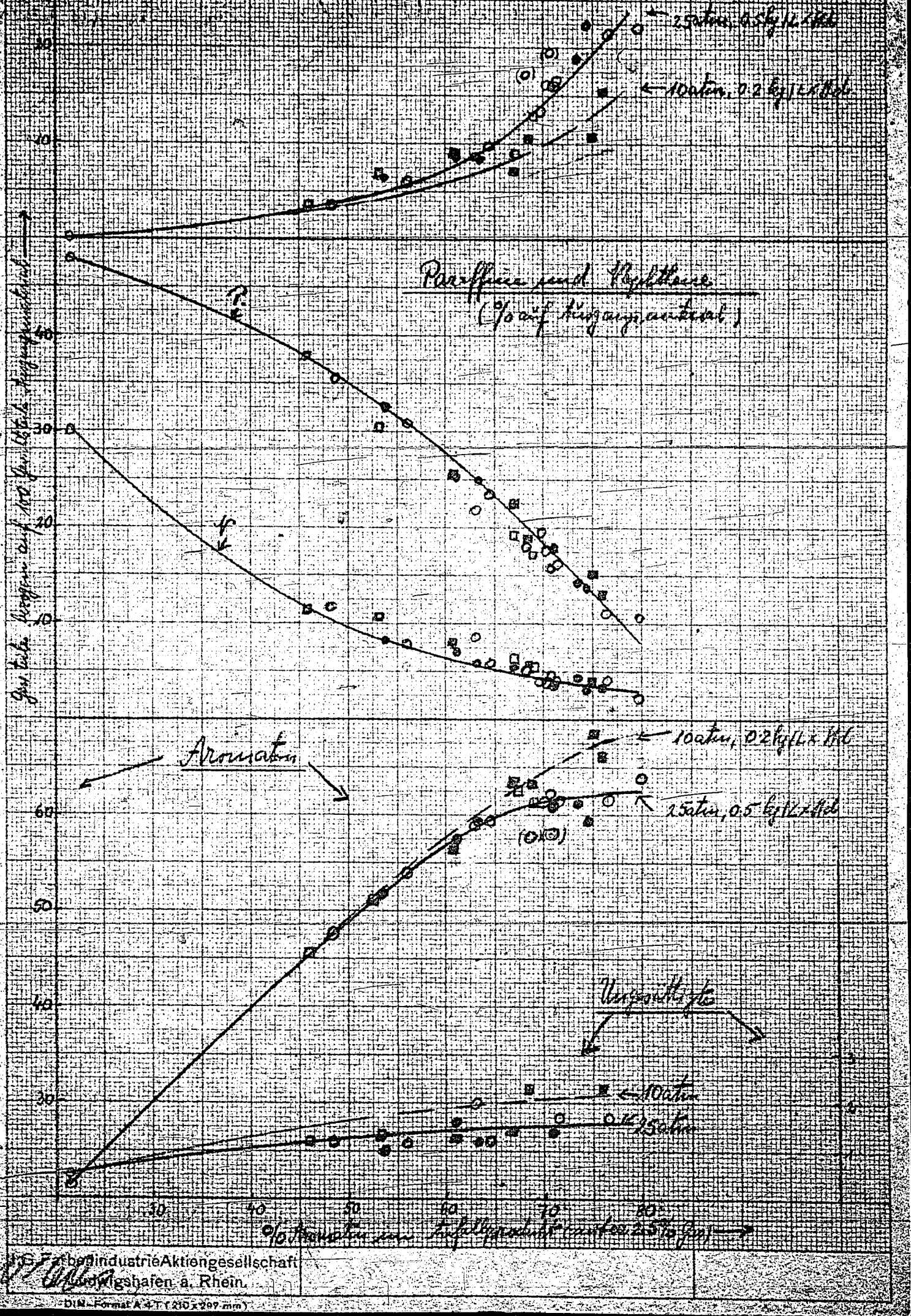
10 atm 0.2 kg/l × Std.

% Aromaten im Ausfallprodukt (rund ca 2.5% Gas)

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

Verwendung von Ruhrgas

Gas (H_2, C_nH_m) in Kohle (% auf Ausgangskohle)



I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein.

DIN-Format A 4 T (210 x 297 mm)

Zu Patentblatt 1.E.

Gas + Kohle (Kreislaufgas + Frischgas)

10 atm, 0,5 kg/cm²

10 atm, 0,2 kg/cm²

10 atm 0,2 kg/cm²

25 atm, 0,5 kg/cm²

Zusammensetzung des Kondensationsproduktes
(in % des flüssigen Kondensats)

Gehalt (Gewichtsteile) auf 100 Gewichtsteile flüssiges Kondensat

Abnahme des Paraffins
(in % des flüssigen Kondensats)

Gas + Kohle-Erhitzung

Abnahme Erhitzung

Oberhalb von A:
Paraffine → Gas + Kohle
Unterhalb von A:
Paraffine → Asphaltene
(Temperatur A: Kurve
10 atm, 0,5 kg/cm²
gestrichelt A: Kurve
10 atm 0,2 kg/cm²)

A

Kurven
Oberhalb von A:
Paraffine → Gas + Kohle
Unterhalb von A:
Paraffine → Asphaltene

Abnahme Erhitzung

Abnahme des Paraffins
(in % des flüssigen Kondensats)

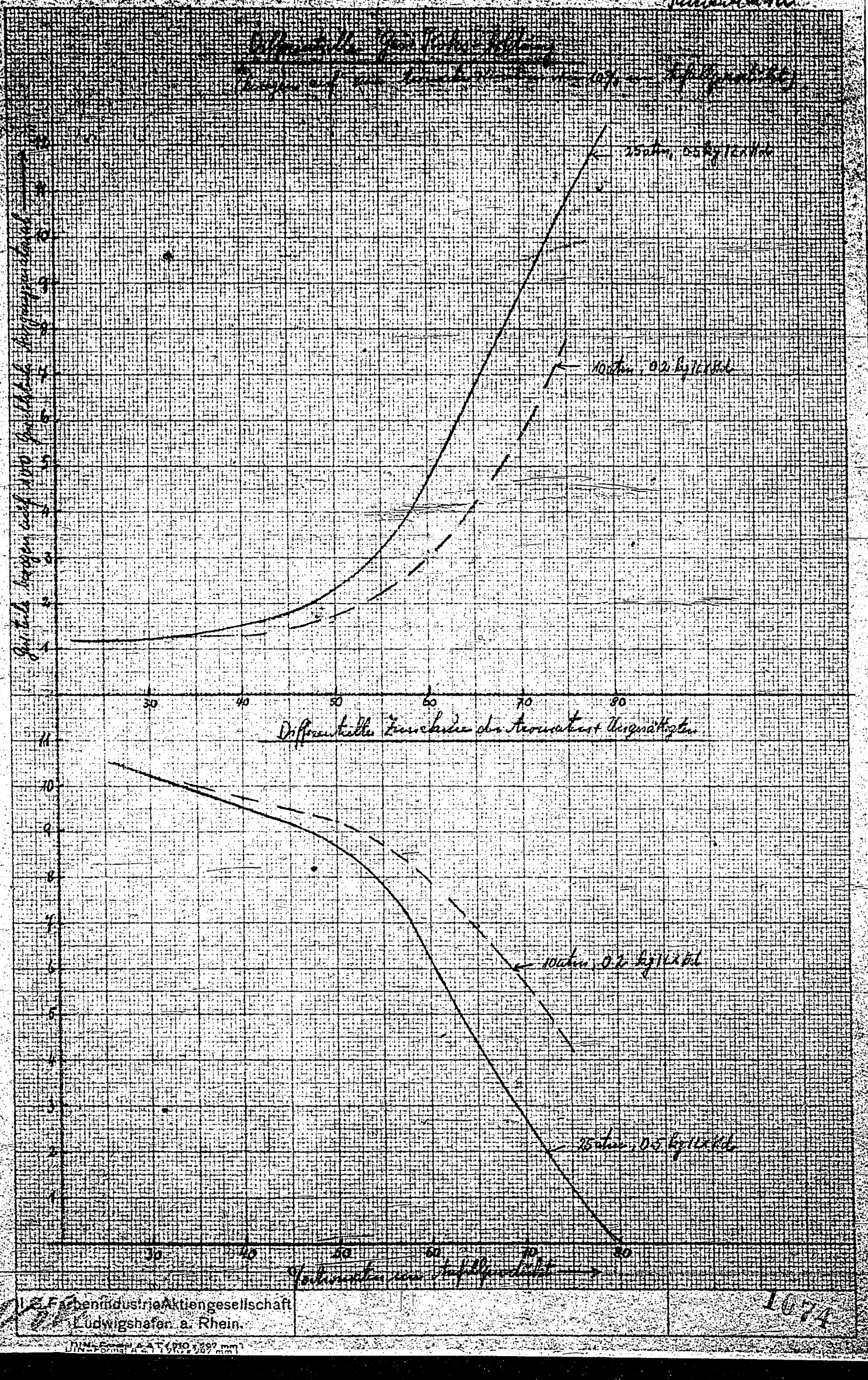
I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein.

% Asphaltene im Ausfallprodukt (mit ca. 2,5 % Gas)

DIN-Format A 4 (210 x 297 mm)

Kurve M 400

Differentielle Geschwindigkeit der Aromaten-Bildung in Abhängigkeit von der Temperatur



I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein.

1074

DIN-Format A 4 (210 × 297 mm)

Differentielle Geschwindigkeit der Acetylierung

Umgesetzte Mole Acetanhydrid in 10 Min. — kgMol/cbm

25 atm, 0,5 kg/l Kat

10 atm, 0,2 kg/l Kat

10 atm, 0,2 kg/l Kat

25 atm, 0,5 kg/l Kat

Differentielle Geschwindigkeit der Acetylierung

% Acetylierung, auf Hydroxyl bezogen

Blatt

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein.

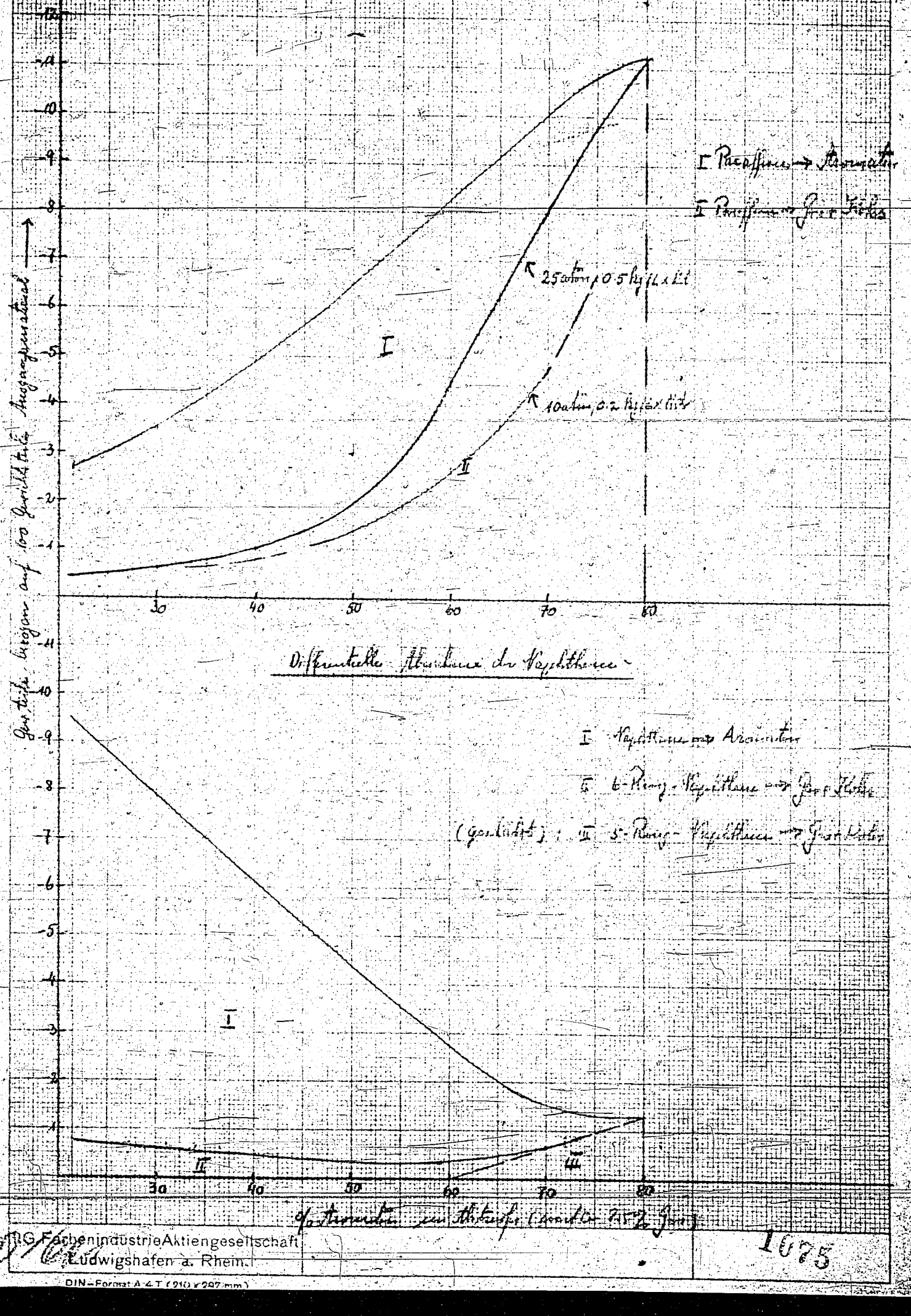
1674

DIN-Format A4 (210 x 297 mm)

Kurvenblatt 1C

Differentielle Abnahme des Druckes

(Sauerstoff auf reines Stickstoff-Sauerstoff-Gemisch, enthaltend 50% O2)



IG Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein.

DIN-Format A 4 T (210 x 297 mm)

1075

Kennblatt 2.

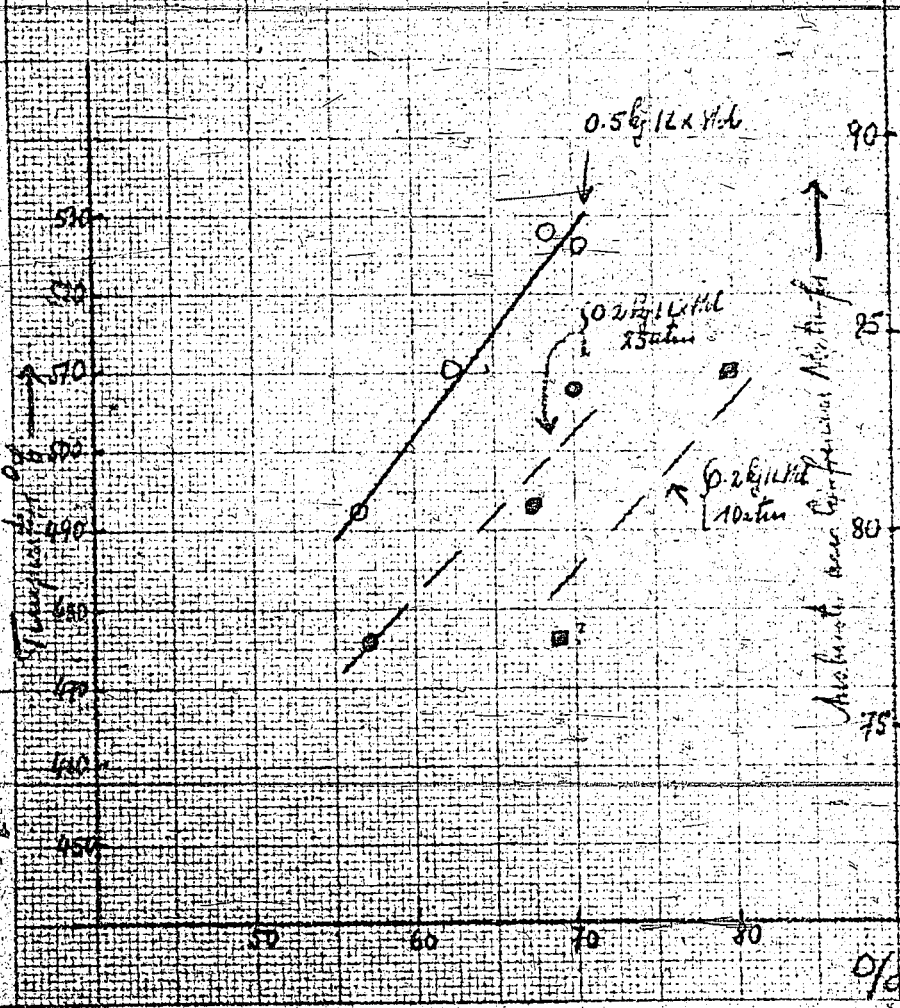
Ludwigshafen a. Rhein.

Versuchsnummer: 5058/64434-Bs 90-180° vk 29.10.44. aus Stenkbl.-Nr. Stahlsorte Kat. 7435 FS II Lieferung 25.10.44

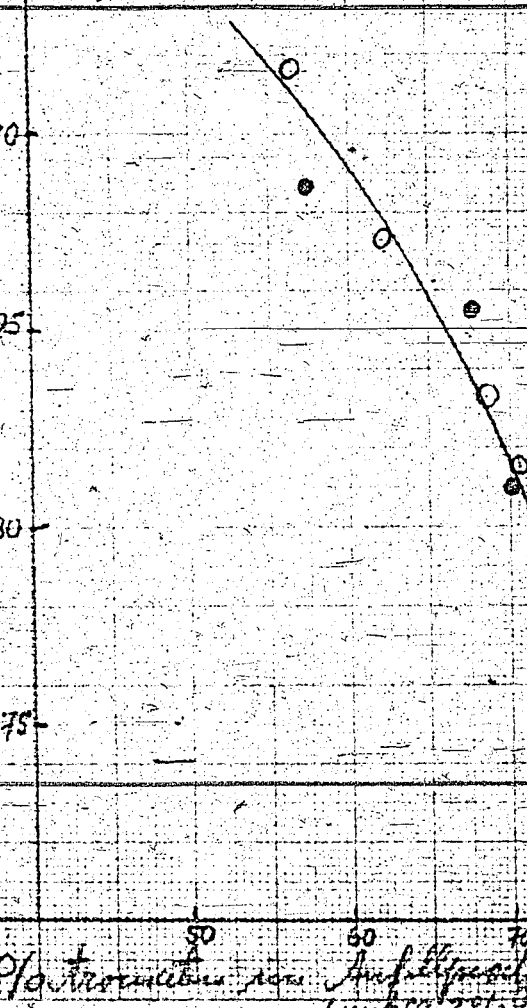
Zeichen: 0.5 kg/l Lk Hd 25 atm ○
" " 10 atm ■
0.2 kg/l Lk Hd 25 atm ●
" " 10 atm ▣

Kennzeichnung Temperatur

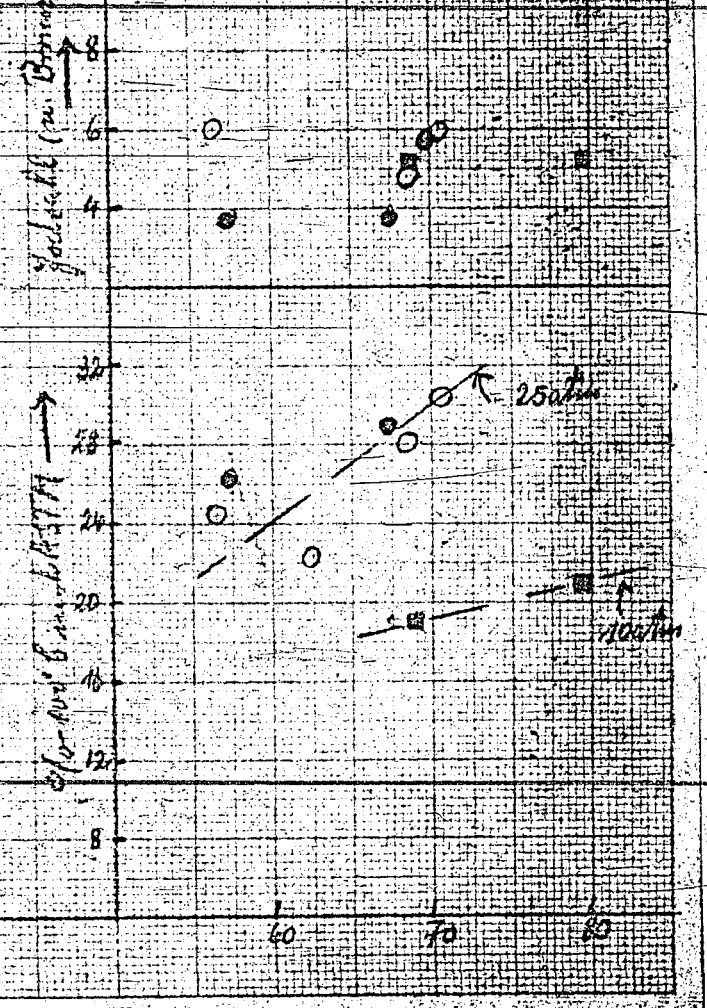
Temperatur-Ausnutzungs-Relation



Ausbeute-Ausnutzungs-Relation



°/o-100° und Fließgr.



DIN-Format A4 T (210 x 297 mm)

Kennblatt 3.

Ausgangsprodukt: 5058/6434-Bz.90-180° v. 4.1.42. aus Steinkohlenmittelöl Schürbeck Kst 7935 FK-Ofenteer 1/42 SHG v. 10.1.42

Kurven: 0.5 kg/l x HCl 25 atm ○ | " 10 atm □ | 0.2 " 25 atm ● | " 10 atm ■ } herausgegriffene Temperaturen — ausgesteuerte Temperaturen (±25°C)

Temperatur-Stromstärke-Relation

Ausbeute-Stromstärke-Relation

% 100° end Destillat

Temperatur °C

Ausbeute in % fraktion Anfangsprodukt

% Ammoniak zum Anfallprodukt (umgerechnet auf 25 %ig)

0.5 kg/l x HCl

0.2 kg/l x HCl

25 atm

10 atm

Farbenindustrie Aktiengesellschaft Ludwigshafen a. Rhein.

DIN-Format A4 T (210 x 297 mm)

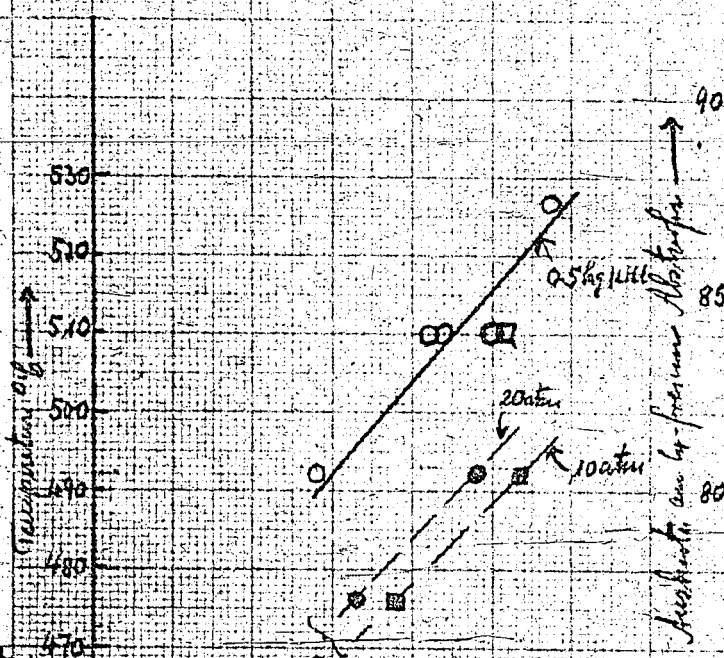
BASF Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein.
DIN-Format A 4 (210 x 297 mm)

Kurvenblatt 4

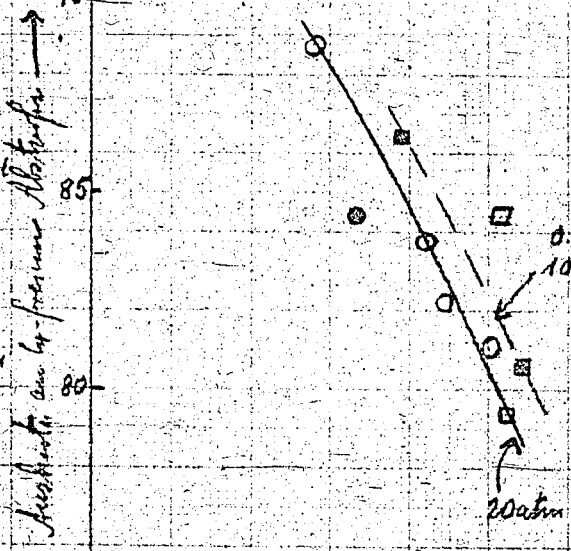
Ausgangsmaterial: straight-run-Bz 190° aus Russian Petrol (Ausl.-D) K7935 T-A 5-11 (Lab. 504 u. 8/44)

Zeichen	konstante Temperatur	0.5 kg/cm² Hz	20 atm ○
		0.5 "	10 " □
		0.2 "	20 " ●
		0.2 "	10 " ■

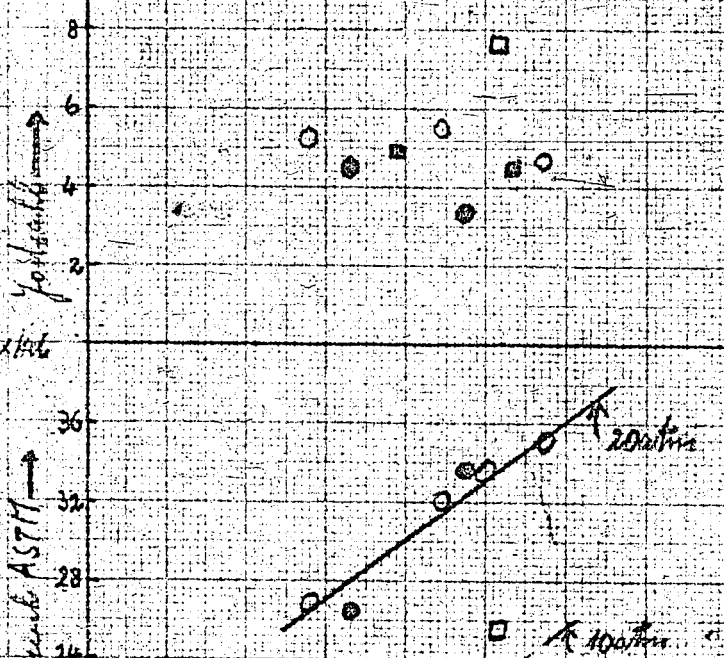
Temperatur-Aromaten-Relation



Ausbeute-Aromaten-Relation



% - 100° nach ASTM zum Aufspaltprodukt (ca. Brom-Zahl)

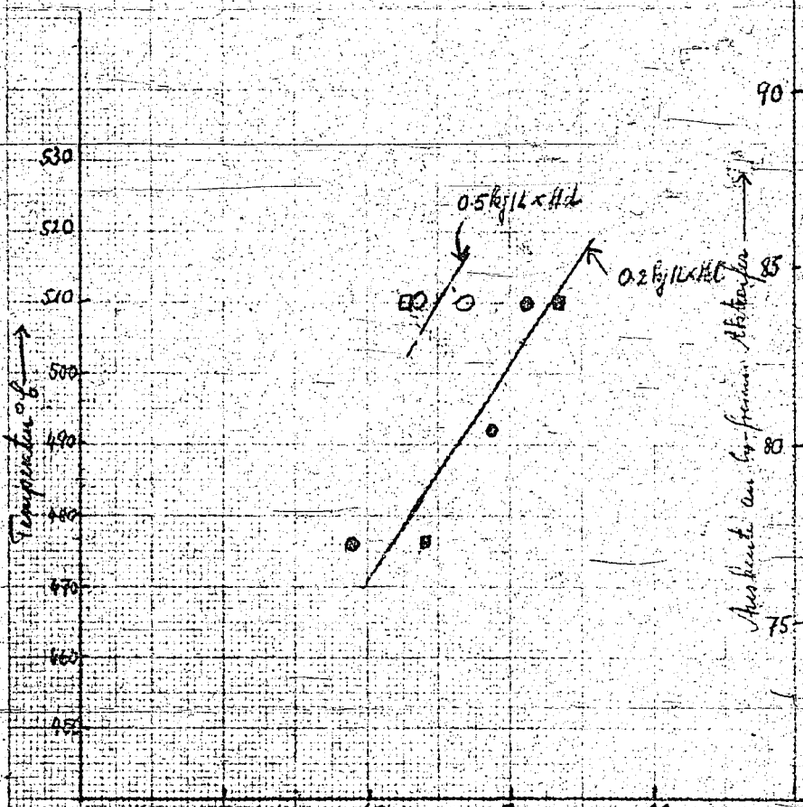


Kurvenblatt 5

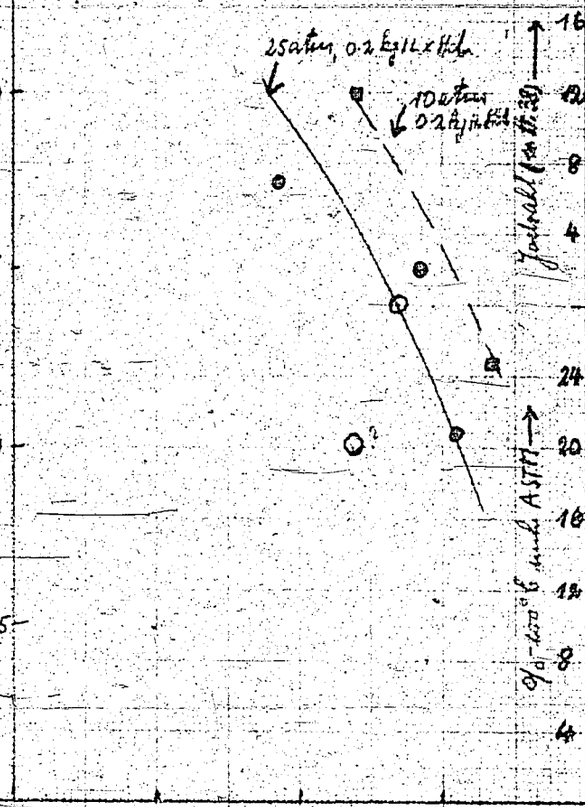
Ausgangsmaterial: 67/91/6434 - Bi >90°C aus extr. Schweröl; Kat 7360 Fsp. 883-962

Zeichen: konvergente Temperatur
- 0.5 kg/l x Hd, 25 atm ○
- 0.5 " " 10 " □
- 0.2 " " 25 " ●
- 0.2 " " 10 " ■

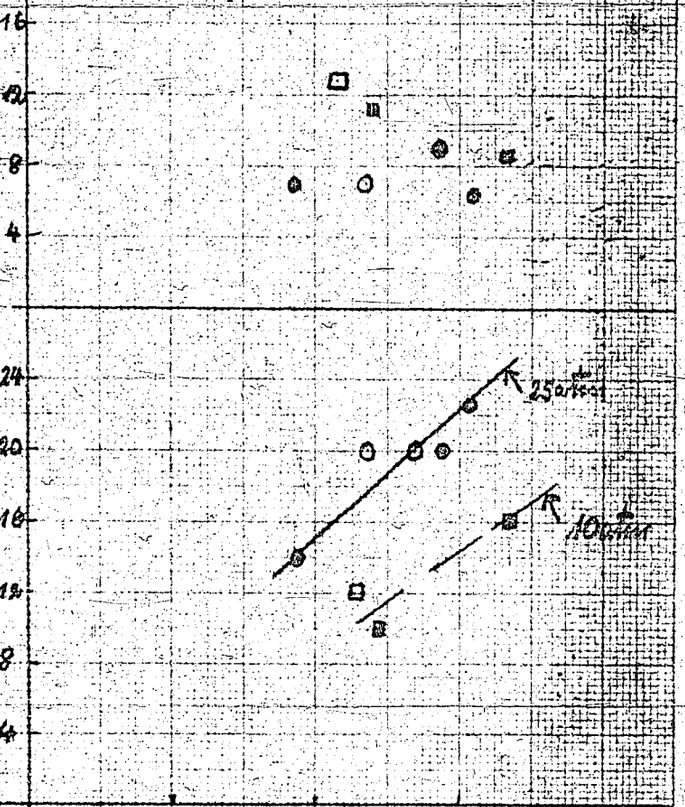
Temperatur - Aromaten - Relation



Ausbeute - Aromaten - Relation



% - 100°C n. ASTM zum Jodgrad (Kurve 39)



Linie

Hochdruckversuche
Lu 568

38

27. Februar 1942 Fr/Ki

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

Prüfung von DHD-Katalysatoren.

(Basis: Technisch in Ludwigshafen, Oppau und Merseburg hergestellte Tonerden.)

Zusammenfassung.

Die beste Aktivität hatte ein aus Tonerde Lu (Bau 35, Dr.v.Püner) hergestellter Katalysator 7935 (a-Tonerde + 55 g MoO_3/Liter). Dieser Katalysator stammt aus der Tonerdeproduktion K 8500 Partie 6 - 20 und wurde nur im Labor zu DHD-Katalysator verarbeitet. Die Betriebscharge wurde zu K 8376 verarbeitet.

Etwas weniger gut (stärker spaltend bei nur wenig geringerer Aromatenbildung) ist der in Leuna für Moosbierbaum hergestellte Katalysator (16 to) 5931, der 10 Gew.% MoO_3 hat.

Beide Katalysatoren sind als guter Durchschnitt zu bewerten, ihre Aktivität liegt aber noch erheblich unter der der bisherigen Spitzencharge 6 von Katalysator 7360 bzw. unter der des zuerst von Merseburg uns zugestellten HF-Katalysators 530/225

Guter Durchschnitt sind ferner noch (nach sinkender Aktivität geordnet):

K 7360 Faß 803 - 882
K 7935 Faß 122 - 134
K 8500 + 55 g MoO_3/l Partie 31 - 40 (Laborherstellung)
K 7360 Faß 602 - 681
K 8500 + 55 g MoO_3/l Partie 21 - 30 (Laborherstellung).

20023

Mittlere Aktivität haben (nach sinkender Aktivität geordnet):

K 7935 Faß 1 - 5/12 - 17 (Kammer Einbau)
K 8500 + 55 g MoO_3/l Partie 41-50
K 7360 Faß 1376 - 1455
K 7360 Faß 1243 - 1282
K 7360 Faß 683 - 762
K 8500 von Schmeckenofen + 55 g MoO_3/l
K 7360 Faß 1456 - 1531
K 7360 Faß 1532 - 1576
K 7360 Faß 762 - 800
K 7360 Faß 137 - 216

schlecht sind:

K 8500 + 55 g MoO_3/l Partie 51-60 (Laborherstellung)
K 8500 + 55 g MoO_3/l Partie 81-90 (Laborherstellung)
K 7935 Faß 30-69
K 8500 + 55 g MoO_3/l Partie 1 - 5 (Laborherstellung)

gez. Free

Unter Mitarbeit von:

Dr. Fürst
Dr. Dehn

Ausführung.

Die Prüfung geschah wie immer in 800 ccm-Öfen. Gefahren wurde Hydrierungsbenzin aus estnischem Schieferöl (P 1317) bei 525°C, Durchsatz 0,5 Vol./Vol./Std., mit 600 l H_2/l Benzin, 15 atm Gesamtdruck und einer Cyklusdauer von 6 Stunden.

Der flüssige Anfall wurde in Benzin -165° und Rückstand >165° zerlegt. Beide Fraktionen sind getrennt untersucht worden. Die Untersuchungsergebnisse sind in Tabelle 1 angegeben.

Unter Ausbeute ist der flüssige Gesamtanfall + W_3O_4 zu verstehen.

Die Diagramme geben die Beziehung zwischen Ausbeute und Aromatengehalt des Benzins - 165°C bzw. zwischen Ausbeute und Anilinpunkt des >165°C siedenden Anfalls.

Es ist auffallend, daß die auf Basis Tonerde Lu hergestellten Katalysatoren noch viel stärkere Streuungen in der Aktivität aufweisen als die mit Tonerde Op. hergestellten. Worauf diese großen Unterschiede beruhen, ob auf ungleichmäßiger Fällung oder Nachbehandlung der fertigen Tonerde ist noch nicht aufgeklärt.

Die mit Tonerde Op hergestellten Katalysatoren schwanken in der Ausbeute zwischen 73 und 80 %, im Aromatengehalt des 165°er Benzins zwischen 51 und 59,5 % und im Anilinpunkt des >165° siedenden Anfalls zwischen -17 und -27,5°C.

Für Katalysatoren auf Basis Tonerde Lu betragen die entsprechenden Schwankungen 71,5 und 83 %, bzw. 44,5 und 59,5 %, bzw. -7,5 und -30°C.

Einzelne Chargen der Tonerde Lu, die auf Katalysator 8376 verarbeitet wurden, wären für die Herstellung von DHD-Katalysator K 7935 gut geeignet gewesen.

Errechnet man die für 1 % Aromatenneubildung im Benzin - 165° eintretenden Verluste an Gas + Koks, so erhält man die nachstehend angegebenen Werte.

Der beste Katalysator ist offenbar der der bei gegebener Temperatur und unter sonst gleichen Arbeitsbedingungen für

die Aromatenneubildung die geringsten Verluste hat, wobei die Aromatenneubildung aber den für Hochleistungskraftstoffe geforderten Mindestwert zu erreichen hat. Da aber die Aromatenneubildung nicht nur in dem bis 165° siedenden Anteil, sondern auch im höhersiedenden Bereich eintritt, ist bei der Aktivitätsbeurteilung nach dieser Methode auch der Anilinpunkt des >165° siedenden Anteils zu berücksichtigen.

Als aktivste Katalysatoren wären dann zu bezeichnen:

	% Verlust/ ↑% Aromaten	Anilinpunkt >165°
K 8500 + 55 g MoO_3/l Partie 6-20	0,750	- 30°
K 8500 + 55 g MoO_3/l Partie 31-40	0,756	- 29,5°
K 7935 Faß 122-134	0,792	- 29°
K 7360 Faß 803-882	0,756	-27,5°
K 7360 Faß 602-681	0,780	- 25°
K 7360 Faß 1243-1282	0,800	- 26°
Nr. 5931 (Leuna)	0,836	- 27,5°
K 8500 + 55 g MoO_3/l Partie 21-30	0,842	- 27,5°

Mittlere Aktivität hätten:

	% Verlust/ ↑% Aromaten	Anilinpunkt >165°
K 7935 Faß 1-5/12-17 Ka-Einbau	0,680	- 22°
K 8500 + 55 g MoO_3/l Partie 41-50	0,776	- 24°
K 7360 Faß 1376-1455	0,820	- 24°
K 7360 Faß 683- 762	0,850	- 23°
K 7360 Faß 762- 800	0,844	- 22°
K 7360 Faß 1532-1576	0,800	- 17°
K 8500 vom Schneckenofen + 55 g MoO_3/l	0,831	- 18°
K 7360 Faß 1456-1531	0,852	- 18°
K 7360 Faß 137- 216	0,910	- 21°

Schlecht sind folgende Katalysatoren:

	% Verlust/ ↑% Aromaten	Anilinpunkt >165°
K 7935 Faß 30-69	0,838	- 11°
K 8500 + 55 g MoO_3/l Partie 81-90	1,03	- 16,5°
K 8500 + 55 g MoO_3/l Partie 51-60	1,03	- 11°
K 8500 + 55 g MoO_3/l Partie 1-5	1,68	- 7,5°

die Aromatenneubildung die geringsten Verluste hat, wobei die Aromatenneubildung aber den für Hochleistungskraftstoffe geforderten Mindestwert zu erreichen hat. Da aber die Aromatenneubildung nicht nur in dem bis 165° siedenden Anteil, sondern auch im höhersiedenden Bereich eintritt, ist bei der Aktivitätsbeurteilung nach dieser Methode auch der Anilinpunkt des >165° siedenden Anteils zu berücksichtigen.

Als aktivste Katalysatoren wären dann zu bezeichnen:

	% Verlust/ 1% Aromaten	Anilinpunkt >165°
K 8500 + 55 g MoO_3/l Partie 6-20	0,750	- 30°
K 8500 + 55 g MoO_3/l Partie 31-40	0,756	- 29,5°
K 7935 Faß 122-134	0,792	- 29°
K 7360 Faß 803-882	0,756	-27,5°
K 7360 Faß 602-681	0,780	- 25°
K 7360 Faß 1243-1282	0,800	- 26°
Nr. 5931 (Leuna)	0,836	- 27,5°
K 8500 + 55 g MoO_3/l Partie 21-30	0,842	- 27,5°

Mittlere Aktivität hätten:

	% Verlust/ 1% Aromaten	Anilinpunkt >165°
K 7935 Faß 1-5/12-17 Ka-Einbau	0,680	- 22°
K 8500 + 55 g MoO_3/l Partie 41-50	0,776	- 24°
K 7360 Faß 1376-1455	0,820	- 24°
K 7360 Faß 683- 762	0,850	- 23°
K 7360 Faß 762- 800	0,844	- 22°
K 7360 Faß 1532-1576	0,800	- 17°
K 8500 vom Schneckenofen + 55 g MoO_3/l	0,831	- 18°
K 7360 Faß 1456-1531	0,852	- 18°
K 7360 Faß 137- 216	0,910	- 21°

Schlecht sind folgende Katalysatoren:

	% Verlust/ 1% Aromaten	Anilinpunkt >165°
K 7935 Faß 30-69	0,838	- 11°
K 8500 + 55 g MoO_3/l Partie 81-90	1,03	- 16,5°
K 8500 + 55 g MoO_3/l Partie 51-60	1,03	- 11°
K 8500 + 55 g MoO_3/l Partie 1-5	1,68	- 7,5°

- 5 -

Die Beurteilung der Katalysatoren nach den beiden hier angewandten Methoden fällt etwas verschieden aus, jedoch besteht hinsichtlich der Eingruppierung der einzelnen Chargen in die Klassen gut, mittel und schlecht zufriedenstellende Übereinstimmung.

Die für den Kammer-Einbau verwendete Partie K 7935 Faß 1-5/12-17 kann mit Rücksicht auf den für die Aromatenneubildung geringen Verlust auch noch als gut bezeichnet werden. Sie erfordert nur höhere Temperatur.

gez. Free

Tabelle 1

DHD-Ergebnisse mit ebnischen chieferbenzin (P 1317).

Bedingungen: 515°C, Durchsatz = 0,5 Vol./Vol./Std. 0,6 m³ Gas/l Benzin.

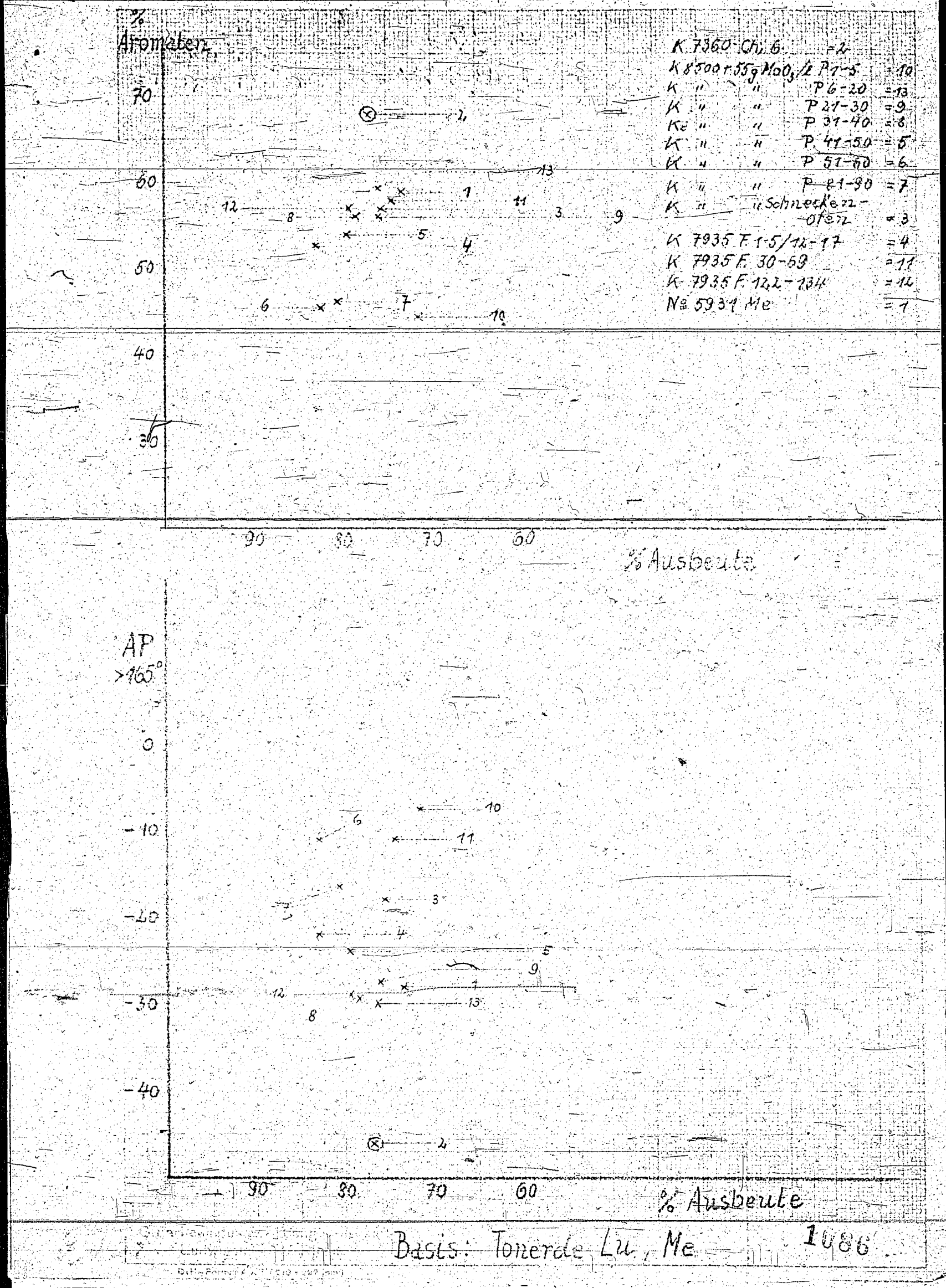
Katalysator	K 8500 P 1 - 5 +55g MoO_3/l	K 8500 P 21 - 30 +55g MoO_3/l	K 8500 P 6 - 20 +55g MoO_3/l	K 8500 P 31 - 40 +55g MoO_3/l	K 8500 P 41 - 50 +55g MoO_3/l	K 8500 P 51 - 60 + 55g MoO_3/l			K 8500 P 81 - 90 +55g MoO_3/l		K 8500 vom Schneckenofen + 55g MoO_3/l			K 7935 F 122 - 134	K 7935 F.1-5/12-17 Ka-Einbau			K 7935 F.30-69	Ur.5931 (Leuna)	K 7360 F.137-216		K 7 F. 602				K 8500 P 81 - 90 +55g MoO_3/l		K Schne + 55g
Schüttgewicht	0,733		0,544		0,628		0,550		0,511		0,525			0,530		0,552			0,592	0,608			0,750	0,808	0,761		0,				0		0,5
Spez.Gew.Anfall	0,804	0,800	0,820	0,816	0,816	0,818	0,816	0,812	0,8 2	0,816	0,812	0,810	0,810	0,814	0,801	0,815	0,822	0,820	0,822	0,813	0,816	0,810	0,812	0,818	0,820	0,820	0,814	0,816	0,816	0,	,801	0,815	0
Benzin -165°	45,9	52,3	49,9	51,0	54,1	53,8	50,8	52,7	52,	51,3	56,0	52,1	53,9	51,0	55,6	50,4	52,6	52,1	54,7	54,4	56,0	57,7	56,0	49,1	51,1	53,0	50,9	53,0	53,0	53	55,6	50,4	5
Rückstand >165°	21,5	22,8	26,0	24,9	22,1	21,6	27,9	24,7	25,	25,5	27,0	29,2	29,5	29,0	24,6	20,	22,5	22,3	23,8	28,3	26,6	25,7	27,1	24,3	21,4	20,5	24,3	21,5	23,5	23	24,6	20,	2
$C_3 + C_4$	0,4	0,4	0,1	0,2	0,3	0,5	0,3	0,4	0,8	0,7	0,2	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,9	1,0	0,7	0,2	0,1	0,2	0,2	1,	0,7	0,6	0,5	0,7	0,		,4	0,5	0
Gas + Koks	32,2	24,5	24,0	23,9	23,5	24,1	21,0	22,2	21,	19,5	16,8	18,6	16,4	19,7	19,4	28,7	24,0	24,6	20,8	17,1	17,3	16,4	16,7	25,5	26,8	25,9	24,3	24,8	23,0	22	,4	28,7	2
(Koks)		(5,3)		(0,5)		(1,1)		(1,0		(1,3)			(1,2)					(2,1)										(1,8)					
Benzin - 165°																																	
Spez.Gewicht	0,772	0,772	0,784	0,786	0,782	0,786	0,778	0,780	0,7 3	0,778	0,775	0,772	0,770	0,792	0,767	0,776	0,783	0,784	0,784	0,777	0,780	0,776	0,774	0,788	0,787	0,788	0,778	0,784	0,782	0,	,767	0,776	0
Anilinpunkt I	15,5°	16,5°	2,8°	2,5°	1°	-1°	5°	1,5°	4,5	5°	10,2°	17°	17°	12,2°	15°	5,5°	6°	5°	-1,2°	8,5°	6,5°	8,5°	10°	-1°	2,5°	3°	7°	0,5°	0,5°	0,	5°	5,5°	6
Anilinpunkt II	59,5°	59,0°	59,5°	61,5°	60,5°	60,0°	61,5°	61,5°	60,	60,0°	60,0°	59,0°	59,0°	60°	58°	68,5°	59,5°	60°	58,5°	59,5°	61,0°	65,5°	62,0°	60,5°	59,5°	60°	59,8°	60,5°	58,8°	59	8°	68,5°	6
% Aromaten	45,0	44,0	55,0	56,5	56,5	62,0	54,5	57,0	54,	54,5	49,5	43,5	43,5	48,0	44,5	60,0	56,5	57,5	57,0	50,5	53,0	55,0	51,5	58,0	59,0	59,0	52,0	57,0	55,5	56	4,5	60,0	5
% Naphthene	18,5	19,4	20,1	10,8	13,0	11,7	11,8	10,8	14,	13,5	15,0	19,0	19,0	16,0	20,5	18,5	14,0	13,0	15,5	14,5	13,0	6,0	12,5	11,5	13,0	12,5	15,2	12,7	15,0	14	0,5	18,5	1
% Paraffine	35,0	34,1	21,9	27,7	28,5	23,8	30,2	27,7	28,	27,5	31,0	33,5	33,5	32,0	31,5	19,0	26,5	26,5	25,5	31,0	30,0	35,5	34,0	26,0	25,0	25,5	29,3	27,8	25,5	25,	1,5	19,0	2
% Ungesättigte	1,5	2,5	3,0	5,0	2,0	2,5	3,5	4,5	3,5	4,5	4,5	4,0	4,0	4,0	3,5	2,5	3,0	3,0	2,0	4,0	4,0	3,5	2,0	4,5	3,0	3,0	3,5	2,5	4,0	4,0	,5	2,5	3
Siedebeginn	48°	48°	61°	49°	42°	48°	47°	44°	42°	32°	45°	58°	49°	57°	43°	40°	39°	42°	49°	53°	51°	45°	41°	40°	46°	42°	43°	39°	41°	42	3°	40°	4
- 70°C	4,5	4,0	2,5	4,5	5,5	5,5	4,0	6,5	6,0	4,0	6,5	3,5	4,0	6,0	5,0	6,0	8,0	7,0	6,0	5,0	3,5	3,5	6,5	6,0	6,0	6,5	4,5	7,0	6,5	6,0	,0	6,0	8
- 100°C	22,5	22,5	20,5	21,5	24,0	24,5	24,0	26,5	25,	22,5	21,5	22,0	23,0	26,0	23,5	24,0	22,5	25,0	21,5	23,0	21,5	22,5	25,0	21,5	23,0	23,5	23,0	24,0	25,0	24	3,5	24,0	2
- 120°C	58,0	55,5	54,5	53,0	55,5	55,5	58,0	55,5	56,	53,0	52,5	59,0	59,0	62,0	55,0	58,5	56,5	57,5	47,5	55,0	52,5	54,5	54,5	51,5	54,0	54,5	55,5	53,5	54,0	54	5,0	58,5	5
- 150°C	94,0	92,0	93,5	94,0	91,5	92,5	95,0	92,0	94,	94,0	93,5	93,5	94,0	94,0	92,5	94,5	94,0	93,5	90,0	94,0	93,5	94,0	94,0	92,5	94,0	95,0	93,0	91,0	92,0	92,	2,5	94,5	9
Siedeende	166°	167°	165°	164°	169°	165°	164°	165°	164	168°	164°	164°	165°	163°	165°	165°	165°	165°	169°	165°	166°	168°	163°	168°	165°	166°	167°	170°	168°	168	65°	165°	1
Jodzahl	10,6	10,8	8,7	8,8	10,1	11,1	25,4?	7,0	11,	9,9	8,0	8,2	10,7	5,0	14,8	14,3	10,8	10,4	9,5	7,6	7,9	6,4	1,7	9,9	7,2	6,0	8,3	19,4	8,0	7,7	4,8	14,3	1
Oktanzahl (M.M.)	75,8	74,1	78,0	77,8	78,3	79,6	77,6	78,3	77,	75,8	74,2	72,6	73,0	76,2	75,0	74,1	76,6	81,7	79,0	76,9	77,2	77,8	77,6	81,4	78,8	79,2	76,9	78,8	80,8	79,	5,0	74,1	7
" + 0,12 % Pb	86,4	87,9	89,6	89,4	89,7	90,1	90,1	91,2	88,	89,6	88,3	87,5	88,3	88,7	88,0	87,1	89,3	91,5	89,4	89,0	89,2	89,9	90,3	91,8	89,6	90,8	90,0	89,6	92,3	91,	8,0	87,1	8
Benzin >165°																																	
Spez.Gewicht	0,884	0,884	0,904	0,908	0,914	0,920	0,904	0,910	0,9 5	0,905	0,894	0,882	0,883		0,891	0,893	0,910	0,911	0,914	0,898	0,905	0,902	0,895	0,898	0,916	0,918	0,90	0,914	0,914	0,9	,891	0,893	0
Anilinpunkt	-9°	-8°	-24°	-31°	-28°	-32°	-27°	-32°	-26	-22°	-11°	-11°	-11°	-20°	-13°	-16°	-18,5°	-18°	-29°	-20°	-25,5°	-19,5°	-23°	-11°	-27,5°	-28°	-15°	-26°	-22°	-23	13°	-16°	-
Siedebeginn	175°	175°	175°	175°	177°	176°	172°	174°	176	2°	176°	172°	170 °	172°	170°	167°	163°	175°	170°	173°	171°	174°	172°	171°	175°	172°	172°	177°	173°	173	70°	167°	1
- 200°C	68,0	64,0	63,5	63,5	57,5	57,0	65,0	62,5	59,	60,0	65,0	72,0	72,0	68,0	68,0	67,0	65,0	60,0	52,0	63,0	64,0	67,0	62,5	57,5	59,0	57,5	61,0	55,5	62,5	62,	8,0	67,0	6
- 225°C	89,5	87,0	87,5	87,5	86,0	84,0	87,5	87,5	84,	86,0	90,0	92,0	92,0	91,0	90,0	86,0	87,0	83,0	82,0	85,0	86,0	89,0	89,0	84,5	84,5	85,0	85,0	83,5	83,5	84,	0,0	86,0	8
- 250°C	94,0	92,5	94,0	94,2	93,0	94,0	94,0	94,0	91,	94,0	96,0	97,0	97,0	97,0	95,0	93,0	94,0	93,0	92,5	91,0	91,0	96,0	95,0	92,5	94,5	94,0	93,5	91,5	93,0	93,	5,0	93,0	9
- 275°C	97,5	96,5	96,5	97,0	96,5	96,5	97,0	97,0	94,	96,5	97,0	98,0	98,0		97,0	97,0	97,0	96,0	96,5	95,0	98,0	98,0		98,0	97,0	96,0	97,2	96,0	97,0	97,	7,0	97,0	9
- 300°C		97,5	97,5	97,8	97,5	97,2	97,8	97,8	96,										97,5	98,0	98,0				98,5		98,0	97,0	97,8	98,			
- 325°C									97,																								
- 350°C									98,																								
Endpunkt	328°	330°	347°	339°	358°	358°	344°	348°	360	298°	305°	292°	292°	270°	298°	290°	294°	296°	338°	319°	338°	277°	280°	310°	305°	298°	348°	360°	347°	345	98°	290°	2
Versuchs-Nr.	284	285	288	289	7 a	8 a	290	291	300	301	302	303	304	20 a	21 a	30 a	31 a	32 a	259	308	309	310	311	245	325	326	286	287	277	278	a	30 a	3

DHD-Ergebnisse mit estnischem Schieferbenzin (P 1317).

Bedingungen: 515°C, Durchsatz = 0,5 Vol./Vol./Std., 0,6 m³ Gas/l Benzin.

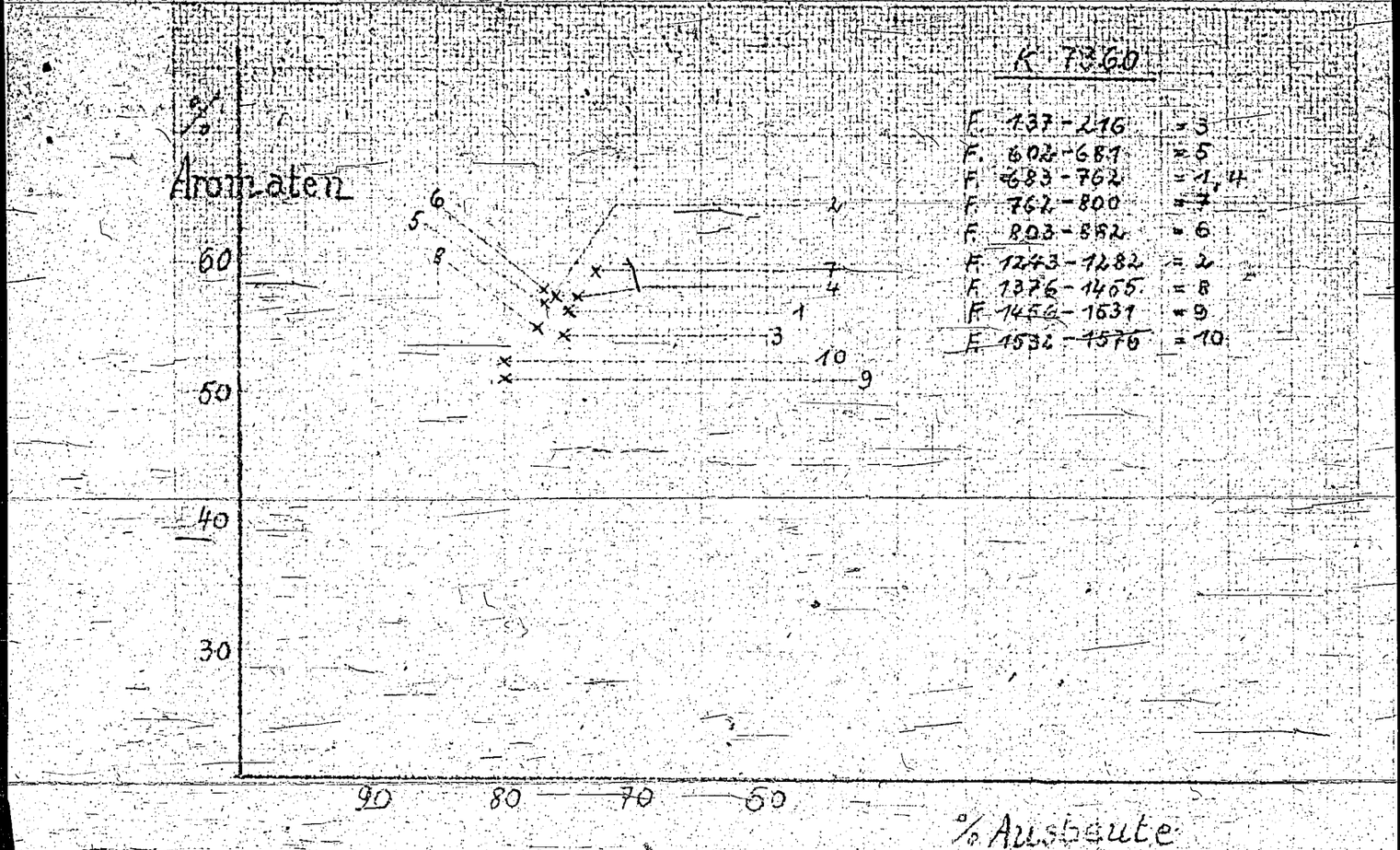
	K 8500 vom Schneckenofen + 55g MoO_3/l			K 7935 F 122-134	K 7935 F.1-5/12-17 Ka-Einbau		
	0,552			0,592	0,608		
	0,801	0,815	0,822	0,820	0,822	0,813	0,816	0,810
	55,6	50,4	52,6	52,1	54,7	54,4	56,0	57,7
	24,6	20,4	22,5	22,3	23,8	28,3	26,6	25,7
	,4	0,5	0,9	1,0	0,7	0,2	0,1	0,2
	9,4	28,7	24,0	24,6 (2,1)	20,8	17,1	17,3	16,4
	,767	0,776	0,783	0,784	0,784	0,777	0,780	0,776
	5°	5,5°	6°	5°	-1,2°	8,5°	6,5°	8,5°
	8°	68,5°	59,5°	60°	58,5°	59,5°	61,0°	65,5°
	4,5	60,0	56,5	57,5	57,0	50,5	53,0	55,0
	0,5	18,5	14,0	13,0	15,5	14,5	13,0	6,0
	1,5	19,0	26,5	26,5	25,5	31,0	30,0	35,5
	,5	2,5	3,0	3,0	2,0	4,0	4,0	3,5
	3°	40°	39°	42°	49°	53°	51°	45°
	,0	6,0	8,0	7,0	6,0	5,0	3,5	3,5
	3,5	24,0	22,5	25,0	21,5	23,0	21,5	22,5
	5,0	58,5	56,5	57,5	47,5	55,0	52,5	54,5
	2,5	94,5	94,0	93,5	90,0	94,0	93,5	94,0
	5°	165°	163°	165°	169°	165°	166°	168°
	4,8	14,3	10,8	10,4	9,5	7,6	7,9	6,4
	5,0	74,1	76,5	81,7	79,0	76,9	77,2	77,8
	8,0	87,1	89,3	91,5	88,4	89,0	90,2	89,9
	,891	0,893	0,910	0,911	0,914	0,898	0,905	0,902
	13°	-16°	-18,5°	-18°	-29°	-20°	-25,5°	-19,5°
	70°	167°	163°	175°	179°	173°	171°	174°
	8,0	67,0	65,0	60,0	52,0	63,0	64,0	67,0
	0,0	86,0	87,0	83,0	82,0	85,0	85,0	89,0
	2,0	93,0	94,0	93,0	92,5	91,0	91,0	96,0
	7,0	97,0	97,0	96,0	96,5 97,-	95,0 98,0	94,0 95,0	98,0
	8°	290°	294°	296°	338°	319°	338°	277°
	a	30 a	31 a	32 a	259	308	309	310

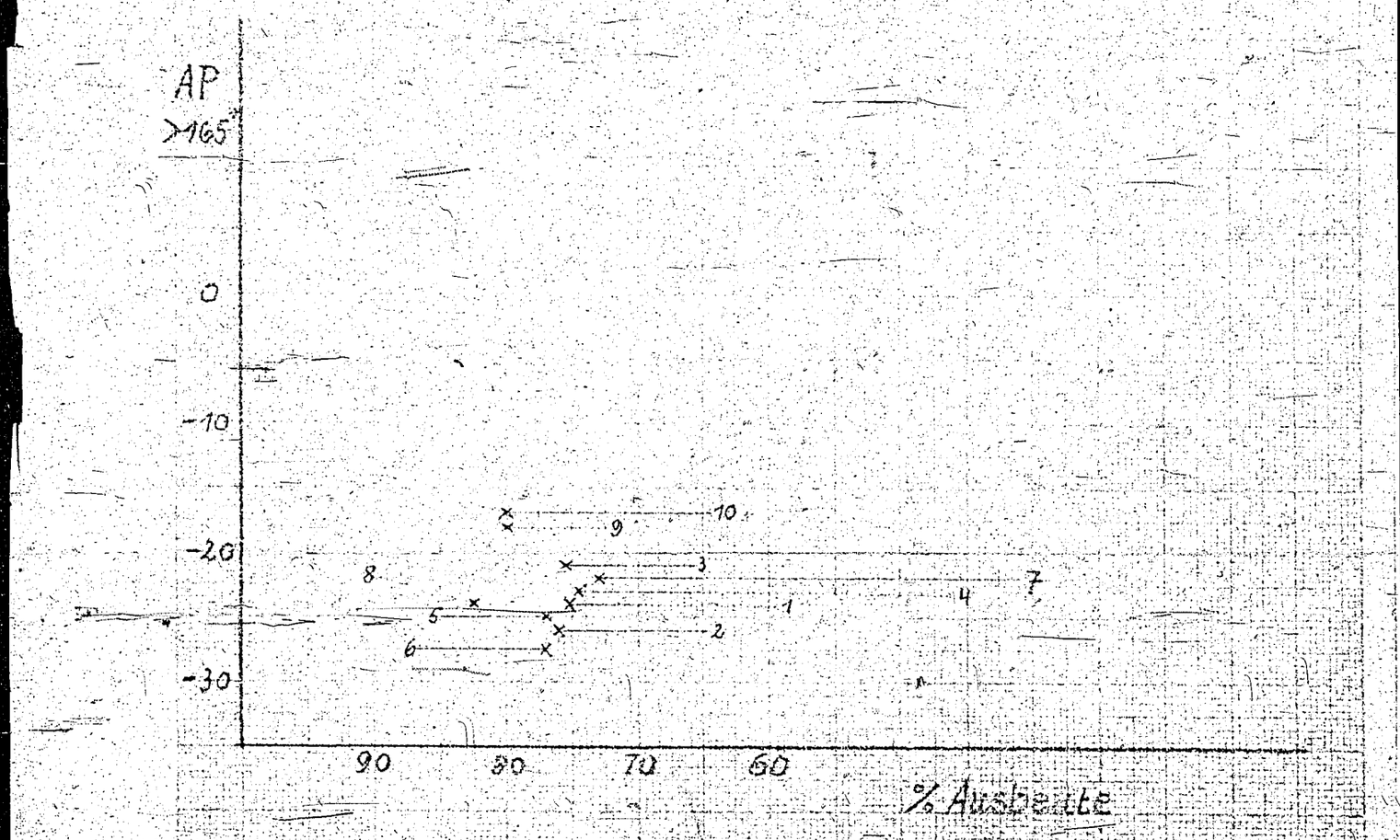
	K 7935 F.30-69	Nr.5931 (Leuna)	K 7360 F.137-216		K 7360 F. 602 - 681			K 7360 F. 683-762		K 7360 F. 762-800		K 7360 F.803-882	K 7360 F.1243-1282		K 7360 F. 1376-1455			K 7360 F. 1456-1531			K 7360 F. 1532-1576		
	0,750	0,808	0,761		0,680			0,639		0,670		0,731	0,616		0,627			0,650			0,677		
	0,812	0,818	0,820	0,820	0,814	0,816	0,816	0,816	0,818	0,820	0,820	0,820	0,824	0,820	0,822	0,816	0,818	0,820	0,810	0,812	0,812	0,800	0,810	0,805	0,812	0,822
	56,0	49,1	51,1	53,0	50,9	53,0	53,0	53,4	53,7	50,0	49,6	49,0	46,1	52,9	49,3	50,1	53,0	45,7	56,0	49,9	55,8	52,9	52,9	57,2	55,4	53,6
	27,1	24,3	21,4	20,5	24,3	21,5	23,3	23,6	22,3	24,5	23,5	24,4	22,2	25,3	25,0	23,6	23,4	31,5	29,0	26,4	25,4	30,2	24,8	24,7	21,6	22,3
	0,2	1,1	0,7	0,6	0,5	0,7	0,7	0,7	0,7	0,6	0,7	1,2	2,9	0,-	1,0	0,3	0,9	0,5	0,4	0,8	0,2	0,2	0,6	0,4	0,6	0,7
	16,7	25,5	26,8	25,9	24,3	24,8 (1,8)	23,0	22,3	23,3	24,9	26,2 (1,6)	25,4	28,8	21,1	24,7 (1,3)	26,0	22,7	22,3	14,6	22,9 (0,8)	18,6	16,7	21,7 (1,4)	17,7	18,4	23,4 (2,15)
	0,774	0,788	0,787	0,788	0,778	0,784	0,782	0,782	0,782	0,784	0,786	0,783	0,792	0,785	0,784	0,791	0,782	0,776	0,772	0,774	0,775	0,764	0,772	0,771	0,782	0,784
	10°	-1°	2,5°	3°	7°	0,5°	0,5°	0,8°	1°	0°	-0,5°	1°	-2,5°	0,-°	3°	-1,5°	-0,5°	3°	14°	3°	7°	22°	11°	12°	3,5°	5°
	62,0°	60,5°	59,5°	60°	59,8°	60,5°	58,8°	59,2°	59,8°	61,5°	59,0°	59°	59,5°	59,5°	59,2°	60,3°	60,5°	59,5°	60°	61°	60,5°	58,5°	60,0°	60°	55,5°	60°
	51,5	58,0	59,0	59,0	52,0	57,0	55,5	56,0	60,0	58,0	57,0	55,5	63,0	56,5	59,0	58,0	57,0	54,5	49,5	55,5	52,5	38,5	49,0	48,0	52,0	57,5
	12,5	11,5	13,0	12,5	15,2	12,7	15,0	14,3	12,0	12,5	15,0	15,0	7,5	18,5	13,9	12,6	13,0	14,5	16,5	12,0	13,5	22,0	16,0	16,0	21,5	13,0
	34,0	26,0	25,0	25,5	29,3	27,8	25,5	25,7	23,8	27,5	26,0	26,5	24,5	22,7	25,1	25,9	28,5	27,0	34,0	28,5	30,0	36,5	32,5	33,0	23,5	27,0
	2,0	4,5	3,0	3,0	3,5	2,5	4,0	4,0	4,2	2,0	2,0	3,0	5,0	2,-	2,0	3,5	1,5	4,0	3,0	4,0	4,0	3,0	2,5	3,0	3,0	2,5
	41°	40°	46°	42°	49°	39°	41°	42°	43°	40°	40°	38°	47°	41°	40°	66°	45°	48°	46°	46°	44°	41°	37°	35°	42°	37°
	6,5	6,0	6,0	6,5	4,5	7,0	6,5	6,0	6,5	7,5	8,0	7,5	4,5	6,-	8,5	-	6,0	4,0	5,5	6,0	6,5	5,0	8,0	8,0	6,0	8,0
	25,0	21,5	23,0	23,5	23,0	24,0	25,0	24,5	26,0	26,0	24,0	22,5	21,0	24,5	25,5	52,0	25,0	22,5	26,5	26,5	26,0	23,5	25,5	24,0	23,0	24,0
	54,5	51,5	54,0	54,5	55,5	53,5	54,0	54,0	53,5	56,0	53,5	52,5	52,5	60,5	56,5	68,5	55,0	53,0	56,5	56,5	58,0	60,0	57,5	55,5	55,0	53,0
	94,0	92,5	94,0	95,0	93,0	91,0	92,0	92,0	92,0	95,0	92,5	93,5	94,0	92,5	93,5	96,0	91,5	94,0	93,5	95,0	94,0	95,0	94,0	91,5	95,0	92,0
	163°	168°	165°	166°	167°	170°	168°	168°	169°	164°	166°	165°	165°	165°	165°	168°	167°	166°	166°	164°	164°	165°	164°	167°	163°	165°
	1,7	9,9	7,2	6,0	8,3	19,4	8,0	7,7	8,0	6,7	7,4	10,3	7,5	8,-	6,5	8,8	8,8	8,2	10,1	7,3	7,6	1,1	1,0	0,6	0,7	6,2
	77,6	81,4	78,8	79,2	76,9	78,8	80,8	79,6	81,9	80,2	80,2	79,0	78,5	78,5	80,5	78,2	79,5	76,9	76,0	78,6	79,5	74,5	78,5	77,4	78,6	78,4
	90,5	91,8	89,6	90,8	90,0	89,6	92,3	91,2	92,3	90,8	90,6	90,5	92,0	91,7	91,8	89,0	90,5	88,4	89,0	90,8	91,2	88,7	89,0	88,9	87,9	-
	0,895	0,898	0,916	0,918	0,90	0,914	0,914	0,914	0,922	0,912	0,914	0,907	0,914	0,-10	0,915	0,912	0,918	0,906	0,894	0,907	0,898	0,877	0,898	0,900	0,900	0,914
	-23°	-11°	-27,5°	-28°	-16°	-26°	-22°	-23°	-31°	-2-°	-25°	-20°	-24°	-2-	-30°	-21,5°	-30°	-22°	-17°	-26°	-24°	+ 1°	-12°	-16,5°	-16,5°	-17°
	172°	171°	175°	172°	172°	177°	173°	173°	174°	172°	174°	175°	172°	17-	170°	174°	176°	174°	175°	174°	173°	165°	171°	172°	170°	170°
	62,5	57,5	59,0	57,5	61,0	55,5	62,5	62,0	60,0	57,0	55,0	57,0	53,0	58,0	57,0	58,5	54,0	60,0	65,5	61,5	66,0	75,0	62,0	57,0	63,0	54,0
	89,0	84,5	84,5	85,0	85,0	83,5	83,5	84,0	82,5	81,5	81,0	81,0	78,0	84,0	81,0	84,0	81,5	85,0	86,5	80,5	87,0	92,0	78,0	84,0	85,0	82,0
	95,0	92,5	94,5	94,0	93,5	91,5	93,0	93,5	92,5	91,0	91,0	91,5	89,0	92,5	91,5	92,0	91,5	94,0	93,0	93,0	95,0	97,0	95,0	93,0	95,0	93,0
		98,0	97,0	96,0	97,2	96,0	97,0	97,5	96,0	95,0	95,5	96,0	97,0	96,5	96,8	92,0	95,5	97,0		96,5	96,0			96,0	97,0	96,0
		98,5	98,0	97,0	97,8	98,0	97,0	98,0	97,5	97,0	96,8	97,0	98,0		97,8	99,0	95,5 96,5									
	260°	310°	305°	298°	348°	360°	347°	345°	348°	355°	360°	358°	330°	32-	345°	300°	360°	298°	288°	299°	295°	261°	265°	292°	294°	295°
	311	245	325	326	286	287	277	278	279	282	283	258	229	26-	265	9 a	10 a	305	306	307	22 a	23 a	24 a	27 a	28 a	29 a


Aromaten
%
70
60
50
40
30
90
80
70
60
% Ausbeute
K 7360 Ch. 6 = 2
K 8500 + 5% MoO3 / E P 1-5 = 10
K " " P 6-20 = 13
K " " P 21-30 = 9
K " " P 31-40 = 8
K " " P 41-50 = 5
K " " P 51-60 = 6
K " " P 61-80 = 7
K " " " Schnecke 22-Ofen = 3
K 7935 F 1-5/12-17 = 4
K 7935 F 30-63 = 11
K 7935 F 122-134 = 12
№ 5931 Me = 1
AP
>165°
0
-10
-20
-30
-40
% Ausbeute
Basis: Tonerde Lu, Me
1486

K 7360

F. 137 - 216 = 3
F. 602 - 681 = 5
F. 683 - 762 = 1, 4
F. 762 - 800 = 7
F. 803 - 882 = 6
F. 1243 - 1282 = 2
F. 1376 - 1465 = 8
F. 1466 - 1531 = 9
F. 1532 - 1576 = 10





1087

Ludwigshafen a. Rhein

Basis: Tonerde Op K 7360

DIN-Format A 2 (420 x 297 mm)

Hochdruckversuche
Lu 558

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

25. November 1942 No/Ki

39

Bericht über die DHD-Besprechung in Pölitz am 24. und 25. November 1942.

In den Anlagen 1 und 2 sind die Betriebszahlen von zwei Fahrperioden der DHD-Kammer 21 und einer Fahrperiode der DHD-Kammer 22 aufgeführt. Beide Kammern sind in den ersten 3 Dehydrierungsöfen mit (gekörntem) Kontakt 7360 (auf Oppauer Tonerde), im 4. Dehydrierungsofen dagegen mit (gepilltem) Kontakt 7360 L (auf Ludwigshafener Tonerde) gefüllt. Der Kontakt in Kammer 21 ist in den ersten 3 Öfen seit Januar, im 4. Ofen seit Juli 1942 in Betrieb, während er in Kammer 22 in sämtliche 4 Dehydrierungsöfen erst am 9.11.1942 eingefüllt wurde.

Obgleich beideKammern unter praktisch gleichen Bedingungen mit dem gleichen Einspritzprodukt gefahren werden, zeigt Kammer 21 eine höhere Kreislaufgasdichte und damit auch eine höhere Vergasung als Kammer 22. Nach der von der Betriebskontrolle vorgenommenen Auswertung beträgt die Vergasung (einschließlich des gelösten Gases) in Periode 33 der Kammer 21 22 %, in der Periode 30 der Kammer 22 dagegen nur 20 %.[1] Ferner zeigt Kammer 21 im Gegensatz zu Kammer 22 im 4. Ofen eine erhebliche exotherme Wärmetönung. Nach Ansicht von Dr. Steffen sind diese Unterschiede im Reaktionsverlauf der beiden Kammern darauf zurückzuführen, daß sich der gepillte Kontakt 7360 L im Laufe der Zeit immer weniger gut durchregenerieren läßt und sich infolgedessen in den seit Juni im Ofen 4 der Kammer 21 eingebauten Pillen dieses Kontaktes ein schwer wegzubrennender schwarzer Kern herausgebildet hat. Dr. Steffen wies zur Bekräftigung seiner Ansicht darauf hin, daß der im letzten Drittel eines jeden Raffinationsofens der DHD-Kammer eingebaute, gepillte Kontakt 6108 ein ähnliches Verhalten in Pölitz gezeigt hat.[2]

Nach den in Ludwigshafen vorliegenden Erfahrungen ist jedoch die von Dr. Steffen vertretenen Ansicht äußerst unwahrscheinlich. Es wurden ihm folgende Angaben über das Ludwigshafener Versuchsmaterial gemacht:

I. Sowohl Versuche in 1-Ltr.-Öfen und im 40-Ltr.-Ofen, als auch im halbtechnischen (Kammer 504) und im technischen Maßstab (Kammer 801) hat sich bisher der gepillte 7360 L bei einer Anspringtemperatur von 23 mV stets gut durchregenerieren lassen.
Als Beispielewurden genannt:

1.) Versuche im 1-Ltr.-Ofen mit Kontakt 7360 L aus Faß 1 bis 11 (ca. 15 Regenerations-Perioden).

2.) Versuche in Kammer 504 (3 Dehydrierungsöfen) mit dem gleichen Kontakt. Einbau 17.7.1941, Ausbau am 10.9.1941.

---

1) Dr. Steffen hat zu diesen Zahlen kein großes Vertrauen. Nach seiner Meinung ist der Unterschied in der Vergasung zwischen den Kammern 21-2 größer. Dem widerspricht jedoch der Verlauf der Kreislaufgas-Mengen un -Dichten und der Produktgasmengen in den beiden Kammern in Abhängigkei von der Betriebszeit, wie aus den Anlagen zu ersehen.

2) Diese Behauptung steht im Widerspruch zu einem Fernschreiben von Dr. Burian v.24.6.42, nach dem 6108 aus dem Raff.Ofen-Umbaukammer sehr gut regeneriert ausgebaut wurde.

3.) Versuche im 1-Ltr.-Ofen mit dem aus Kammer 504 am 10.9.1942 ausgebauten Kontakt (ca. 25 Regenerationsperioden).

4.) Versuche in Kammer 801 mit dem aus Kammer 504 am 10.9. ausgebauten Kontakt im ersten Drittel der Öfen 1 und 2 (in den restlichen Feldern Kontakt 7360 auf Oppauer Tonerde). Einbau am 10.11.1941, noch nicht ausgebaut.

5.) Versuche in Kammer 801 mit technischem Kontakt 7360 L in den Öfen 1 und 2 (in den restlichen Dehydrierungsöfen K 7360). Einbau am 24.6., noch nicht ausgebaut.

6.) Versuche in Kammer 801 mit Kontakt 7360 L in sämtlichen Dehydrierungsöfen. Ofen 3 und 4 eingebaut am 30.9. bis 4.10.42, noch nicht ausgebaut.

Es wurde Dr. Steffen versprochen, nach Pölitz möglichst bald Aufnahmen von ganzen und durchgeschnittenen Pillen der ausgebauten Kontakte 7360 L zu schicken.

III Anhand von Berichten über Versuche in 1-Ltr.-Öfen wurde Dr. Steffen der Unterschied zwischen der Arbeitsweise von Kontakt 7360 (auf Oppauer Tonerde) und Kontakt 7360 L (auf Ludwigshafener Tonerde) erläutert:

Bei gleicher Dehydrieraktivität (gleiche Temperatur bei gleichem Aromatengehalt des Abstreifers) geringere Spaltaktivität des Kontaktes 7360 L und als Folge davon geringere Vergasung bezogen auf den gleichen Aromatengehalt im Abstreifer.

In 1-Ltr.-Öfen wurden bei einem H_2-Druck von 20 atm, einer homogenen Temperatur von 510° und einer Cykluslänge von 8 Stunden mit einem gemischtbasischem Erdölschwerbenzin, bezogen auf 60 Vol.% Aromaten im Abstreifer, erhalten:

mit K 7360 (Qualität C) Ausbeute a.C_4-freiem Abstr. 85%, %-100: 18
mit K 7360 L (gute techn. Qualität) " " " " " 87%, %-100: 15

In der halbtechnischen Apparatur Kammer 504 (3 DHD-Öfen) wurden bei einem Abstreiferdruck von etwa 35 atm und einer Cykluslänge von 40 - 50 Stunden mit einem rumänischen, paraffinischen Schwerbenzin, bezogen auf 60 Vol.% Aromaten im Abstreifer, erhalten:

mit K 7360 (Qualität C) Ausbeute a.C-freiem Abstreifer 73 - 75
mit K 7360 L " " " " 75 - 77.

Nach Ansicht von Ludwigshafen könnte der Unterschied im Reaktionsverlauf der Kammer 21 und 22 z.B. auch dadurch bedingt sein, daß der in den Öfen 1 bis 3 der Kammer 21 eingebaute Kontakt 7360 infolge seines höheren Alters (vielleicht auch infolge von gelegentlichen Überhitzungen und Eisenablagerungen), bezogen auf die gleiche Aromatenzunahme, mehr spaltet als der entsprechende Kontakt der Kammer 22. Es wäre denkbar, daß in Kammer 21 ein günstigeres Ergebnis erzielt würde, wenn die Öfen 1 bis 3 etwas schwächer belastet würden. Einen Hinweis hierauf gibt z.B. der im Vergleich zu Ofen 4 verhältnismäßig hohe Koksanfall im Ofen 1 der Kammer 21. (Vgl. Anlage 1a). Es wurden mit Dr. Steffen folgende Maßnahmen, die in der abschließenden Besprechung auch von Dr. Wissel gebilligt wurden, vereinbart:

3.) Versuche im 1-Ltr.-Ofen mit dem aus Kammer 504 am 10.9.1942 ausgebauten Kontakt (ca. 25 Regenerationsperioden).

4.) Versuche in Kammer 801 mit dem aus Kammer 504 am 10.9. ausgebauten Kontakt im ersten Drittel der Öfen 1 und 2 (in den restlichen Feldern Kontakt 7360 auf Oppauer Tonerde). Einbau am 10.11.1941, noch nicht ausgebaut.

5.) Versuche in Kammer 801 mit technischem Kontakt 7360 L in den Öfen 1 und 2 (in den restlichen Dehydrierungsöfen K 7360). Einbau am 24.6., noch nicht ausgebaut.

6.) Versuche in Kammer 801 mit Kontakt 7360 L in sämtlichen Dehydrierungsöfen. Ofen 3 und 4 eingebaut am 30.9. bis 4.10.42, noch nicht ausgebaut.

Es wurde Dr. Steffen versprochen, nach Pölitz möglichst bald Aufnahmen von ganzen und durchgeschnittenen Pillen der ausgebauten Kontakte 7360 L zu schicken.

III. Anhand von Berichten über Versuche in 1-Ltr.-Öfen wurde Dr. Steffen der Unterschied zwischen der Arbeitsweise von Kontakt 7360 (auf Oppauer Tonerde) und Kontakt 7360 L (auf Ludwigshafener Tonerde) erläutert:

Bei gleicher Dehydrieraktivität (gleiche Temperatur bei gleichem Aromatengehalt des Abstreifers) geringere Spaltaktivität des Kontaktes 7360 L und als Folge davon geringere Vergasung bezogen auf den gleichen Aromatengehalt im Abstreifer.

In 1-Ltr.-Öfen wurden bei einem H_2-Druck von 20 atm, einer homogenen Temperatur von 510° und einer Cykluslänge von 8 Stunden mit einem gemischtbasischem Erdölschwerbenzin, bezogen auf 60 Vol.% Aromaten im Abstreifer, erhalten:

mit K 7360 (Qualität C) Ausbeute a.C_4-freiem Abstr. 85%, %-100: 18
mit K 7360 L (gute techn. Qualität) " " " " " 87%, %-100: 15

In der halbtechnischen Apparatur Kammer 504 (3 DHD-Öfen) wurden bei einem Abstreiferdruck von etwa 35 atm und einer Cykluslänge von 40 - 50 Stunden mit einem rumänischen, paraffinischen Schwerbenzin, bezogen auf 60 Vol.% Aromaten im Abstreifer, erhalten:

mit K 7360 (Qualität C) Ausbeute a.C-freiem Abstreifer 73 - 75
mit K 7360 L " " " " 75 - 77.

Nach Ansicht von Ludwigshafen könnte der Unterschied im Reaktionsverlauf der Kammer 21 und 22 z.B. auch dadurch bedingt sein, daß der in den Öfen 1 bis 3 der Kammer 21 eingebaute Kontakt 7360 infolge seines höheren Alters (vielleicht auch infolge von gelegentlichen Überhitzungen und Eisenablagerungen), bezogen auf die gleiche Aromatenzunahme, mehr spaltet als der entsprechende Kontakt der Kammer 22. Es wäre denkbar, daß in Kammer 21 ein günstigeres Ergebnis erhalten würde, wenn die Öfen 1 bis 3 etwas schwächer belastet würden. Einen Hinweis hierauf gibt z.B. der im Vergleich zu Ofen 4 verhältnismäßig hohe Koksanfall im Ofen 1 der Kammer 21. (Vgl. Anlage 1a). Es wurden mit Dr. Steffen folgende Maßnahmen, die in der abschließenden Besprechung auch von Dr. Wissel gebilligt wurden, vereinbart:

1.) Probeentnahme hinter den Öfen 1 bis 4 der beiden Kammern; Bestimmung der Siedekurven, der Anilinpunkte und der Aromaten. Möglicherweise geben bereits die dabei erhaltenen Ergebnisse einen Hinweis, ob der Kontakt der Öfen 1 bis 3 der Kammer 21, bezogen auf die gleiche Dehydrierleistung, mehr spaltet als der entsprechende Kontakt der Kammer 22.

2.) Schwächere Temperaturbelastung der Öfen 1 bis 3 der Kammer 21, um den Ofen 4 stärker an der Dehydrierreaktion zu beteiligen. Das den Ofen 3 verlassende Produkt soll möglichst nicht über 48 Vol.% Aromaten besitzen. Verläuft als Folge dieser Maßnahme die Reaktion im Ofen 4 nicht mehr exotherm, so ist dies ein Beweis dafür, dass der in diesem Ofen eingebaute Kontakt K 7360 L in Ordnung ist.[1])

3.) Falls die vorgeschlagenen Maßnahmen zu keinem eindeutigen Ergebnis führen, wird Ofen 4 geöffnet. Zeigt der Kontakt in einem größeren Teil des Ofens eine schlechte Beschaffenheit, (helle Pillen mit schwarzen Kernen), wird der Ofen 4 ausgebaut und mit in Pölitz lagerndem Kontakt 7360 gefüllt. (Fässer 4073 bis 4092 und soweit nötig beliebige der noch vorhandenen Fässer). Ludwigshafen wird von dem Ausbaubefund durch Fernschreiben verständigt und eine Kontaktprobe an Ludwigshafen gesandt. Zeigt dagegen der Kontakt gute Beschaffenheit (keine schwarzen Kerne), werden die Öfen 2 und 4 miteinander ausgetauscht. Für den Fall, daß durch diese Maßnahme eine deutliche Besserung in der Temperaturlage des 4.Ofens bewirkt wird[2]), wird Kontakt 7360 L durch eine neue Charge Kontakt 7360 L ersetzt, die in diesem Falle beschleunigt von Ludwigshafen nach Pölitz abgesandt würde. Ist jedoch die Reaktion im letzten Ofen weiterhin exotherm, soll in Erwägung gezogen werden, den Kontakt 7360 (auf Oppauer Tonerde) der Kammer 21 durch Kontakt 7360 L (auf Ludwigshafener Tonerde) zu ersetzen.

Herrn Dr.Wissel wurden auf Befragen folgende Ergebnisse der technischen Anlage Ludwigshafen für rumänisches Benzin als Ausgangsmaterial mitgeteilt:

Bezogen auf 1000 kg eingesetztes Benzin 760 kg DHD-Benzin und 30 kg Mittelöl. Zu diesen Zahlen wurde jedoch bemerkt, daß sie lediglich berechnet sind auf Grund der Kammerbilanzen weniger Tage, und ihm versprochen, die tatsächlich während eines längeren Zeitraumes erzielten Betriebsausbeuten von Ludwigshafen aus mitzuteilen. Dr.Wissel war sehr erstaunt, daß die angegebenen Ausbeuten höher liegen als in Pölitz. Er gab an, daß in Pölitz seit Monaten aus 1000 kg Ausgangsmaterial nur 720 kg DHD-Benzin und etwa 50 kg Mittelöl erhalten würden. Zu der offensichtlichen Diskrepanz zwischen diesen Zahlen und den DHD-Kammerbilanzen nahm Dr.Steffen in Anwesenheit von Dr.Wissel keine Stellung. Auf Befragen erklärte er hinterher, daß die Kammerbilanzen seiner Meinung nach richtig seien und bestimmt keinen höheren Gas- + Koksverlust ergäben als 22 bis maximal 24 %. Da von 1000 kg Ausgangsmaterial nach Abtrennung des Leichtbenzins 800 kg an die DHD-Stufe eingesetzt werden, müßten, bezogen auf 1000 kg Ausgangsmaterial, mindestens 760 kg DHD-Benzin und 50 kg Mittelöl erhalten werden. Dr.Steffen erklärte, daß er sich nur um

---

1) Von Dr.Steffen wurde darauf hingewiesen, daß die vorgeschlagene Maßnahme deswegen schwer durchzuführen sei, weil die Vorheizer der Öfen 3 und 4 in der gleichen Gasse liegen und daher die Eingangstemperaturen dieser Öfen miteinander gekoppelt seien. Demgegenüber ist jedoch darauf hinzuweisen, dass Ofen 3 durch Kaltgas geregelt werden könnte. Ausserdem müßte berücksichtigt werden, daß in steigendem Maße neben dem 5058-Benzin auch wieder 6434-Benzin eingesetzt würde.

2) bei gleicher Aromatenverteilung in den einzelnen Öfen.

seine Kammerbilanzen kümmere und für ihre Richtigkeit einstehe. Die Gesamtbilanzierung einschließlich der Vordestillation, der Redestillation und der Zumischung der leichten Anteile + Fremdpentan interessiere ihn weniger. Es wurde von mir darauf hingewiesen, daß es im sachlichen Interesse notwendig sei, eine Klärung der obigen Diskrepanz herbeizuführen.

Auf meine Bitte übergab mir Dr. Steffen ein Kurvenblatt, auf dem in Abhängigkeit von der Regenerationszeit die Menge des im Spülwasser und des im Gas als SO_4, S, SO_2 und H_2S ausgebrachten Schwefels aufgezeichnet ist. Dr. Steffen bemerkte hierzu, daß in Zukunft in Pölitz während der Regeneration nur noch bis zum Sauerstoffdurchbruch des 4. DHD-Ofens mit Wasser, von da ab aber mit laugehaltigem Wasser gespült werden solle, um Korrosionen zu vermeiden.

gez. Nonnenmacher

Anlage 1a.

Einspritzung: A.P.I: 42°C; Siedebereich 100-180°C; Aromaten 14,5 Vol.%

Kammer 21 (Ofen 1,2,3 K 7360 im Januar 1942 eingebaut, Ofen 4 K 7360L im Juli 1942 eingebaut)

Periode 39 (11.-18. Novb.) 18 m^3/h Einspritzung/14000 cbm/h Kreislaufgasmenge, 30 atm Abscheiderdruck.

Periodenlänge: **176 Stunden.**

Betriebsstunde		15	50	100	150	175
Temperatur mV						
Ofen 1	Eingang	26^9	27^1	27^3	27^5	27^6
	Ausgang	23^3	23^8	24^5	24^8	25^1
Ofen 2	Eingang	27^4	27^6	27^9	28^0	28^2
	Ausgang	25^3	25^4	25^8	26^5	26^8
Ofen 3	Eingang	26^9	26^9	27^1	27^4	27^5
	Ausgang	26^3	26^3	26^5	26^7	27^0
Ofen 4	Eingang	26^3	26^2	26^5	26^7	26^8
	Ausgang	26^6	27^5	27^7	27^6	27^3
KreislaufMenge		2820	2780	2640	2460	2440
gas Dichte		0,38	0,43	0,45	0,46	0,47
Druck atü vor dem Regenerator des Ofen 1		50	49	50	49	50
Vor dem Ausgangskühler		30	30	30	30	30
Produktgasmenge		590	590	670	670	750
Temperaturdifferenz						
Ofen I		-3^5	-3^3	-2,8	-2,7	-2,5
" II		-2^1	-2^2	-2,1	-1,5	-1,4
" III		-0,4	-0,3	-0,6	-0,7	-0,5
" IV		+0,3	+1,3	+1,2	+0,9	+0,5
Vol.% Aromaten des Abstreifers (best. nach d. H_2SO_4-Meth.) nach:						
Ofen I		36 = 45%	35 = 44%	34 = 43%	33 = 39%	
" II		50 = 30%	49 = 30%	48 = 31%	50 = 36%	
" III		58 = 17%	56 = 15%	56 = 17%	57 = 15%	
" IV		62 = 9%	61 = 11%	60 = 9%	62 = 10%	
Abstreifer A.P.I						
nach I		26,1	27,5	25,1	25,3	25,5
II		12,1	10,7	10,7	11,4	12,1
III		1,7	2,1	1,7	2,5	2,5
IV		-2,9	-3,0	-2,9	-2,9	-3,1
AP d. Abstreifers		-2,9	-2,3	-2,5	-2,7	-2,9
Kokswerte: Ofen I		0,51 to				
II		0,34 "				
III		0,38 "				
IV		0,29 "				

Anlage 1 b

Kammer 21 Periode 40 (noch nicht beendet).

Stunden		7	15	30	100	150	175
Temperatur MV							
Ofen 1	Eingang	27,0	27,0	27,6	27,8	27,9	
	Ausgang	23,6	23,7	24,0	24,8	25,4	
Ofen 2	Eingang	27,7	27,7	27,9	28,4	28,4	
	Ausgang	25,3	25,4	25,6	26,0	26,4	
Ofen 3	Eingang	26,8	26,6	26,9	27,3	27,4	
	Ausgang	26,4	26,3	26,4	26,8	27,1	
Ofen 4	Eingang	26,4	26,4	26,4	26,7	26,9	
	Ausgang	26,6	26,9	27,3	27,6	27,6	
Kreislaufgasmenge		2950	2760	2700	2880	2490	
Kreislaufgasdichte		0,38	0,40	0,41	0,415	0,435	
Produktgasmenge		590	670	670	670	750	
Temperaturdifferenz							
Ofen I		-3,4	-3,3	-3,6	-3,0		
Ofen II		-2,4	-2,3	-2,3	-2,4		
Ofen III		-0,4	-0,3	-0,5	-0,5		
Ofen IV		+0,2	+0,5	+0,9	+0,9		
Vol.% Aromaten nach							
Ofen I			34	35	36		
Ofen II			50	49	52		
Ofen III			56	57	59		
Ofen IV			62	61	62,5		
Abstreifer A.P. I nach							
Ofen I		24,9	24,6	24,6	23,8		
Ofen II		12,1	11,4	11,4	10,2		
Ofen III		1,1	2,2	2,6	0,8		
Ofen IV		-3,4	-2,6	-2,4	-4,0		
A.P. d.Abstreifers		-3,3	-2,6	-2,2	-3,4		
Kokswerte		liegen noch nicht vor.					

Anlage 2

Einspritzung: A.P. I 42°C, Siedebereich 100-180°C, Aromaten 14,5 Vol.%
Kammer 22: (Ofen 1,2,3 K 7360 am 9.11. eingebaut, Ofen 4 K 7360 L am 9.11. eingebaut.
Periode 30 (14.-23.11.42): 18 m³/h (bis zur 25.Std.: 15 m³/h!)
Kreislaufgas 14 000 m³/h, Abstreiferdruck: 30 atm)

Dauer 197 Std.

Betriebsstunde	5	15	50	100	150	175
Temperatur MV						
Ofen 1 Eingang	27	26,9	27,0	27,3	27,5	27,8
Ausgang	23	23,0	23,5	24,3	24,7	24,8
Ofen 2 Eingang	27,8	27,8	28,0	28,3	28,5	28,5
Ausgang	25,8	25,6	25,8	26,0	26,6	26,9
Ofen 3 Eingang	26,4	26,3	26,7	27,0	27,3	27,9
Ausgang	26,6	26,2	26,4	26,7	27,0	27,5
Ofen 4 Eingang	25,9	25,6	26,0	26,5	26,7	27,1
Ausgang	26,0	25,5	26,0	26,5	26,7	27,2
Kreislaufgas-Menge m³/h	2520	2760	3050	2820	2940	2970
Kreislaufgas-Dichte	0,36	0,34	0,33	0,35	0,37	0,39
Druck atü vor dem Regenerator des Ofen 1	49	49	52	53	52	52
Vor dem Ausgangskühler	31	31	32	31	31	51
Produktmenge	590	420	580	580	750	750
Temperaturdifferenz						
Ofen I	-4	-3,9	-3,5	-3,0	-1,8	-3,0
Ofen II	-2	-2,2	-2,2	-2,3	-1,9	-1,6
Ofen III	+0,2	-0,1	-0,3	-0,3	-0,3	-0,4
Ofen IV	+0,1	-0,1	0,0	0,0	0,0	10,1
Vol.% Aromaten des Abstreifers nach						
Ofen I		35	33	32		
Ofen II		49	48	49		
Ofen III		56	55	58		
Ofen IV		59	58	61		
Abstreifer A.P.I nach						
Ofen I		24,3	24,7	25,7	24,8	26,2
Ofen II		[illegible]	[illegible],5	10,9	11,2	10,8
Ofen III		1,1	2,3	2,5	2,6	1,2
Ofen IV		-2,9	-2,9	-2,1	-2,0	-3,8
A.P. des Abstreifers		-3,6	-2,9	-2,9	-1,8	-1,7
Kokswerte			(liegen noch nicht vor)			

Hochdruckversuche
Lu 558.

14. November 1942. Sgt/I.

(40)

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

Verwendung eines elektrisch beheizten, vielfach parallel geschalteten Rohrenbündels als Zwischenvorheizer in der 1 cbm DHD-Versuchskammer 504.

Zusammenfassung.

In Kammer 504 ist ein aus 22 parallel geschalteten Rohren bestehendes elektrisch beheiztes Rohrbündel 7 Monate im Betrieb gewesen, ohne dass eine Koksbildung an den heissen Rohrwandungen festgestellt werden konnte. Ein wesentlicher Teil der Rohre wurde zwar bei Ausbau des Rohrbündels mit Kontakt- und Eisenstaub verstopft vorgefunden, jedoch ist dies wahrscheinlich auf vorhandengewesene besonders ungünstige Verhältnisse zurückzuführen bzw. lassen sich leicht Maßnahmen treffen, die derartige Verstopfungen verhindern.

Versuchsausführung.

Anstelle von normalen, in der Hydrierung üblichen Haarnadeln mit Heizrippen ist für die Dehydrieranlage Scholven erstmalig als Vorheizer ein vielfach parallel geschaltetes Röhrenbündel vorgesehen, bei dem die einzelnen Rohre aus Rillenrohren bestehen, wie sie in Krackanlagen Verwendung finden. Als Vorversuch wurde in unserer DHD-Versuchskammer 504, die mit 3 Reaktionsöfen und 1 Raffinationsofen von je 300 Ltr. Katalysator-Inhalt ausgerüstet ist, am 10.7.1941 zwischen dem normalen elektrisch beheizten Zwischenvorheizer 1 und Ofen 2 (siehe Schemazeichnung Bild 1) zusätzlich ein elektrisch beheiztes Röhrenbündel eingebaut, das aus 22 haarnadelförmig gebogenen Rohren 10 x 23 Ø aus N 6- bzw. N 8-Material bestand. Die Rohre waren an der Eingangs- und Ausgangsseite ähnlich wie bei den in der Hydrierung üblichen Regeneratorenbündeln in einen Trichterboden eingezogen. Einzelheiten der Konstruktion sind aus Bild 2 (Zeichnung Rsk 6015-4/2613) ersichtlich. Zum Aufheizen dienten 11 elektrische Heizkreise, über die sich auf der Zeichnung auch nähere Angaben finden.

Das Rohrbündel war in der Zeit vom 10.7.41 bis 17.2.42 in die Apparatur eingebaut, es war also im ganzen 7 Monate in Betrieb. In dieser Zeit sind in der Versuchskammer verschiedene Ausgangsstoffe dehydriert worden, wobei Durchsatz und Temperaturen entsprechend der Leistung der Apparatur, insbesondere des Vorheizers und der Zwischenvorheizer variiert werden mussten. Die in Tabelle 1 wiedergegebenen Betriebsbedingungen einiger ausgesuchter DHD-Perioden zeigen diese Verschiedenheiten. Es wurde in den ersten Monaten des Versuches im Röhrenbündel eine mässige Aufheizung um etwa 10°C eingestellt, nachfolgend wurde dann dieser Teil der Aufheizung wesentlich gesteigert entsprechend der Belastung bei Ausführung eines derartigen Vorheizers in der Praxis.

-2-

Beim Ausbau des Bündels am 18.2.1942 ergab sich, dass von den 22 Rohren nur noch 9 vollständig frei waren und zwar vorwiegend die Rohre in der Mitte, während die übrigen Rohre mehr oder weniger verstopft waren. Bild 3 gibt den Befund in den einzelnen Rohren nach Absägen der Bögen wieder und zeigt, dass die Verstopfungen in der Hauptsache in der Mitte der einzelnen Rohre und in den Bögen lagen. Das in den Rohren abgesetzte Feste hatte folgende Zusammensetzung:

79,62 % Asche
20,38 % organische Substanz.

Die Analyse der Asche war folgende:

63,2 % Al_2O_3
22,4 % Fe_2O_3
6,5 % MoO_3

Die Festeablagerung bestand also in der Hauptsache aus Kontaktstaub neben Eisenoxydstaub, der durch Materialverzunderung während der Regeneration entstanden sein muss. Bei Verwendung von abriebfesterem Kontakt und bei Verwendung von zunderfestem Material dürfte eine derartige Ablagerung nicht mehr zu befürchten sein. Ausserdem waren in unserer Versuchsapparatur die Produkt-Gas-Geschwindigkeiten in den einzelnen Rohren mit 5-7 m/sek. verhältnismässig klein, während sich z.B. für den Scholvener Röhrenvorheizer Geschwindigkeiten von 12-15 m/sek. errechnen. Hinzu kommt, dass bei unserem Versuchsbündel die Abmessungen der einzelnen Rohre mit 10 mm lichtem Durchmesser verhältnismässig klein sein mussten und so schon bei geringen Staubablagerungen eine weitgehende Verstopfung einzelner Rohre begünstigten. Das wesentliche Ergebnis der Untersuchung ist, dass das abgesetzte Feste nicht auf Koksbildung durch Zusetzung von Benzindämpfen an den heissen Rohrwandungen zurückzuführen ist. Abgesehen davon, dass bei den grosstechnischen DHD-Anlagen, wie oben ausgeführt, wesentlich günstigere Verhältnisse vorliegen, die das Auftreten von Kontakt- und Eisenstaub (durch Verzunderung) in den Rohrleitungen, insbesondere Zwischenvorheizern zwischen den einzelnen Öfen kaum befürchten lassen, so würden sich eintretendenfalls abhelfende Massnahmen wie z.B. der Einbau von Sieben oder Staubabscheidegefässen leicht treffen lassen.

gez. Süssenguth
gez. Dinkler
gez. Simon

Tabella 1.

	8.IX.	22.IX.	29.IX.	28.IX.	30.X.	26.XI.	4.XII.	7.XII.	6.I.42	25.I.
	114				110	102	124	35	145	152
	700	600	600	600	540	500	600	500	650	620
	256									
	512	512	502	505	535		505	495	500	520
					530	525	500		515	
					12		17	22	32	25
					2000	1300	1400			
	37600	37600	37600	37600						

1097

Bild 1

Umgang

Regi.Ka

265

264

45Φ

Elektr. Vorheiz.

Z. Ihm N8090-2

Rohre N8, 45×2,6

160 × 10 10019

167

100 a

2000

201

202

203

204

101

102

103

104

262

263

261

16Φ

16Φ

3000

9000

12000

165

125

166

161

162

163

115

114

Reg.-Zeichn. 113611-1

mittlere Heizfl. je 16,8 m²

H = 45 cm F = 43 cm

HK1

HK2

HK3

HK4

HK5

HK6

HK11

HK10

HK9

HK8

HK7

Lieferung von 501, 524

N2

D 18 × 30 Φ

Einspritz-Pumpen

kg/Std

E

I

II

45°

16 Φ

* Erklärung

HK = Heizkreis

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft Ludwigshafen am Rhein Tag 5.11.42 Name Kinzel	Maßst.	Urheberrechtsschutz nach DIN 34	RsK 6365-16

Zugehörige Zeichnungen	Zchg. Nr.	RsK.
Rohrboden u. Trichter z. Rohrenbündel	6014-4	
Rohre und Bögen " " "	6020-4	

Geheizte { Außenfläche = 7,75 m²
Innen " = 6,75 m²
Gesamte Heizleistung = 11 × 4 = ca. 44 KW
Abstrahlung = ca. 6 KW
ca 5550

Stück-zahl	Benennung	Teil	Werk-stoff	Lager Nr. Modell Nr.	Gewicht	Bemerkung

5 Heizkreise Säule II = 4900 (vorhanden)

140 2500 800 1600 16–20 stark.

325 lg. = 9a
Muffe = 17
Elemente an den einzelnen Rohren.

Ausgang zum Ofen 2

Eingang (vom 5 Rohren Vorheizer).

Schlackenwolle

22 Rohre 10×2,3+ N6 u. N8 auf dem Teilkreis 185 ϕ.

3 × 1600 + 6 Heizkreise Säule I = ca. 4900 (vorhanden)

950 = 7

320 500 180 320

+6 +6 ⌀ 6+

4 = 58 × 380 lg. Gasrohr 3/4"

330 400 450

5/8" × 45 lg. = 2

515 515 250 195 185 ϕ 245 ϕ

Flach-E. 50 × 8 = 1

600

1170 1170 1170 1170 4850 ca. 1170

14 16 DNP14 13 15 22 Löcher 24,5 ϕ

Thermohülse 9 × 124

*Diese Bleche erst bei Montageschweißung.

Änderungen

Bestell Nr.	Bau Nr.	Bestellung	Besteller	Jahr
Paßsystem Einheitsbohrung		Betriebsdruck 60 atü Probedruck 80 atü " Temp. 550 °C		

	Tag	Name
gezeichnet	19.2.41	Kirchner
geprüft		
verglichen		

RsK. 6015-4 / 2613

Maßstäbe	I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft Ludwigshafen am Rhein
1:5	

Alle Rechte aus dem Urheberrechtsgesetz vom 19. 6. 1901 stehen uns zu. Die Zuwiderhandlung ist nach Gebrauch sofort zurückzugeben. Sie darf weder vervielfältigt, an Dritte oder Fremde verwertet oder an dritte Personen zugänglich gemacht werden. (Gesetz vom 7. 6. 1909 § 16) Siehe auch Ziff. 24.

Ersatz für
Ersetzt durch

Bild 2

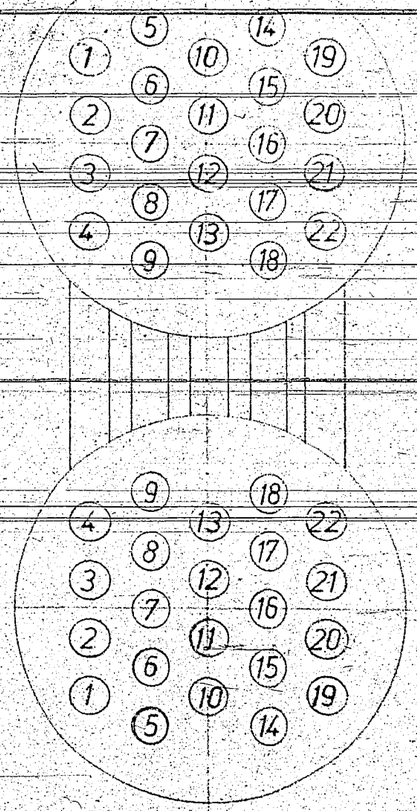
Bau Nr. Lu 541 Betrieb: Hochdr-Versuche Gegenstand: Elektr. beh. Rohrenbündel. (Ka. 504)

Bild 3

Eingang 1
Ausgang 1

2
3
4
5
6
7
8
9
10
11
12
13
14
15
16
17
18
19
20
21
22

Gaseingang



Gasausgang

Einzelne Rohre sind wie neben gezeichnet mit Kontaktstaub verstopft 1100

9/1

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen am Rhein

Tag 5. 11. 40 Bearb. Name Schröder

Ausbaubefund des Rohrenbündels Kamm. 504

Maßst. 1:20

Urheberrechtsschutz nach DIN 34

RSk. 6300 3

Pause hier abschneiden

Hochdruckverbuche
Ka 558

den 25. Juli 1941 Ro/Ry

(1)

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

Herstellung von Hochleistungskraftstoffen nach dem DHD-Verfahren.

Die Herstellung von aromatenreichen Hochleistungsbenzinen nach dem DHD-Verfahren soll nach dem neuen Göring-Plan in verstärktem Maße erfolgen. Die technische Ausführbarkeit des Verfahrens hat sich bereits durch den erfolgreichen Betrieb einer DHD-Kammer in Pölitz seit Mitte dieses Jahres erwiesen. Diese Kammer wurde zwecks schnellster Gewinnung von grosstechnischen Erfahrungen bis zu einem gewissen Grade behelfsmässig eingerichtet. Sie hat eine Einspritzung von 7-9 t/Std., während für die neuen Anlagen Kammern mit einer Einspritzung von 17-20 t/Std. vorgesehen sind. Die bisherigen Ergebnisse dieser Pölitzer DHD-Kammer entsprechen bisher weitgehend den nach theoretischen und halbtechnischen Versuchen erwarteten.

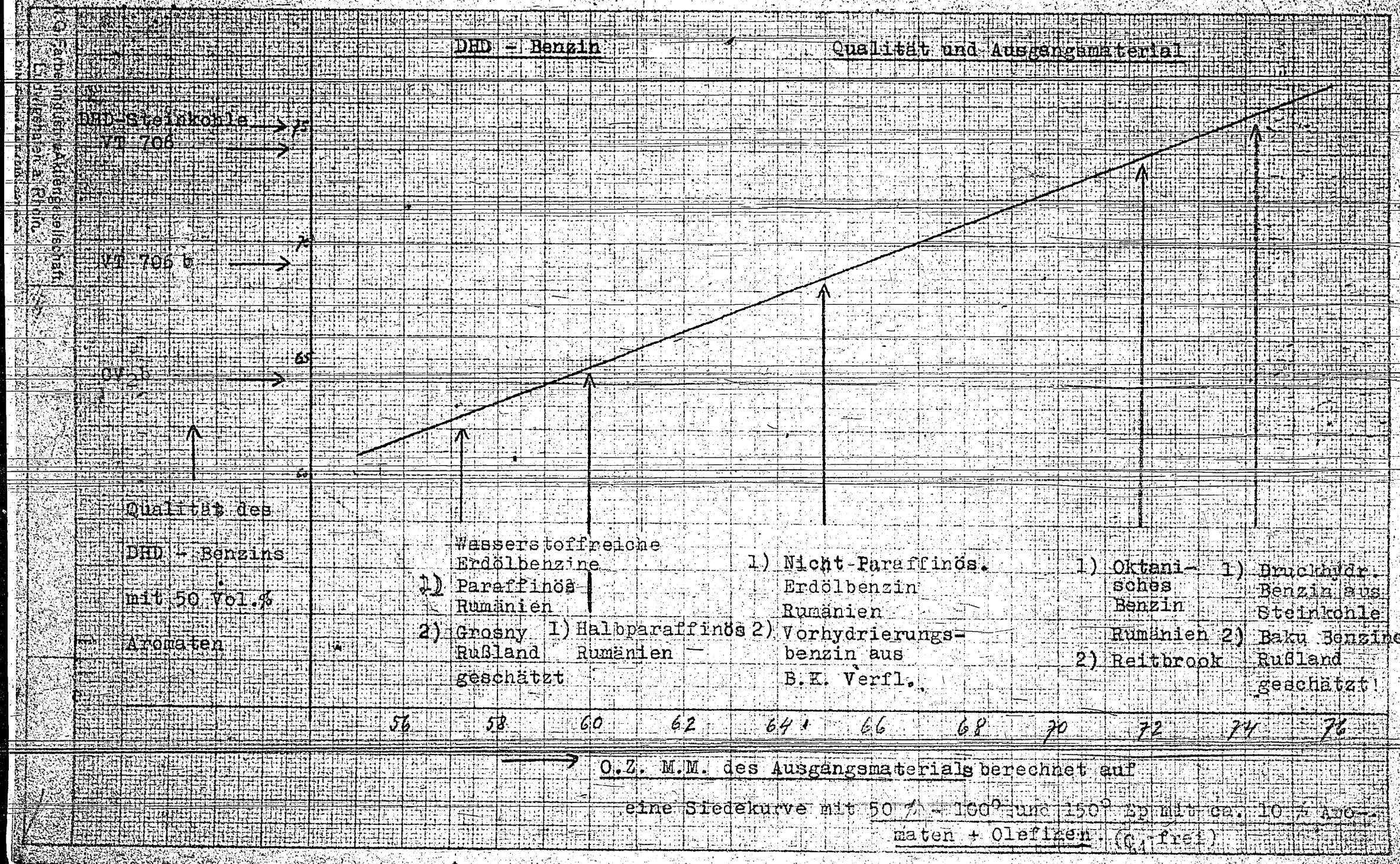
Für den Bau und die Rohstoffversorgung der neuen Anlagen müssen die Qualität und die Ausbeute des erzeugten DHD-Benzins sowie die optimalen Arbeitsbedingungen für einen möglichst weiten Rohstoffbereich bekannt sein. Im folgenden werden hierfür Unterlagen auf Grund von Versuchen in einer halbtechnischen Apparatur von 2 l Kontaktvolumen und von Kleinversuchen im 30 bis 100 und zum Teil auch 1 Liter-Ofen gegeben.

Die Qualität (Überladeleistung) der DHD-Benzine hängt von Gehalt an Aromaten und der Klopffestigkeit des Restbenzins ab. Während der Gehalt an Aromaten sich weitgehend (unter entsprechender Veränderung der Ausbeute) durch die Arbeitsbedingungen einstellen lässt, hängt die Qualität des Restbenzins in erster Linie vom Ausgangsmaterial ab, je klopffester dieses ist, umso klopffester ist auch das DHD-Benzin bei gleichen Arbeitsbedingungen und umso höher ist seine Überladeleistung.

Einen Anhaltspunkt für die Abschätzung der Qualität der DHD-Benzine gibt die beiliegende Abbildung 3. Es wurde, um Vergleichsmöglichkeiten zu erhalten, angenommen, dass stets auf ein DHD-Benzin mit 50 Vol.% Aromaten gearbeitet wird. Die Qualität wurde durch die Überladeleistung nach der derzeitigen Bestimmungsmethode bei 130°C ausgedrückt und zum Vergleich die Überladeleistung der Aromaten

Abb. 1

DHD = Benzin — Qualität und Ausgangsmaterial



Hochleistungskraftstoffe CV_2b (Aromatisierungsbenzin Scholven), VT 706[b] (Aromatisierungsbenzin Wesseling -165°C), VT 706 (Aromatisierungsbenzin Wesseling -185°C) und DHD-Benzin aus Steinkohle gewählt. Als Absolute wurde die Oktanzahl (Motormethode) des Ausgangsbenzins für das DHD-Verfahren eingesetzt. Dieses muß jedoch, um eine einfache Abhängigkeit zu erhalten, auf vergleichbare Siedekurve und gleichen Aromatengehalt bezogen werden. Es wurden für die Siedekurve etwa 50 % -100°C und Endpunkt 150°C, für den Gehalt an Aromaten und Naphthenen rund 40 % eingesetzt.

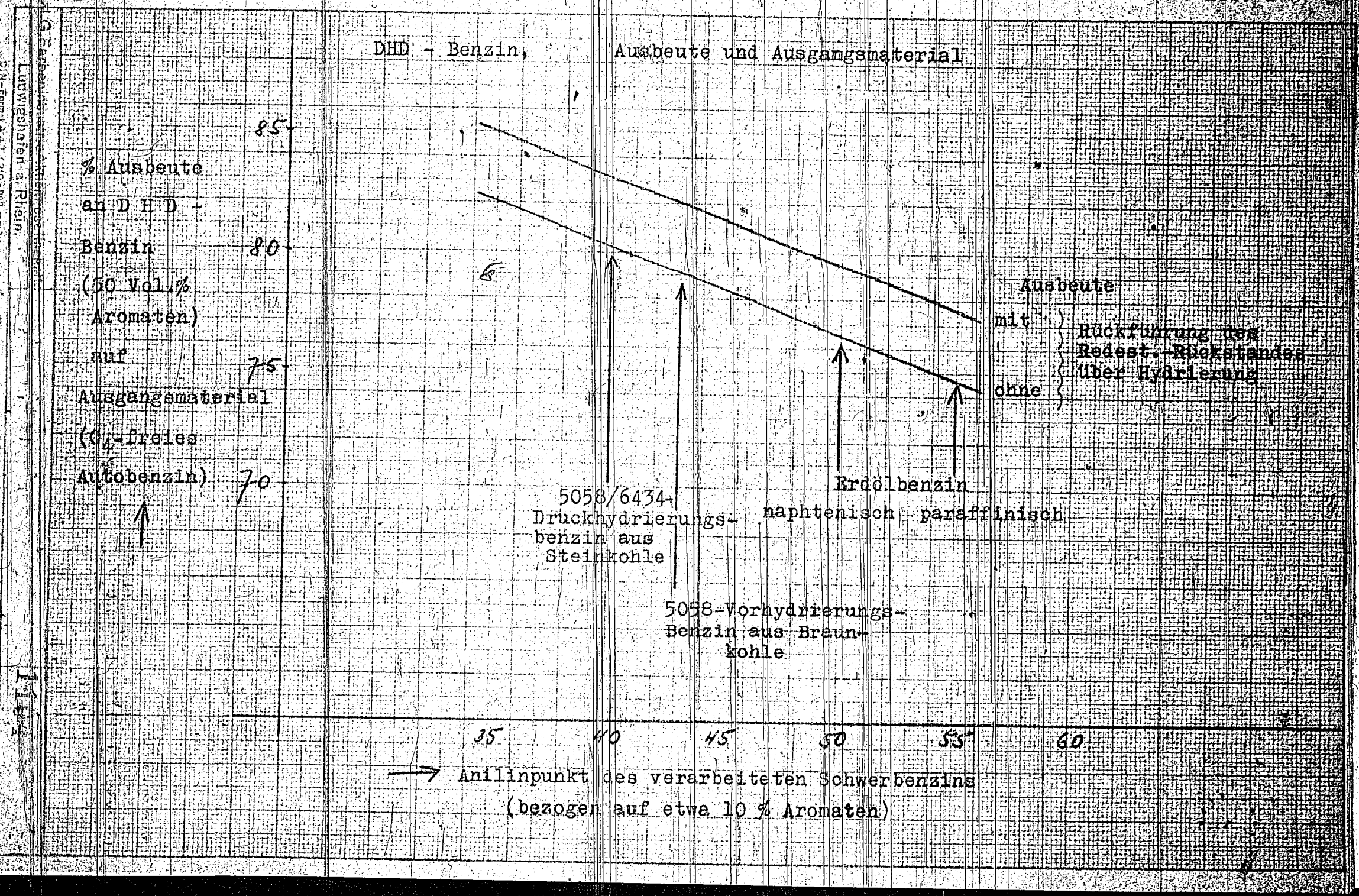
Wie die Abbildung 1 zeigt, ergeben Benzine mit einer Oktanzahl von 72 (hierher fallen z.B. oktanisches Benzin Rumänien und auch Literatur Erdölbenzine) ein DHD-Benzin, das etwa dem aus Steinkohle entspricht. Wasserstoffreiche Erdölbenzine (z.B. halbparaffinös Rumänien) geben DHD-Benzine, die etwa wie CV_2b liegen, während paraffinische Benzine (z.B. paraffinös Rumänien, nach Literatur Ivany, Rußland) sich etwas schlechter verhalten.

Die Ausbeute an DHD-Benzin mit bestimmten (z.B. 50%) Aromatengehalt ist um so höher je wasserstoffärmer das verarbeitete Benzin ist. Mit anderen Worten, naphthenreiche Benzine geben höhere Ausbeuten. Einen Überblick über die Ausbeute in Abhängigkeit vom Aromatengehalt des verarbeiteten Schwerbenzins als Maß für den Wasserstoffgehalt gibt Abbildung 2[1]). Um diese Ausbeute zu erhalten, muß das Ausgangsbenzin eine geeignete Siedekurve aufweisen. Bei dem nur bis angelassenen Endpunkt von 165°C für Hochleistungsbenzine und den gewählten Dampfdruck ist ein Ausgangsmaterial mit etwa 50-60°C Siedebeginn, 15-25% -100°C und 90% -160°C erforderlich. Bei einem höheren Gehalt an Anteilen -100°C kann gegebenenfalls ein Überschuß an Leichtbenzin eintreten. Enthält das Benzin mehr hochsiedende Anteile, so muß mehr Schwerbenzin abgeschnitten werden um den geforderten Endpunkt von 165°C einzuhalten. Dieses Schwerbenzin kann natürlich spaltend hydriert und in die DHD-Anlage zurückgeführt werden.

1) die obere der beiden Kurven gilt unter der Annahme, daß der Destillationsrückstand des DHD-Verfahrens hydriert und zurückgeführt wird; die untere gilt ohne diesen Destillationsrückstand.

Abb. 2

DHD - Benzin, Ausbeute und Ausgangsmaterial



An sonstigen Forderungen ist mit Rücksicht auf die Aggregate ein niedriger Schwefelgehalt (möglichst unter 0,02%) erwünscht. Das Benzin soll wenig Olefine enthalten, erwünscht ist eine Jodzahl unter 20. Olefinreichere Benzine können nach Vorhydrierung oder evtl. unter anderen Arbeitsbedingungen bei Veränderter Produktion der DHD-Anlage verarbeitet werden.

Für die Verarbeitung von Hydrierungsbenzinen wurden die DHD-Anlagen für 50 atm Druck ausgelegt. Bei diesen Druck gerannt von an langen Betriebszyklen gebildete DHD-Benzine, bei wasserstoffreichen Benzinen, z.B. vielen Erdölbenzinen, wird bei niedrigeren Druck eine geringere Aufspaltung zu leichten Anteilen, also auch ein geringerer Gasverlust erzielt. Andererseits erfolgt hierbei eine größere Bildung von hochsiedenden Anteilen und Koks. Insgesamt bewirkt eine Erniedrigung des Druckes z.B. von 50 auf 25 atm bei einem wasserstoffreichen Erdölbenzin, wie folgende Tabelle zeigt, eine Erhöhung der Ausbeute an flüssigem Produkt und auch an Benzin, damit verbunden ist eine erhöhte Koksbildung, die eine Verkürzung der Betriebsperioden (von einer Regeneration der Kontakten zur nächsten) zur Folge hat.

Dehydrierung eines wasserstoffreichen Schwerbenzins

Druck atm	50	25
Ausbeute in Gew.% auf eingesetztes Schwerbenzin:		
Benzin[1]	72,4	73,4
Rückstand	3,8	5,2
Gase	23,55	21,0
Koks	0,25	0,4
Benzin[1]		
% -100°C	32	26
Jodzahl	1,5	4

1) Ohne die vorher abdestillierten leichten Anteile, die zur Herstellung des Fertigbenzins wieder zugemischt werden.

Die bei niedrigerem Druck erzeugten Benzine haben einen höheren Gehalt an Olefinen, die Jodzahl liegt aber noch unterhalb der zulässigen Grenze von 4.

Die nun zu erstellenden DHD-Anlagen werden für einen Druck von 50 atm gebaut. Die Auslegung erfolgt, ohne dass besondere Mehrkosten dadurch entstehen, in der Weise, dass auch bei 25 atm Druck gearbeitet werden kann. Die gleiche Anlage kann also Steinkohle- und Erdölbenzin mit günstiger Ausbeute verarbeiten, bei wasserstoffreicherem Benzin wird die Produktion voraussichtlich etwas tiefer liegen wie folgende theoretisch berechnete Tabelle zeigt:

Druck atm	50	25
% Benzin	72,4	72,4
% Koks	0,25	0,4
Länge der Betriebsperiode Std.	45	30
Regenerationsdauer Std.	15	15
Leistung einer Kammer t/Jahr	100 000	91 000

Es sei noch erwähnt, dass Kleinversuche die Möglichkeit gezeigt haben, durch einen neu ausgearbeiteten Kontakt die Benzinausbeute zu erhöhen und die Koksbildung zu vermindern. Die Erprobung dieses Kontaktes in einer halbtechnischen Apparatur (1000 Kontakt) ist in Vorbereitung.

Die grössere Ausbeute bei manchen Benzinen bei höherem Druck (z.B. 50 gegen 25 atm) ist im wesentlichen auf eine grössere Temperaturempfindlichkeit der Reaktion bei höherem Druck zurückzuführen, da man Durchsatz und Arbeitstemperatur nicht immer dem Optimalwerten anpassen kann. Kleinversuche geben Hinweise, dass es möglich ist, diese Temperaturempfindlichkeit durch Weiterbildung des Kontaktes zu vermindern, so dass es nicht ausgeschlossen erscheint, einheitliche Arbeitsbedingungen anzuwenden.

gez. Donath
Nonnenmacher

Hochdruckversuche
Lu 558

18. Juli 1941. Lü/Pf.

D H D - K a m m e r 5 0 4 .

Vergleich der Betriebsergebnisse der Dehydrierung von verschieden vorhydrierten Braunkohleverflüssigungsbenzinen.

Zusammenfassung:

Die Ergebnisse der Dehydrierung eines 5058- und eines 7846-Vorhydrierungsbenzines aus Braunkohleverflüssigung, Merseburg, wurden den Ergebnissen des DHD-Fahrens von Benzin aus dem 7846/6434-Abstreifer, wie er betrieblich anfällt, bezw. von 6434-Benzin, das frei von Vorhydrierungsbenzin ist, gegenübergestellt.

Da das reine 6434-Benzin als Einspritzprodukt bereits ca. 17% Aromaten enthielt, war bei ungefähr gleichen Betriebsbedingungen die Ausbeute an C_4-freiem Abstreifer von 67 Gew.% Aromaten mit 61,5 Gew.% deutlich größer als beim Fahren des 7846/6434-Benzins mit 15,5 % Aromaten im Einspritzprodukt. Von letzterem wurden etwa 78,7 Gew.% Abstreiferanfall erhalten, d. i. ein wenig mehr als die Ausbeute aus den reinen Vorhydrierungsbenzinen, die mit etwa 78,4% Abstreifer - Ausbeute dehydriert wurden. Beim 6434-Benzin war, wie zu erwarten, die H_2-Abspaltung am geringsten (ca. 0,6 % gegen 0,7 - 0,9 % Gew.%/Einspritzung bei den anderen Benzinen) was insbesondere in der geringen Überschußgasmenge von etwa 130 cbm/to Einspritzung gegen sonst 160 - 200 cbm zum Ausdruck kam; bei diesem Benzin war die Koksbildung mit 0,18 % C/Einspritzung größer als bei den übrigen (0,12 % C). Die negative Wärmetönung bei der Dehydrierung war bedeutend, sie erreichte 160 Cal/kg Einspritzung als höchsten negativen Wert beim 7846-Vorhydrierungsbenzin; bei den anderen Benzinen 110-120 negative Kalorien.

Die durch die Dehydrierung gewonnenen 50 Vol.% Aromaten enthaltenden Endprodukte der einzelnen Einspritzbenzine waren Hochleistungskraftstoffe der Motorzahlen 80 ohne Pb, 93-96 mit Pb-Zusatz.

1) Der Wert war etwas höher als normal.

Versuche: **1.) Einspritzprodukt.**

Die Eigenschaften der Einspritzprodukte sind in der anliegenden Tabelle 1 angeführt. Die Produkte hatten ein spez. Gewicht von 0,778, die Siedegrenze von etwa 85 - 179° C. In der Zusammensetzung waren sie etwas verschieden: Das 7846-Vorhydrierungsbenzin hatte 51 % Naphthene und nur 13,5 % Aromaten, das 6434-Benzin ca. 17,5 % Aromaten und 42 % Naphthene, die beiden anderen Benzine zeigten dazwischenliegende Mittelwerte.

2.) Dehydrierung.

Für den Vergleich wurden aus den einzelnen Fahrzeiten mit den verschiedenen Ausgangsprodukten die charakteristischsten bezw. zuverlässigsten Perioden in der Tabelle 2 zusammengestellt.

Die Dehydrierung erfolgte bei zweckentsprechenden, nicht zu hohen Temperaturen, bei stärkerer Temperaturstaffelung in den Öfen 1-3. Diese erreichten, gemessen an den Temperaturen des 1. Ofenelementes, im Ofen I etwa 510-536°, im Ofen II 528-538°, im Ofen III 527-535°C. Es war an sich auffällig, daß die ziemlich großen Unterschiede in den Eingangsperioden, insbesondere bei Ofen I, keine wesentlichen Unterschiede in der Ausbeute erkennen ließen; dies zeigt, daß bei im allgemeinen niederen mittleren Temperaturen und Eingangstemperaturen der Temperatureinfluß geringer ist. Besonders nieder lag die Temperatur bei Pd. 83, doch war die Temperatur gerade bei dieser Periode sehr unkonstant, sie stieg von Versuchsbeginn zu Versuchsende für jedes Ofenelement von 0,5 - 1 MV, während sie beim normalen Fahren fast konstant ist. Der angewendete Durchsatz betrug 0,4 - 0,48 kg/l Kontakt/h, die Kreislaufgasmenge 0,9 bezw. 1,8 cbm/kg Einspritzung. Auch diese Faktoren zeigten keinen Einfluß auf die Ergebnisse der Dehydrierung.

Die Ausbeutezahlen bei der Dehydrierung waren bereits in der Zusammenfassung besprochen worden. Es betrug der Anfall an C_4-freiem Abstreifer beim Fahren des 6434-Einspritzproduktes 81,5 Gew.%, beim Fahren der Vorhydrierungsbenzine nur 78,4 %.

Auch im Koksanfall und der Abspaltung von H_2 waren geringe Unterschiede beobachtet worden (siehe Tabelle 2).

Tabelle 3 gibt einen Überblick über die prozentische Verteilung der negativen Wärmetönung auf die 3 Dehydrieröfen. In Sa. betrug die Wärmetönung etwa 110 bis 120 negative Cal. bei der Dehydrierung der 5058-Vorhydrierungsbenzins, wie auch des Benzins aus dem 7846/6434- und dem 6434-Abstreifer, erreichte aber 150 - 160 neg. Cal. beim Dehydrieren des 7846-Abstreifers. Die prozentische Aufteilung zeigte vielfach einen Wärmeverbrauch von 60 Gew.% in Ofen I, von 25 - 30 % in Ofen II, der Rest entfiel auf Ofen III. Aber beim Fahren der Perioden 61, 63, 81 und 82, bei denen bei kaum geänderten Betriebsbedingungen mit 17 - 18 cbm Gas/kg Einspritzung gefahren worden war, war die bislang negative Wärmetönung in Ofen III stärker positiv. Auf Grund früherer Beobachtungen ist bekannt, daß beim Fahren größere Kreislaufgasmengen in Ofen I vorwiegend eine Naphthendehydrierung stattfindet, derart, daß im Ofen III überwiegend die Aufspaltung der Paraffine und Bildung einer KW-Vergasung verbleibt, deren positive Wärmetönung noch durch die beim Fahren der größeren Gasmenge allgemeine höhere Temperaturlage des 3. Ofens begünstigt wird. Die Perioden 81 - 84 sind ein eindeutiges Beispiel für die Verhalten, zumal die Gesamt-C-Vergasung fast unverändert blieb.

Nach Tabelle 4 wurde in allen 4 Fällen ein End-Abstreifer von etwa derselben Zusammensetzung ca. 23-25 % Paraffine, 9-11 % Naphthene, 64 - 66 % Aromaten, 2 % Ungesättigten erhalten [1], die Zusammensetzung der Proben zwischen den Öfen, die in allen Fällen eine gleichlaufende Änderung der Bestandteile anzeigen, vermitteln ein Bild des Dehydrierungsverlaufes.

In Tabelle 5 wurden die Abstreiferanalysen der Durchschnittsproben zusammengestellt; diese zeigen gegenüber Momentproben nach Tabelle 3 etwas höhere Aromatengehalte 65 - 69 % an. Der Abstreifer hatte ein spezifisches Gewicht von etwa 0,804, Siedegrenzen von etwa 40 - 190°C, einen Gew.-Anteil an Benzin von etwa 95 % bis 165°.

---

1) Nach Momentproben, die bei den einzelnen Öfen zeitlich nacheinander genommen wurden.

Die Eigenschaften der DHD-Benzine mit und ohne Leichtbenzinsatz sind in den Tabellen 6 und 7 angegeben. Die Bombenteste der DHD-Benzine ohne Leichtbenzinzusatz zeigten bis zu 1 atm Abfall, nach Zusatz des Leichtbenzins entsprachen sie den gestellten Forderungen.

Die Oktanzahlen der mit Leichtbenzin auf 50 % Aromaten verdünnten Benzine war:

Ausgangsprodukt	Vorhydrierbenzine		Fertigbenzine	
	5058	7846	6434	7846/6434
Res. ohne Pb-Zusatz	89,5	88,6	94,7	94,2
mit Pb-Zusatz	104	98,6	--	106,5
M.M. ohne Pb	80	80,2	82,5	82,2
mit Pb	93	96,5	95,6	95,2

gez. Löcker
" Simon

Tabellen.

Tabelle 1.

Untersuchung der Ausgangsprodukte:

Rohprodukt	5058 Vorhydrierbenzin Pd. 61	7846 Vorhydrierungsbenzin Pd. 75	Benzin aus 6434-Abstreifer (7846-Vorhydr.) Pd. 79, 80	Benzin aus 7846/6434-Abstr. Pd.	Leichtbenzin Me - 90° unstabilisiert	Leichtbenzin Me - 90° stabilisiert
Spez. Gew. b. 15° C	0,775	0,777	0,778	0,778	0,686	0,706
Anilinpunkt I °C	+ 43,1	+ 40,5	ca. 40	+ 40,2	+ 50,5	+ 48,7
" II °C	+ 54,5	+ 51,8	+ 54,5	+ 52,7	+ 55,1	+ 54,9
Jodzahl	2,1	2,0	ca. 3,0	--	1,9	--
Phenole	0,02					
ASTM: S.B. °C	88	94	85	80	34	44
% - 50°					19,5	1,5
% - 70°					43	23
% - 80°					66	58
% - 90°	0,5		--	1	86	87
% - 100°	6,0	3	6,5	9	92,5	95
% - 110°	27	25	23	25		
% - 120°	48	45	43	45		
% - 130°	62	61	57	59		
% - 140°	75	75	68	70		
% - 150°	86	85	78	81		
% - 160°	94	92,5	87	89		
% - 170°	97	96,5	96	96		
E.P. °C/ %	173°/98 %	179°/ [illegible] %	176°/98,5%	178°/98,5%	96°/94,5%	107°/97,5 %
Rückstand %	1,2	1,4	1,0	1,2	0,9	1,2
Verlust %	0,8	0,6	0,5	0,3	4,6	1,3
Klopfwerte:						
Res.M. ohne Pb					77	75,2
" " + 0,12% Pb					93	90,2
M.M. ohne Pb	ca. 56	ca. 56			75	73,5
" " + 0,12% Pb					92,5	87,5
Zusammensetzung:		1)				
Gew.% Paraffine	41,5	35,0	ca. [illegible],5	35,5		
" " Naphthene	43	51,5	4[illegible]	47,5		
" " Aromaten	14,5	13,5	[illegible],5 2)	15,5		
" " Ungesättigte	1	1,0	[illegible],0	1,5		

Fraktionszerlegung:	Gew.%	spez. Gew.	Arom. %	Gew.%	spez. Gew.	Arom. %	Gew.%	spez. Gew.	Arom. %
- 75°				0,[illegible]	--	--	2,2	0,[illegible]	--
75 - 100°	10,6	0,740		[illegible]	0,74[illegible]	[illegible]	24,7	0,74[illegible]	[illegible]
100 - 123°	36,9	0,755	13	[illegible]	0,764	[illegible]	19,7	0,760	[illegible]
120 - 140°	24,6	0,760	16	[illegible],0	0,786	15	22,7	0,775	9
140 - 160°	19,5	0,785	17	[illegible],3	0,80[illegible]	[illegible]	[illegible]	0,790	[illegible]
- E.P. °C	5,5	0,80[illegible]	16	[illegible],6	0,820	20	[illegible],5	0,812	14
Rückstand	2,2			2,5			4,5		
Verlust	0,7			[illegible],1			0,3		

1) Das Einspritzprodukt der verschiedenen Perioden war nicht gleich. Es [illegible] der Siedekurve und [illegible] (Aromaten von 12,5 - ca. 16 %).

2) Ungewöhnlich hoher Aro[illegible]gehalt, 17,5 - 20 %

Tabelle 2.

	5058 - Vorhydrier-benzin		7846- Vorhydrier-benzin		Benzin aus 6434-Abstreifer (7846-Vorhydr.)		Benzin aus 7846 / 6434 - Abstreifer			
	Pd. 61	Pf. 63	Pd. 75	Pd. 76	Pd. 79	Pd. 80	Pd. 81	Pd. 82	Pd. 83	Pd. 84
Betriebsbdingungen:										
Ges. Druck, atm (Eingang Ofen I)	57	57	57	57	56	59	60	60	64	67
H_2-Druck, atm (Eingang Ofen II)	27,5	28,3	32,4	27,6	29,5	30,6	32,6	28,7	30,6	36,5
cbm Gas/kg Einspritzung	1,76[1]	1,8	1,75[1]	1,82	0,92	1,78	1,74	1,87	0,89	0,92
Eingangs-/Mittlere Temperatur Of.I °C	510/474	510/474	536/486	535/485	520/478	515/486	516/478	515/473	522/473	532/490
" / " " Ofen II °C	535/515	537/522	538/517	535/508	528/510	530/513	530/510	530/508	528/498	532/510
" / " " Ofen III °C	535/533	532/532	535/531	533/525	531/526	533/532	532/528	527/525	528/516	530/528
Ofen IV- mittlere Temp. °C	296	296	296	296	296-306	296-301	296	294	293	298
Durchsatz/kg Einspritung u.l Kat/Std.	0,41	0,40	0,415	0,479	0,477	0,41	0,397	0,388	0,41	0,48
Einspritzdauer, Std.	28	36	30	30	30	22 1/2	20 1/2	30	30	27 1/2
Rohbilanz, Ausbeute, Gew.% für Verlust = 0 :										
Abstreiferprodukt, C_4-frei (einschl. Gasbi)	78,60	78,30	78,2	78,4	80,9	81,9	79,42	77,76	79	78,6
H_2-Abspaltung	0,70	0,79	0,96	0,8	0,61	0,60	0,78	0,72	0,68	0,76
KW-Vergasung	20,57	20,80	20,72	20,69	18,31	17,32	19,68	21,4	20,20	20,51
Koks	0,13	0,11	0,12	0,11	0,18	0,18	0,12	0,12	0,12	0,13
Abstreiferprodukt:										
spez. Gewicht bei 15°C	0,804	0,799	0,804	0,806	0,800	0,806	0,791	0,803	0,797	0,802
i. stabil. Abstreifer:										
Gew. % Aromaten	67,5	69,5	68	67	67	67,5	67	70	66	68
Gew. % - 165° im Abstr.	96,1	94,9	95,4	95,5	93,2	92,6	94,8	95,4	93,7	93
Benzin - 165°C, stabilisiert										
spez. Gew. bei 15°C	0,796	0,795	0,799	0,800	0,798	0,795	0,794	0,791	0,794	0,796
Jodzahl	3,2	3,2	4,5	4,0	4,3	4,2	3,6	2,6	3,7	5,2
Gew. % Aromaten	66,5	65,5	68,5	67	65	65	65	67,5	64	66
% - 100°	35	31	36	35,9	32	31	36,5	40,5	36	37
Betriebsergebnisse:										
Leistung, Bi - 165°C	0,334	0,329	0,326	0,365	0,373	0,322	0,317	0,3	0, 31	0,362
cbm Überschußgas/to Einspritzung	176	185	204	184	133	130	158	171	157	156
Gasdichte des Kreislaufgases	0,46	0,46	0,39	0,39	0,45	0,46	0,45	0,46	0,40	0,42
% H_2 im Kreislaufgas/to Einspr.	48,2	49,7	56,7	68,3	52,6	51,9	54,3	47,96	47,9	54,6
cbm Abstr.-Eingangsgas/to Einspr.	101	86	101	97	80	91	88	108	100	90
kg gelöstes Gas (C_3,C_4)/to Abstr.	31	36	34	35	36	32	29	24	35	38

1) Nach Ausgangswage gemessen.

Tabelle 3.

Koksanfall, negative Wärmetönung.

Pd.	Koksanfall % C/Einspritzung	% d. Gesamtkokses in Of. I	II	III	IV	Wärmetönung Of.I-III Cal/kg Einspritzung	davon % in Of.I	Of.II	Of.III	in Ofen IV Cal.	% v.I-III	Ausgangsprodukt
61	0,13	41	14	38	7	- 109	-68	-38,5	+ 6,5	+ 27,9	25,6	5058-Vorhydrierbenzin
63	0,11	26	33	26	15	- 121	-61	-42	+ 3	+ 24,6	20,3	
75	0,12	48	9	25	18	- 150	-72	-27,3	- 0,7	+ 40,8	27,2	7846-Vorhydrierbenzin
76	0,11	46	28	18	8	- 161	- 63	-27	- 10	+ 29,8	18,5	
79	0,18	41	22	24	13	- 112	- 66,7	-28,8	- 4,5	+ 23,5	21	Benzin aus 6434-Abstreifer
81	0,12	—	--	--	--	- 125	- 70	-35	+ 5	+ 22,8	18,3	Benzin aus 7846/6434-Abstreifer
82	0,12	50	12	28	10	- 117	- 85	-27	+ 12	+ 31,3	26,8	
83	0,12	36	27	29	8	- 129	- 62	-34	- 4	+ 25,3	19,6	
84	0,13	34	29	28	9	- 122	- 68	-27	+ 5	+ 23,3	19,1	

1) Über kürzere Zeiträume konstanter Temperatur errechnet.

Tabelle 4.

Produktzusammensetzung nach den Öfen.

		Ofen Nr.	Temperaturen im Ofen °C 1. El.	letzt. El.	Zusammensetzung % Paraff.	% Napht.	% Arom.	% Verg.	Anmerkung: Ausgangsprodukt
Pd.	61	I	508	469	34	31	33	2	5058-Vorhydrierbenzin
Betriebsstunde	28.	II	538	508	33	10,5	53,5	3	
cbm Kreislaufgas/kg Einspr.	1,7	III	540	535	27	5,7	63,3	4	
		IV	292	300	25,5	8,5	64,5	1,5	
Pd.	76	I	533	456	29,5	27,5	41,5	1,5	7846-Vorhydrierbenzin
Betriebsstunde	28.	II	533	498	25	15	57,5	2,5	
cbm Kreislaufgas/kg Einspr.	1,82	III	533	524	23,5	10,5	63	3,0	
		IV	291	296	23,5	11,5	63	2,0	
Pd.	80	I	518	460	34	24	40,5	1,5	Benzin aus 6434-Abstr. (7846-Vorhydrierung)
Betriebsstunde	21.	II	532	507	27,5	14	56	2,5	
cbm Kreislaufgas/kg Einspr.	1,78	III	533	525	24,5	9,5	63,5	2,5	
		IV	299	303	23	9,5	66	1,5	
Pd.	82	I	518	442	37,5	17,5	43	2	Benzin aus 7846/6434-Abstreifer
Betriebsstunde	28	II	532	496	29	10,5	56,5	4	
cbm Kreislaufgas/kg Einspritzung	1,87	III	528	520	23	8	65	4	
		IV	292	294	24	9	64	3	

Tabelle 5.

Abstreiferanalysen.

Ausgangsprodukt	5058-Vorhydrierbenzin Pd. 61	7846-Vorhydrierbenzin Pd. 75	Benzin aus 6434 Abstreifer (7846-Vorhydr.) Pd. 79, 80	Benzine aus 7846/6434 - Abstreifer Pd. B2
Spezifisches Gewicht b. 15°C	0,804	0,804	0,806	0,803
Anilinpunkt I °C	- 7,1	-4,4	-6,3	-9
" II °C	+ 62,4	+ 61,2	+ 62,3	+ 63,8
Jodzahl	3,6	ca. 5	ca. 4,8	ca. 4,5
Phenole	0,02			
ASTM: S.B. °C	37	42	40	40
% - 50°	2,5	1	1	1
% - 70°	9,5	6,5	6	7,0
% - 100°	36	56	30	33
% - 120°	61	63	54	60
% - 150°	89	88	83	87
% - 160°	92	91,5	89	91
% - 180°	95	95	94	94
E.P. °C/%	190° / 96,8 %	192° / 98 %	209° / 97 %	182° / 95 %
Rückstand %	1,0	0,8	1,0	2,4
Verlust %	2,2	1,2	2,0	2,4
Zusammensetzung:				
Gew.% Paraffine	22,5	23,5	22,0	22,0
" " Naphthene	7,5	9,5	8,5	6
" " Aromaten	68,5	65,5	68	70,5
" " Ungesättigte	1,5	1,5	1,5	1,5
3 kg Zerlegung:				
Gew. % bis 165°	96,1	95,2	93,2	95,4
" ≥ 165°	3,5	4,3	6,0	4,4
Verlust	0,4	0,2	0,8	0,2

Fraktionszerlegung:	Gew.%	Spez.Gew.	% Arom.	Gew.%	Spez. Gew.	% Arom.	Gew.%	Spez. Gew.	% Arom.	Gew.%	Spez. Gew.	% Arom.
- 75°	14,2	0,673	--	16,8	0,694	--	13,7	0,672	--	20	0,685	--
75 - 100°	21,3	0,756	45,5	20,2	0,770	47	19,3	0,750	37,5	14	0,772	51
100 - 120°	25,3	0,818	77	21,5	0,823	76	22	0,820	77,5	24	0,83	82
120 - 140°	18,4	0,848	ca. 92	21,5	0,850	ca. 88	20	0,848	ca. 92	18,5		ca.90
140 - 160°	12,5	0,860		12	0,864	ca. 92	11,7	0,862	ca. 95	13	0,862	ca.92
bis EP.	5,5	0,880		3,9	0,884	ca. 95	7,0	0,880	ca. 97	5,5	0,880	ca.90
Rückstand	2,5	0,960		3,5	0,962	ca. 96				,0	-	
Verlust	0,3			0,6						1,0		

Tabelle 6.

Untersuchung des stabilisierten DHD-Benzins ohne Leichtbenzinzusatz

	5058-Vorhydrierbenzin Pd. 61	7845-Vorhydrierbenzin Pd. 75	Benzin aus 6434-Abstr. (7846-Vorhydr.) Pd. 79,80	Benzin aus 7846/6434-Abstr. Pd. 82
Spez. Gewicht	0,796	0,777	0,795	0,799
Anilinp. I	- 7,3	- 9,6	- 3,1	- 6,4
" II	61,4	+61,9	+62,1	+62,5
Jodzahl	3,4	2,8	4,1	2,5
ASTM: S.B. °C	54	52	40	44
Vol.% - 60°	1	2	2,5	2,0
- 70°	3,5	6	5,8	6,0
- 80°	10	11	10,5	13
- 90°	21,5	22	19	22
-100°	33	36	31	40,5
-110°	46,5	51	45	50
-120°	61	60	61	69
-130°	73	69	75	82
-140°	83,5	88	85	93
-150°	91	95	92	95
-160°	95	97	95,5	97
EP. °C , %	161°/96%	164°/98%	165°/98%	164°/98%
Rückstand %	1,0	0,8	1,2	0,8
Verlust %	3,0	1,2	0,8	1,2
Zusammensetzung:				
Gew.% Paraffine	22	21	25,5	23,5
" " Naphthene	8,5	7,5	9,0	8,0
" " Aromaten	68	69	65	67,5
" " Ungesättigte	1,5	2,5	1,0	1,0
Klopfwerte:				
Bleizusatz 0,12 Pb Tetraäthyl	ohne mit	ohne mit	ohne mit	ohne mit
Bes.	94 ca104	95,3 102	95,8 104	93,5 --
M.M.	84,5 95,5	81,5 ca.96	85,5 96,5	87,0 --
Brechungsindex	1,4568	1,4550	1,4528	1,4542
Dampfdruck	0,281	0,379	0,391	0,427
Teste:				
Doktortest	negativ	negativ	negativ	negativ
Cu-Streifen	gut	gut	gut	gut
Cu-Schale	2,2	0,1 4,8	ø 6,0	1,0 2,3
Bombentest	Abfall	ger.Abf.	ger.Abf.	ger.Abf.
Glasschale vor	2,9	1,4	0,8	0,9
% nach Alterung	44/49	45,8	49,8/47	43,3/41,
Elementaranalyse:				
% C	88,63	88,55	88,66	88,70
% H	11,52	11,26	11,41	11,25
% O	--	0,1	--	--
% N	0,01	0,03	0,01	0,01
% S	0,01	0,01	0,01	0,01
Heizwert, Cal.	10025	10060		9970
Verbr.-Wärme, Cal.	10647)	10713		10578

) korrigierte Werte.

Tabelle 7.

Untersuchung des mit Leichtbenzin auf 50 % Aromaten gestellten Fertigbenzins.

Rohprodukt	5058-Vorhydrierbenzin (Pd.50-62)	7846-Vorhydrierbenzin (Pd.75-77)	Benzin aus 6434-Abstr. (7846 Vorhydr.) (Pd.78-80)	Benzin aus 7846/6434-Abstreifer (Pd.81-84)
Vor bzw. nach der Destillation zugesetzten Leichtbenzin	18 % Leichtbi Me -90° unstabil	21 % Leichtbi Me -90° unstab.	17,4 % Leichtbi Me -90° unstab.	Me Leichtbi -90° stabilisiert
Spez. Gew./15°C	0,781	0,787	0,783	0,783
A.P. I	+ 1,7	- 1,4	-0,7	-0,8
A.P. II	+ 58,8	+ 58,4	+ 62,3	+ 60,6
Jodzahl	2,8	2,4	ca. 3	ca. 2,5
ASTM: SB. °C	49	50	50	49
- 70°	14,5	10	10	10
- 100°	52	48	44	47,8
- 120°	72	69,5	65,5	68,5
- 150°	94	92,5	91	92,8
- 160°	96	96	95,5	96
EP. °C/%	165°/98%	168°/97,8%	169°/98%	169°/98%
Rückstand %	1,0	1,2	1,1	1,2
Verlust %	1,0	1,0	0,5	0,8
Zusammensetzung:				
% Paraffine	31	27	30	28
% Naphthene	12,5	15	10	13
% Aromaten	55	57	59	58
% Ungesättigte	1,5	1,0	1,0	1
Klopfwerte: Pb-Zusatz	ohne mit	ohne mit	ohne mit	ohne mit
Res.-M.	89,5 104	88,6 98,6	94,7 —	94,2 106,5
M.M.	80 1) 93 1)	80,2 1) 96,5 1)	82,5 95,6	82,2 95,2
Teste:				
Dampfdruck	0,417	0,310	0,384	0,406
Brechungsindex	1,4398	1,4482	1,4430	1,4445
Doktortest	negativ	negativ	negativ	negativ
Cu-Streifen	schwach. Farbenanlauf	schwach. Farbenanlauf	gut	schwach. Farbenanlauf
Cu-Schale	5,3	6,5	2,0	3,2
Bombentest	ohne	ohne	ohne	ohne
Glasseimale vor	1,2	0,2	3,0	4,7
" nach Alterung	48,2/16,8	8,1/-	10,9/3,0	11,4/2,8

1) korrigierte Werte.

Hochdruckversuche
Dr. Hei/Vo.

Ludwigshafen/Rh., den 28.12.1943.

(47)

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

Versuche zur Spaltung von Hexahydroxylöl.

Durch eine Arbeit von Reginald Stradford (Ann. offiee Nat. Combustibles liquides 4, S. 83 - 108 und 317 - 59. Chem. Zentr. 1929 II. 1285).ist bekannt geworden, daß Derivate des Cyclohexans bei der Behandlung mit $ALCl_3$ grundlegende Veränderungen erleiden. So bilden sich aus Äthyl-, Propyl- und Butylcyclohexan Dimethyl-, Trimethyl-, und Tetramethylcyclohexan. Dabei gibt das in Diäthylcyclohexan dieselben gesättigten Reaktionsprodukte wie die verschiedenen Butylverbindungen. O- und p- Dimethylcyclohexane lagern sich dabei zum Dimethylcyclohexan um. Eine Abspaltung der Seitenkette trat nur in untergeordneter Masse ein, wobei sich ein ungesättigter Körper bildete, der sich polymerisierte. Bei diesen Versuchen, die bei 135 - 145° mit wechselnden Mengen $AlCl_3$ durchgeführt wurden, trat also eine weitgehende intermediäre Lockerung der Seitenkette ein.

Wir führten 3 orientierende Vorversuche durch um festzustellen ob sich das Hexahydroxylol leicht in Toluol bezw. Methylcyclohexan überführen lässt. Die Versuche wurden in Drehautoklaven bei 100 atm. Stickstoffanfangsdruck durchgeführt.

1). Versuche mit dem Kontakt 6752.

Beim ersten Versuch wurde Hexahydroxylol in Gegenwart von K 6752 2 Std. lang auf 25 mV erhitzt. Das Anfallprodukt bestand zu 50 % aus oberhalb 140° siedenden Anteile, deren Bildung z.T. wenigstens auf die polymerisierenden Eigenschaften des Krackkontaktes 6752 beruhen dürfte, während die Methylcyclohexan bezw. Toluolfraktion 95 - 120° nur 15 % betrug. Die Vergasung betrug 29 gr Hexahydroxylol berechnet auf 100 gr Einbau.

Bei einem 2. Versuch wurde ein Hexahydroxylol-Benzol-Gemisch im Verhältnis 1 : 1 2 Std. lang auf 20 mV erhitzt. Im Anfallprodukt wurde das Benzol fast quantitativ wiedergefunden, die Methylcyclohexan- bezw. Toluolfraktion betrug ungefähr 5 % des Gesamtanfalls, also 10 % des eingebauten Hexahydroxylols. Nach den Brechungsexponenten zu urteilen bestand die Fraktion zu 90 % aus Methylcyclohexan. Bei diesem Versuch trat eine Polymerisation nur in untergeordnetem Masse (weniger als 10 %) ein.

2275

Danach zu urteilen tritt mit dem Kontakt 6/52 eine nennenswerte Toluol- bezw. Methylcyclohexanbildung nur bei höheren Temperaturen ein , (z.B. 20 mV) wobei jedoch eine starke Vergasung und Polymerisation in Kauf genommen werden muss.

2). Versuch mit $AlCl_3$.

Wir führten einen Versuch mit 10 % $AlCl_3$ (bezogen auf Hexahydroxylol) bei 12 mV durch, bei welchen ebenfalls ein Hexahydroxylol-Benzol-Gemisch 1 : 1 angewandt wurde. Erhalten wurden (Aromatenzerlegung nach Dr. Ferters)

Siedebereich	%	n_D^{20}	Aromatengehalt
78 - 80 °C	46	1,4831	ca 80 %
108 - 110 °C	10	1,4812	ca 10 %
> 110 ° siedend + Verlust	44	1,4303	< 10 %

Nach der geringen Abnahme der Benzolfraktion zu urteilen dürfte die Bildung des Toluol bezw. Methylcyclohexan zum Teil auf eine Umalkylierung beruhen, die Ausbeute an Toluol bezw. Methylcyclohexan ist jedoch zu gering. Die Vergasung betrug 2,0 gr Hexahydroxylol bezogen auf 100 gr Einbau.

Die Bildung von Toluol bezw. Methylcyclohexan aus einem Hexahydroxylol-Benzol-Gemisch im Gegenwart von $AlCl_3$ findet also nicht leichter statt als die Bildung von Toluol aus einem Xylol-Benzol-Gemisch. Zum Vergleich sind in der Tabelle die Resultate eines Versuches verglichen mit denen eines entsprechenden Xylolversuches

Tabelle.

Ergebnisse der Umalkylierungsversuche mit $AlCl_3$ im Drehautoklaven bei 12 mV. Verweilzeit 2 Stunden.

Einbau	250 ccm Hexahydroxylol 250 ccm Benzol	250 ccm Xylol 250 ccm Benzol
Prakt. 78 - 80°	46	40
Prakt. 108 - 110°	10	20
Prakt 110°	44	40

Zusammenfassung:

Nach diesen Versuchen an m[illegible]en, lässt sich die Überführung von Hexahydroxylol in Toluol / Methylcyclohexan nur unbefriedigend durchführen.

Hochdruckversuche
Dr. Hei/E.

Ludwigshafen/Rh., den 31. Dezember 1943.

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

Versuche zur Umalkylierung von Xylol.

Zusammenfassung.

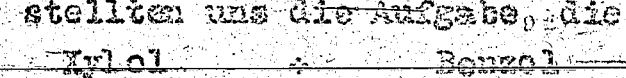
Die Reaktion Xylol und Benzol ---> Toluol läßt sich bei 250 °C in Gegenwart von Aluminiumchlorid mit einer Ausbeute von ca. 20 % durchführen, doch ist eine Rückführung der höhersiedenden Anteile des Anfalles infolge von Polymerisation nicht möglich. Mit „ Terrana HF " läßt sich bei 475 °C diese Reaktion zum Teil durchführen, zum Teil tritt eine Krackung ein; eine Rückführung ist bei diesen Versuchen insofern nicht möglich, als bei den Rückführversuchen bei gleicher Toluolausbeute die Umalkylierung zugunsten der Entalkylierung zurückgedrängt wird.

Einleitung.

Die Entalkylierung von Xylol zu Toluol mit Hilfe von Aluminiumchlorid ist von verschiedenen Autoren beschrieben worden. Die besten Resultate erzielten Orlow und Szolodavu (C 1936, I, 174) durch Kochen von Xylol mit 4 % $AlCl_3$ bei ständigem Abdestillieren der niedrigsiedenden Bestandteile; sie erhielten 25 bis 26 % Toluol. Bei Versuchen unter Druck bei 200 °C stellten Orlow und Waissfeld (C 1938, I, 3329) fest, daß die Ausbeute an niedrigsiedenden Fraktionen (Toluol und Benzol) abnimmt, die Ausbeute an höheren Fraktionen dagegen zu. Bei Verwendung von feuchtem Aluminiumchlorid dagegen soll die Kondensation zu höhersiedenden Anteilen nicht eintreten; so wirkt der Komplex $AlCl_3 \cdot 6\ H_2O$ nur entalkylierend unter Bildung von 33 % niedrigsiedenden Anteilen (Benzol und Toluol). Ein Zusatz der zehnfachen Menge Benzol zum Xylol soll die Entalkylierung etwas hemmen.

Wir stellten uns die Aufgabe, die Reaktion

Xylol + Benzol ——— 2 Toluol



zu verwirklichen. Die analoge Reaktion: Diäthylbenzol + Benzol ---> Monoäthylbenzol, läßt sich in Gegenwart von Aluminiumchlorid sehr leicht mit guter Ausbeute bei Temperatur um 80 °C durchführen. Der Reaktionsmechanismus ist noch unbekannt. Mit größter Wahrscheinlichkeit dürfen wir annehmen, daß sich aus dem Diäthylbenzol in Gegenwart des Katalysators bis zu einem Gleichgewicht eine Äthylengruppe abspaltet, die

abgespalten und eines Molekül Benzol unter Bildung von Monoäthylbenzol reagiert, wodurch das Gleichgewicht gestört wird und ein weiterer Zerfall von Diäthylbenzol eintritt.



Analog dürften die Umsetzungen der anderen Polyäthylbenzole und ihrer Homologen mit Benzol in Gegenwart von $AlCl_3$ zu formulieren sein, die noch leichter verlaufen als diejenigen des Diäthylbenzols.

Beim Xylol ist eine solche Formulierung nicht möglich. Die Abspaltung einer Methylengruppe aus einer Methylgruppe bei relativ niedriger Temperatur ist bis jetzt unbekannt. Nach den Angaben von Hochhorsky (C 1927, I, 3162) tritt eine Entmethylierung des Xylols zu Toluol und Benzol unter Abspaltung von Methyl- oder Methylengruppen erst bei 700 °C ein. Methan selbst zerfällt erst bei 800 °C unter Bildung von Methylen. Mein und Mesbe (Ber. 76, 455) stellten fest, daß bei der thermischen Dissoziation des Toluols bei 975 °C nur ein Wasserstoffatom der Methylgruppe unter Bildung eines Benzylradikals abgespalten wird. Die Bildung von Benzol oder Diphenyl, die auf die Abspaltung einer Methylen- oder Methylgruppe schließen ließ, wurde nicht beobachtet. Es ist deshalb nicht zu erwarten, daß die gewünschte Umalkylierung des Xylols ebenso leicht eintritt, wie die der höheren Di- und Polyalkylbenzole. Auch sprechen die Ergebnisse, die Orlow und Wabserfeld bei Arbeiten mit einem Xylol-Benzölgemisch bei 200 °C erhielten, dagegen.

Beschreibung der Versuche.

Wir führten einige Autoklavenversuche bei 250 und 287 °C durch also in der Nähe der kritischen Temperatur des Benzols. Die kritische Temperatur des Xylols ist 293 °C, der kritische Druck beträgt 48 atm. Außerdem führten wir einige Gasphasenversuche bei 475 °C durch; bei dieser Temperatur kann neben einer Umalkylierung auch schon eine Spaltung eintreten.

Als Katalysatoren verwendeten wir außer Aluminiumchloridproben verschiedener Herkunft auch andere Katalysatoren der Friedel-Crafts'schen Synthese und einige Hydrier- und Spaltkatalysatoren. Bei den Versuchen bei niedriger Temperatur wurde der Kontakt in den Aromatengemisch selbst eingemischt. Es wurden 25 g Kontakt und eine Mischung von 250 ccm

... bei 250 ccm Xylol. Der Wasserstoffanfangsdruck betrug 100 Atm., der Höchstdruck ca. 250 Atm.. In der Tabelle I sind die Ergebnisse der Versuche bei 250 °C in Volumenprozenten angegeben, in der Tabelle II die Ergebnisse bei 287 °C.

Tabelle I.

Versuche bei 250 °C und 100 Atm. Wasserstoffanfangsdruck.

	$AlCl_3$ gepulv. frei [1]	$AlCl_3$ + HCl [2]	$AlBr_3$	BF_3 [3]	$ZnCl_2$ wasserfrei	S	$SnCl_4$
	45	46	42	44	43,5	46
			2	3	3,5	3
	55	54	50	53	53	51
	1,5	0,75			1,3	0,7

... Mittelwerte aus 2 Versuchen.

... Versuch wurde eine Mischung von ... ccm Benzol, 240 ccm Xylol und 10 ccm mit HCl ... Xylol verbraucht.

... Benzol-Xylol-Gemischen wurde bei normaler ... Aluminiumchlorid ...

Tabelle II.

Versuche bei 287 °C.

	$AlCl_3$	$ZnCl_2$
	1	49
	2	2
		0,51

... Ausbeute an Undekylbenzol fällt also nur bei Verwendung von wasserfreiem Aluminiumchlorid ein. Der Zusatz von HCl drängt die Undekylierung zugunsten der Kondensation zurück. Eine Kondensation der ... unter Bildung hochsiedender Produkte ist bei allen Versuchen mit $AlCl_3$ zu beobachten; sie verursachen einen Aus...

teverlust, da die oberhalb 125 °C siedenden Anteile des Anfallproduktes (Xylol und Polymerisate) nicht zurückgeführt werden können. In der Tabelle III sind zwei diesbezügliche Versuche angegeben. Bei beiden wurde mit Aluminiumchlorid bei einem Stickstoffanfangsdruck von 100 at gearbeitet.

Tabelle III.

Rückführversuch mit $AlCl_3$ bei 250 °C.

Ausgangsmaterial	Xylol und Benzol 1 : 1	Oberhalb 125 °C siedende Anteile des vorhergehenden Versuches + Benzol 1 : 1
Benzol	32	46
Toluol	24	3
Xylol und höhersiedende Anteile	43	51

Beim Rückführversuch ist also die Toluolausbeute auf 1/8 gefallen. Bei dem zuerst angegebenen Versuch erkennt man die Polymerisation auch an der starken Abnahme des Benzols und der schwachen Abnahme des Xylols. Bei einer glatten Umalkylierung müßte bei einer Toluolausbeute von 24 % je 38 % von Benzol und Toluol übriggeblieben sein. Die anderen Friedel-Crafts'schen Katalysatoren sind unter den angegebenen Bedingungen wirkungslos.

Die Tabelle IV (siehe nächste Seite) enthält die Ergebnisse der Versuche bei 475 °C. Bei diesen Versuchen wurden die Kontakte zum Teil in fester Form (500 ccm im Sieb) verwandt. Bei dieser Temperatur tritt schon eine Krackung des Xylols ein und zwar beruht die Bildung des Toluols bei den Versuchen mit Schwefel, Gildhagel A, K. 9046 und K 5058, ausschließlich auf einem thermischen Zerfall des Xylols, während bei den Versuchen mit $AlCl_3$, $SbCl_4$, K 6752 und den Terrana-Kontakten wenigstens eine teilweise Umalkylierung eingetreten ist. Bei den reinen Krackumsetzungen ist die Gesamtmenge des Benzols nicht nur erhalten geblieben, sondern sie hat manchmal infolge der Benzolbildung bei der Krackung des Xylols zugenommen.

Zum Vergleich sind in der Tabelle V die Ergebnisse eines Krackversuches mit Schwefel als Katalysator angegeben, bei welchen nur 500 ccm Xylol mit 25 g Schwefel eingebaut wurden. Daneben sind die Ergebnisse des Umalkylierungsversuches mit Schwefel angegeben, diesmal bezogen auf die Menge des eingesetzten Xylols. Die Versuch-

Tabelle IV.

Verhalten mit Reinkulturen und Tier-Pathogenen Kontinenten Bakterien.

Stamm	$NiSL_2$	$CoCl_2$	MF_2	$	5055	Silikon-Gel A	3320	6752	3040	6454	Bremen
Nährboden	25 g/l Kochsalz, neutralisiert, polisiert						500 ml	Agar 12 Std.			
Staphylokokken	2	2	2	2	2	2	2	2	2	3	3	6
Escherichia coli	36	40	45	54	50	52	48	46	50	47	42	44
Pseudomonas aeruginosa	12	34	2	20	34	32	2	35	3	10	22	
Proteus vulgaris	15	40	30	26			8					
Streptococcus pneumoniae		0,5		4,7		7,2	1,2		1,7		2,0	3,5

Nährboden: 25 g/l Kochsalz, neutralisiert, polisiert. Nährmedium 100 Nm., Sondermedium 350 Nm.

5211

de sind nur gering und dürften zum Teil innerhalb der Versuchsfehler liegen.

Tabelle V.

Versuche mit Schwefel bei 475 °C.

Ausgangsmaterial	250 ccm Benzol 250 ccm Xylol	500 ccm Xylol
Benzolfraktion	8	10
Toluolfraktion	40	32
Xylol und höhersiedende Anteile	52	58

Die günstigsten Versuchsergebnisse wurden bei 25 mV mit dem „Terrana HF"-Kontakt erzielt, wobei wenigstens die Hälfte des gebildeten Toluols von einer Umalkylierung herrührt. Wir führten einen Rückführversuch durch, bei welchem die über 125 °C siedenden Anteile eines Versuchsanfalles mit Benzol im Verhältnis 1 : 1 eingebaut wurden. Die Ergebnisse sind aus der Tabelle VI zu ersehen.

Tabelle VI.

Rückführversuch mit Terrana HF bei 475 °C.

Einbau	250 ccm Benzol 250 ccm Xylol	250 ccm über 125 °C siedende Anteile eines Versuches 250 ccm Benzol
Benzolfraktion	41	56
Toluolfraktion	22	20
Xylolfraktion	37	24

Bei diesem Kontakt ist eine Rückführung nur teilweise möglich es bildet sich zwar die gleiche Menge Toluol, jedoch tritt bei diesem Versuch keine Umalkylierung sondern nur eine Entmethylierung ein, was an der Abnahme der Xylolfraktion und der Zunahme der Benzolfraktion zu erkennen ist.

Um den Einfluß der Verweilzeit zu untersuchen, führten wir zwei vergleichbare Versuche mit Terrana HF mit 3 und 6 Stunden Verweilzeit durch, ohne wesentliche Unterschiede feststellen zu können. (Siehe Tabelle IV).

Bei allen Versuchen ist die Vorgasung parallel. Sie wurde nach einem Vorschlag von Dr. Waldmann

einem Vorschlage von Dr. Waldmann als vergastes Toluol, bezogen auf 100 Gramm Einbau (50 Vol% Benzol + 50 Vol% Xylol) angegeben.

Hochdruckversuche
Lu 558

(43)

16. November 1942 No/Fu

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

Versuche zur Toluolgewinnung durch Dehydrierung von Benzinfraktionen und anschließender Feindestillation der dehydrierten Produkte.

Zusammenfassung.

Nach orientierenden Versuchen in 1000 ccm-Öfen ist die Gewinnung von Reintoluol aus Fraktionen verschiedener Benzine (Straightrun-Hydrier- und DHD-Benzine) durch Dehydrierung und anschließender Feindestillation (und ev. H_2SO_4-Raffination) möglich. Es ist günstig, die Dehydrierung bei niedrigem H_2-Druck (10 atm) und kleinem Durchsatz (0,2 kg/Ltr. x Std.) durchzuführen. Höherer H_2-Druck und wahrscheinlich auch, wenn auch in geringerem Maße, größerer Durchsatz erhöht die Vergasung, bezogen auf die gleiche Aromaten- oder Toluolausbeute. In der folgenden Tabelle sind für die verschiedenen Ausgangsprodukte die Bilanzen aufgeführt nach den vorliegenden Versuchen, umgeschätzt auf guten technischen DHD-Kontakt[1], großtechnische Apparatur[2] und einen Reinheitsgrad des Toluols von 99%[3].

1) Vergl. S. 5
2) Abschlag der Ausbeute in der DHD-Stufe von 2%
3) Vergl. S. 6

Tabelle

Ausgangsmaterial	DHD-Abstreifer P 1510 aus Pölitz	DHD-Abstreifer aus rum.Bi Ka 801 Lu	5058-Bi P 1422-175°C Scholven	5058/6434-Bi P 1400-175°C Scholven	Sumpf-Bi P 1305-175°C Scholven	rum.Erdölbi P 1507-175°C
Eigenschaften:						
Anilinpunkt	-5 (ber.)	-11,4 (ber.)	37	42	ca. 29	ca. 50
% - 100	35	18,5	24	29,5	38	ca. 31
Gew.% Aromaten	ca. 65	70	15	11,5	24	ca. 20
eingesetzt: kg	1000	1000	1000	1000	1000	1000
in DHD-Stufe eingesetzt: Fraktion:	70°-120°	80°-120°	80°-115°	80°-110°	75°-108°	80°-110°
= kg	375	302	300	242	400	348
Endprodukte:						
1) Reintoluol mit n_D = 1,4960 : kg	164	165	99	54	(150)[1]	94
2) Autobenzin kg	786	793	833	878	(762)	786
mit Gew.% Aromaten	70	73	23	19	(38)	17,5
% Verluste / Toluol + Verluste	23,4	20,3	40,7	55,8	37,5	56,1
% Verluste / neugebild. Arom. + Verl.	43,8	49,4	32,5	39,1	31	47,6

1) Fraglich, ob der angegebene Reinheitsgrad (durch scharfe Dehydrierung) erreichbar ist.

1 Rolle 8

Von den zur Toluolgewinnung eingesetzten Produkten geben demnach, bezogen auf Toluol, die DHD-Abstreifer aus Erdöl- und 5058/6434-Benzin die geringsten, Erdöl- und 5058/6434-Benzin aus Steinkohle die höchsten Gas- + Koks-Verluste, während Sumpfbenzin und Vorhydrierungsbenzin aus Steinkohle annähernd in der Mitte liegen. Es ist jedoch zu berücksichtigen, daß für die Beurteilung der Eignung eines Produkts zur Toluolgewinnung nicht nur die Gas- + Koks-Verluste sondern auch der Preis des Ausgangsmaterials sowie die Verbesserung des toluolfreien Produktes durch Aromatenerhöhung eine Rolle spielen. Die gegebenen Zahlen können als Unterlagen genauerer Kalkulationen dienen.

Außer durch Dehydrierung von Benzinen (ohne H_2-Verbrauch) läßt sich Reintoluol auch durch Spaltung von Xylol über DHD-Kontakt (unter H_2-Verbrauch) gewinnen. Bei diesem Verfahren scheint, soweit es sich nach den wenigen in 1000 ccm-Öfen durchgeführten Versuchen beurteilen läßt, höherer H_2-Druck (50 atm) geringere Gas- + Koks-Verluste aber mehr leichte Benzinanteile, bezogen auf Toluol, zu liefern als niedrigerer H_2-Druck (25 atm). Bei gegebenem Druck durchläuft, bezogen auf Toluol, die Summe von Gas, Koks und leichten Benzinanteilen und wahrscheinlich auch die Summe von Gas und Koks allein bei etwa 25-30% Toluol im Anfall ein Minimum. Im folgenden ist ein Verarbeitungsschema der Reintoluolherstellung aus (reinem) Xylol gegeben, auf Grund der Kleinversuche, umgeschätzt auf einen guten technischen Kontakt[1] und großtechnische Apparatur[1]. (Reinheitsgrad des Toluols 99%). Bemerkt sei, daß die Versuche noch bestätigt und ergänzt werden müssen.

1000 kg Xylol (rein)
1135 kg zurückgeführtes Xylol
2135 kg

↓ DHD-Kontakt ca. 30- atm H_2-Druck, 0,5 kg/Ltr. x Std. Du (H_2-Verbrauch geschätzt: 400 cbm)

184 kg Gas + Koks
1983 kg Abstreifer (einschließlich Gasbenzin)

↓ Feindestillation (2% Destillationsverlust)

536 kg Rein-Toluol (n_D = 1,4960)
312 kg Vorlauf mit 47 % Benzol
1135 kg Xylol

1) Vergl. S. 6

Beschreibung der Versuche.

Im Januar und Februar 1942 wurden einige orientierende Versuche in 1000 ccm-Öfen durchgeführt, um festzustellen, ob und mit welchen Ausbeuten sich Reintoluol aus geeigneten Fraktionen von Benzinen verschiedener Herkunft durch Dehydrierung über DHD-Kontakt und anschließender Feindestillation, sowie aus Xylol durch Spaltung über DHD-Kontakt (und anschließender Feindestillation) gewinnen läßt. Die Untersuchungen der Benzine der in die DHD-Stufe eingesetzten Benzinfraktionen und des verwendeten Xylols sind in Anlage 1a zusammengestellt.

Der Siedeendpunkt der Fraktionen wurde bei den aromatenreichen Ausgangsmaterialien (DHD-Abstreifer) höher gewählt als bei den aromatenarmen, um das in diesen Produkten bereits vorhandene Toluol mitzuerfassen. Die Destillation wurde teils in Laborkolonnen teils in technischen Kolonnen mit mäßiger Trennschärfe durchgeführt.

Als Kontakte wurden verschiedene Chargen von DHD-Kontakten auf Oppauer und Ludwigshafener Tonerde, wie sie gerade in den für die Toluolversuche eingesetzten DHD-Öfen eingebaut waren, verwendet. Die charakteristischen Daten dieser Kontakte sind in Anlage 1b zusammengestellt. Die Aktivitätsunterschiede sind beträchtlich. Bei der Prüfung der Kontakte mit einem gemischtbasischen Erdöl-schwerbenzin als Ausgangsmaterial unter normalen DHD-Bedingungen ergaben sich bezogen auf den gleichen Aromatengehalt im Anfallprodukt Unterschiede der Produktausbeuten bis zu 8 % bezogen auf das Ausgangsmaterial. Zum Vergleich der bei den Toluolversuchen mit den verschiedenen Kontakten erhaltenen Ergebnisse müssen die Produktausbeuten demnach auf die gleiche Kontaktaktivität umgeschätzt werden.

Die Dehydrierung der Benzinfraktionen wurde unter den folgenden Versuchsbedingungen durchgeführt:

H_2-Drucke:	10, 20 und 25 atm
Temperaturen:	510 und 527°C
Durchsatz:	0,2 bis 0,5 kg/Ltr. x Std.
cbm Gas/kg Einspritzung:	1.0
Zyklusdauer:	8 und 16 Std.

Die Einzelheiten sind aus den Anlagen 2 - 4 zu ersehen. [1]

Für die Herstellung von Reintoluol aus Xylol wurden bei sonst gleichen Bedingungen höhere H_2-Drucke, nämlich 25 und 50 atm, gewählt, da es sich hierbei nicht um eine Dehydrierungs-, sondern um eine Spaltungsreaktion handelt(s. Anlage 5).

1) Eine Anlage für die Versuche mit Pölitzer DHD-Abstreifer wurde in diese Zusammenstellung nicht mitaufgenommen, da sie bereits in der vorläufigen Zusammenstellung über "Versuche zur Toluolgewinnung ..... aus DHD-Abstreifer Pölitz ....." vom 19.2.42 vorhanden ist.

Versuchsergebnisse.

Die Versuchsergebnisse sind in den Anlagen 2 - 5 zusammengestellt.[1] Die in den Bilanzen angegebenen Kokswerte sind auf Grund zahlreicher DHD-Versuche im 40- und 1000-Ltr.-Ofen mit ähnlichen Produkten geschätzt.

1) Dehydrierung von Benzinfraktionen: Auf den Kurvenblättern 1a und 1b sind die Ausbeuten an C_4-freiem Abstreifer in Abhängigkeit vom Aromatengehalt bezw. Toluolgehalt der Abstreifer aufgetragen. Die Kurven lassen erkennen, daß die Ausbeuten, sowohl bezogen auf den Aromatengehalt als auch bezogen auf den Toluolgehalt, bei 20 - 25 atm H_2-Druck um mehrere Prozente (bezogen auf Einspritzung) niedriger liegen als bei 10 atm. Trotz der höheren Koksbildung ist daher hier der niedrigere Druck entschieden vorteilhafter. Einen geringeren Einfluß auf die Produktausbeute hat der Durchsatz. Nach den wenigen vorliegenden Versuchen scheint eine Erniedrigung des Durchsatzes von 0,5 auf 0,2 kg/Ltr. x Std. eine geringe Ausbeuteerhöhung zu bringen. Noch nicht völlig geklärt ist der Einfluß der Versuchsbedingungen auf den Reinheitsgrad des Toluols. Auf dem Kurvenblatt 1c sind für die einzelnen Ausgangsmaterialien, soweit Untersuchungen hierüber vorliegen, die Brechungsindizes der durch Feindestillation gewonnenen Toluolfraktionen in Abhängigkeit vom Aromatengehalt des Abstreifers aufgetragen. Im Falle der Benzinfraktion aus DHD-Abstreifer Pölitz wurden zur Ergänzung der Kleinversuche Werte, die von Versuchen im 40- und 1000-Ltr.-Ofen stammen, hinzugenommen. (Vergl. Zusammenstellung Dr. Do vom 16.4.42 "Toluolversuche im 40 Ltr.-DHD-Ofen").

Von einem herausfallenden Wert abgesehen, der wahrscheinlich auf einen Analysenfehler zurückzuführen ist, nimmt erwartungsgemäß praktisch unabhängig von den speziellen Versuchsbedingungen der Reinheitsgrad des Toluols mit wachsender Schärfe der Dehydrierung zu (Erhöhung des Brechungsindexes bei Erhöhung des Aromatengehalts). Auffällig ist der im Verhältnis zum Aromatengehalt des Abstreifers geringe Reinheitsgrad der Toluolfraktion aus Sumpfbenzin und der verhältnismäßig hohe Reinheitsgrad der Toluolfraktion aus rumänischem Benzin.

Zum Vergleich der mit den einzelnen Fraktionen erhaltenen Toluolausbeuten und -Reinheitsgrade wurden im Anhang (1-7) auf Grund der Versuchsunterlagen die Bilanzen für die eingesetzten Benzine (bezogen auf den gleichen Endpunkt von 175°C) durchgerechnet und diese Bilanzen der vergleichenden Tabelle in der Zusammenfassung zugrunde gelegt. Die Umschätzung auf den gleichen DHD-Kontakt (technischer Kontakt von der Ausbeutenote 90) in dieser Tabelle erfolgte mit Hilfe der unter normalen DHD-Bedingungen (20 atm H_2-Druck) gewonnenen Ausbeutenoten, wobei angenommen wurde, daß bei der Dehydrierung bei 10 atm H_2-Druck

---

1) Eine Anlage für die Versuche mit Pölitzer DHD-Abstreifer wurde in die Zusammenstellung nicht mitaufgenommen, da sie bereits in der vorläufigen Zusammenstellung über "Versuche zur Toluolgewinnung ..... aus DHD-Abstreifer Pölitz ....." vom 19.2.42 vorhanden ist.

die Ausbeuteunterschiede nur etwa 75% der bei der Dehydrierung bei 20 atm H_2-Druck erhaltenen betragen. Die Umschätzung auf den gleichen Reinheitsgrad des Toluols ($n_D' = 1.4960 \sim 99\%$igem Toluol) erfolgte mit Hilfe des Kurvenblattes 1c.

2) Toluolgewinnung aus Xylol: Auf dem Kurvenblatt 2 sind in Abhängigkeit vom Toluolgehalt bezw. vom Toluol-+Benzolgehalt im Anfall % Gas + Koks, % Gas + Koks + Vorlauf + Benzol und % Vorlauf + Benzol bezogen auf Toluol bezw. Toluol + Benzol aufgetragen. Zu den Kurven ist zu bemerken, daß bei dem auf hohen Toluolgehalt (37%) im Anfall gefahrenen Versuch ein erheblich besserer DHD-Kontakt verwendet wurde als bei den übrigen Versuchen. Unter Berücksichtigung dieser Tatsache scheinen die optimalen Arbeitsbedingungen bei einem Gehalt von etwa 25 - 30 % Toluol im Abstreifer zu liegen. Bei 50 atm H_2-Druck wurden im Vergleich zu 25 atm H_2-Druck bezogen auf Toluol geringere Gas- und Koks-Verluste, aber größere Mengen an Vorlauf + Benzol erhalten. Der Reinheitsgrad des feindestillierten Toluol war bis auf einen herausfallenden Wert gut. In der Zusammenfassung wurde eine angenäherte Bilanz für die Toluolgewinnung aus Xylol gegeben, wobei in Ermangelung von genaueren Daten angenommen wurde, daß die Produktausbeute und -verteilung in einer großtechnischen Anlage mit gutem technischen Kontakt (Ausbeutenote 90) gleich ist wie bei den Versuchen in 1 Ltr.-Ofen mit schlechtem DHD-Kontakt (Ausbeutenote 45).

Gemeinsam mit:

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

gez. Nonnenmacher

Anlage 1a

Ausgangsprodukte

Gesamtprodukt	DHD-Abstreifer Pölitz P 1510 vom 10.2.1942	DHD-Abstreifer Ka 801 aus rum.Benzin 16.1.1942	5058-Abstreifer Scholven P 1422 19.1.1942	5058/6434-Abstr. Scholven P 1400 KW. 514 885	Sumpf-Benzin Scholven P 1305 vom 5.10.1937	rum. Leichtbenzin P 1507 17.1.1942	techn. Xylol P 43 -
Zerlegt in Gew.% bis	-	12,7 -80°	-80°	6,8 -80°	19,3 -75°	10,3 -80°	-
	37,5 70-120°	29,8 80-120°	8,5 80-115°	14,5 80-110°	44,4 75-108°	68,3 80-110°	-
			ca. 30,0 115-175°	38,5 110-175°			
	-	56,4 >120°	ca. 34,0 >175°	39,0 >175°	36,2 >108°	19,7 >110°	-
Verlust Gew.%	-	1,1	4,5	1,2	0,1	1,4	
Bi[illegible]nz vom	-	19.1.42	2.2.42	27.1.42	20.1.42	27.1.42	-
Eigenschaften des		DHD-Abstreifers Ka 801	P 1422-175°C (geschätzt)	P 1400 - 175°C (ber.)	P 1305	P 1507	techn. Xylol
Spez. Gewicht / 15°		0,819		ca. 0,753	0,769	0,728	
Anilinpunkt I (ber.)		-11,4	ca. 37	ca. 42	31,2	ca. 52	
II		60,o	" 50	" 51,5	50,1	" 58	
Siedebeginn		51	-	-	62	57	106
% - 70		2,5	-	15,5	1,5	4	
-100		18,5	ca. 24	29,5	42,5	61,5	
-120		38,0		58,0	72,0	90,o	
-150/160		61,0		83/90,5	96,5	-	
Endpunkt		224/99	175°	ca. 175°	158	134/98	137
Zusammensetzung							
% Paraffine		19,5	ca. 28	33,5	25	54,5	
" Naphthene		9,5	" 55	54,0	47,5	37,5	
" Aromaten	65	70,0	" 15	11,5	22	7	
" Ungesättigte		1,0	" 2	1,0	5,5	1	
% Toluol nach SO_2 Zerlegung	ca. 22,5	16,7	" 5	ca. 4	7,3	-	
Eigenschaften der Fraktion							
Spez. Gewicht / 15°	0,791	0,803	0,764	0,754	0,774	0,730	
Anilinpunkt I	- 3,6	- 2,4 ber.	33	39	28,5	49,5	
II	56,8	58,8	47	48,5	46,0	ca. 58	
Siedebeginn	54	87	80	76	90	79	106
% - 100°	54,5	50	78	90	81	86,5	
- 110°	86,0	97	93	95,5	94	110	
Endpunkt	122/97,5	112/982	118/97	120/98	112/98		137
Zusammensetzung							
% Paraffine	24,0	22,5	19,5	25,0	9,5	53,5	
" Naphthene	18,0	13,0	64,0	63,0	60,5	35,5	
" Aromaten	57,5	62,5	16,5	11,5	20,0	10,0	
" Ungesättigte	0,5	2,0	1,0	0,5	3,0	1,0	
Jodzahl/S	-	-	-	-	28,5/0,01%		
% Toluol nach SO_2 Zerlegung	41,1	46,9	-	-	-		Xylol: 92%
$n_D/20°$		-					
% Toluol bezogen auf Toluol des Gesamtproduktes	68,4	83,7	-	-	-		

Anlage 1b

Eingebaute Kontakte

Kontaktnummer	7360 Faß 1456-1531	7935 Faß 1-11 Ausbau Ka 504 8.9.41	7935 Partie 91-110	7935 J 4800
Schüttgewicht	0,625	0,645	0,550	0,435
Träger	Tonerde Oppau	Tonerde Lu	Tonerde Lu	Tonerde
gr MoO_3/Ltr. Tonerde	51,5		55	(55)
Noten[1] für				
Temperatur	75[3]	102[2]	90[3]	55[4]
Ausbeute	55	107	125 ?	45
Spaltung	80	99	100	95
eingebaut in Ofen	308 I	303 II	303 I	308 II
Datum	8.1.-4.2.42	9.1.-5.2.42	23.1.-6.2.42	4.2.-14.2.42
Ausgangsmaterial	1) DHD-Abstreifer n Ka 801 80-120° aus rum.Bi 2) P 1400 80-110°C 3) P 1305 80-110°C 4) techn. Xylol	1) techn.Xylol	1) 5058-Bi Scholven 2) P 1422 78-113° 3) rum.Bi P 1507 80-110°C	1) DHD-Abstreifer Pölitz P 1510 vom 10.2.1942

1) Noten im Vergleich zu K 7360 Ch. 6 (Noten:100). 10 Punkte Differenz bedeuten: eine Differenz von 10°C in der Temperatur, 1% in der Ausbeute und 3 % in den neugebildeten Anteilen - 100°C bei einem gemischtbasischen Schwerbenzin als Testprodukt.
2) Vergl. Bericht Dr. No vom 8.4.42 "DHD-Versuche in 1 Ltr.-Öfen mit Kontakten hoher und mittl.Aktivität"S.2
3) Vergl. Bericht Dr. Reitz vom 23.10.42
4) " " " " "

T 33

Anlage 2

Toluol aus DHD-Abstreifer Ka 801 Lu von 80-120° aus rum. Benzin

Ausgangsmaterial	DHD-Abstreifer v. Ka 801 Lu v. 80-120° aus rumänischem Benzin		
Kontakt	K 7360 Faß 1456-1531		
Ofen ccm	1000 ccm = 625 g		
H_2-Druck atm	20	10	10
Temperatur °C	510	510	510
Durchsatz kg/L x Std.	0,5	0,5	0,2
cbm Gas/kg Einspritzg.	1,0	1,0	1,0
Zykluslänge	8	8	16
Ausbeute Gew.%			
Abstreifer C_4 frei	88,8	91,5	88,0
Gas H_2, C_1-C_4	10,7	7,5	10,5
Koks (geschätzt)	(0,5)	(1,0)	(1,5)
% Gesamtanfall/ Einspritzung	95	94	80,5 !
Abstreiferprodukt			
Spez.Gew./15°	0,815	0,824	0,836
Anilinpunkt I ber.	- 21,4	- 25,8	- 35,6
II	60,8	61,3	61,5
Siedebeginn °C	39	48	51
% - 70°	5,0	2,2	2,0
% -100°	42,8	39,0	32,0
% -110°	79,0	81,0	79,0
% -120°	93,5	96,0	96,0
Endpunkt	159/97,5	135/98	130/98
% Aromaten	77	81	87,5
Feindestillation			
% - 80°C	15,7		31,0
80-109°C	17,0		4,6
109-109,5°C	53,9		58,6
109,5-111 °C			4,5/1,2
R'std/Verlust	5,3/8,1		
Fr.109-111 = Toluol			
Spez.Gew./15°	0,8585		0,8695
Brechungsindex 20°	1,4932		1,4960
Ofen	308 I	308 I	308 I
Datum	12.1.	19.1.	20.1.

Ausgangsmaterial — Siedebeginn: 88°; % - 100° 50; - 110° 97; Endpunkt 112°/98,2 — Spez.Gew./15° 0,803; A.P. I -2,4 ber.; II 58,8; % Aromaten: 62,5; % Toluol: 47 (nach SO_2 Zerlegung)

Anlage 3

Toluol aus 5058-Bi 78-113° aus Scholven und 5058/6434-Bi 80-110°

Ausgangsmaterial	5058-Bi Scholven 78-113° P 1422 78-113° vom 19.1.1942	5058/6434-Bi Scholven 80-110° P 1400 80-110° vom 27.1.1942		
Kontakt Ofen ccm	K 7935 J 4772 + 4695 (1:1) 1000 ccm = 550 gr	K 7360 Faß 1456-1531 1000 ccm = 625 gr		
H_2-Druck atm	10	10	10	25
Temperatur °C	510 – 527	510	527	510
Einsatz kg/Ltr. x Std.	0,2	0,2	0,2	0,2
Gas/kg Einspritzung	1,0	1,0	1,0	1,0
Zykluslänge	12	16	12	12
Ausbeute Gew.%				
Abstreifer C_4-frei	83,5	81,6	74,8	78,0
Gas H_2, C_1 C_4	15,0	17,6	24,2	21,5
Koks (geschätzt)	(1,5)	0,8	(1,0)	(0,5)
% Gesamtanfall/ Einspritzung	85 !	92	92	86,5 !
Abstreiferprodukt				
Spezif. Gewicht/15°	0,828	0,792	0,816	0,784
Anilinpunkt I ber.	28,2	8,0	17,8	3,0
II	57,3	56,6	56,2	56,0
Siedebeginn °C	53	35	47	29
% – 70°	3	14	8	20,8
–100°	51,5	65,5	50,5	69,0
–110°	75	80,0	64,0	81,5
–120°	92	90,0	75,5	89,5
Endpunkt	163/98,5	202/97,5	228/97	210/98,5
% Aromaten	80,5	65	72,5	61,0
Feindestillation			1)	
% Vor auf	19,0	31,6	22,0	36,8
" Benzol (+ Zw.-Fraktion)	23,0 (+ 2,6)	19,0 (+ 3,9)	21,0 (+ 3,4)	12,8 (+ 4,0)
" Toluol (+ " ")	41,0 (+ 1,6)	28,3 (+ 1,2)	29,0 (+ 1,3)	26,8 (+ 0,8)
" höh. Aromaten	5,0	5,4	9,6	5,6
Toluol				
Spez. Gewicht/15°			1)	
Brechungsindex 20°	1,4950	1,4930	1,4908 ?	1,4925
Ofen	303 I	308 I	308 I	308 I
Datum	3.2.	31.1.	2.2.	1.2.
Ausgangsmaterial	Siedebeg. 80 Spez.Gew. 0,760 % – 100° 78 A.P. I 33 – 110° 93 II 47 Endp. 118/97 % Aromaten 16,5	Siedebeginn: 76°C Spez.Gew./20° 0,750 % – 100° 90 A.P. I 39 – 110° 95,5 II 48,5 Endpunkt: 120/98 % Aromaten 11,5		

1) Diese Untersuchung scheint fehlerhaft zu sein. Nach den bisherigen Versuchsergebnissen (vergl. Zus. "Toluolversuche im 40 Ltr.-DHD-Ofen" von Dr. Donath vom 16.4.42) wird bei schärferer Fahrweise ein reineres Toluol erhalten.

Toluol aus Scholvener Sumpfbenzin 80-110° — aus rum. Benzin 80-110°

Ausgangsmaterial	P 1305 80-110°	P 1507 80-110°
Kontakt Ofen ccm	K 7360 F. 1456-1531 1000 ccm = 625 gr	K 7935 J.4772+4695 1:1 1000 ccm = 550 gr
H_2-Druck atm	10	10
Temperatur °C	510	510 527
Durchsatz kg/L x Std.	0,2	0,2
cbm Gas/kg Einspritzg.	1,0	1,0
Zykluslänge	16	12
Ausbeute Gew.%		
Abstreifer C_4-frei	84,0	66,0
Gas H_2, C_1-C_4	14,5	32,5
Koks (geschätzt)	(1,5)	(1,5)
% Gesamtanfall/ E.P.	85 !	83,5 !
Abstreiferprodukt		
Spez.Gew./15°C	0,817	0,805
Anilinpunkt I ber.	- 29,6	- 16,2
II	57,5	63,3
Siedebeginn °C	51	36
% - 70°	3,5	13
-100°	59,5	53,2
-110°	84,5	80,5
-120°	95,0	92,0
Endpunkt	135/98	164/98
% Aromaten	81,5	76
Feindestillation		
% Vorlauf	19,4	25,2
% Benzol (+ Zwischenfr.)	23,8 (+ 5,4)	18,0 (+ 3,7)
% Toluol (+ ")	43,0 (+ 1,0)	40,5 (+ 1,8)
% Xylol	-	1,4
% höhere Aromaten	4,4	4,6
Verlust	3,0	4,8
Toluol Spez. Gew./15°		
Brechungsindex 20°	1,4903	1,4963
Ofen	308 I	303 I
Datum	23./24.1.42	5.2.
Ausgangsmaterial	Siedebeginn 85° % - 100° 80 - 110° 97 Endpunkt III/98,5 Spez.Gew./15° 0,768 A.P. I 28,8 II 46,1 % Aromaten: 20 % Toluol: 16	Siedebeginn 79° % - 100° 86,5 - 110° 98,5 Spez.Gew./20° 0,726 A.P. I 48,5

Toluol aus Xylol

Ausgangsmaterial	Technisches Xylol P 43			
Kontakt Ofen ccm	K 7360 Faß 1456-1531 1000 ccm = 625 gr			K 7935 a/F.1-11 1000 ccm=645 gr
N_2-Druck atm	25	25	50	25
Temperatur °C	527	527	527	527
Durchs.kg/L x Std.	0,2	0,5	0,5	0,2
cbm Gas/kg Einspr.	1,0	1,0	1,0	1,0
Zykluslänge	16	8	8	12
Ausbeute Gew.%/Gesamtanfall				
Abstreifer C_4 frei	90,5	93,9	92,0	90,9
Gas C_1-C_4	9,0	5,6	7,7	8,6
Koks geschätzt	(0,5)	(0,5)	(0,3)	(0,5)
% Gesamtanfall/ Einspritzung	95	99	98	93,5
Abstreiferprodukt				
Spez.Gew./15°	),862	0,862	0,850	0,854
Anilinpunkt ber.	-55,4	-54	-46,4	-47,6
Siedebeginn °C	64	69	47	64
% - 70°C	-	-	2,5	1,0
-100°C	3,0	2,5	5,5	10,0
-110°C	4,0	3,5	10,0	28,5
-120°C	23,0	6,5	29,0	57,0
Endpunkt	171/98,7	153/98,0	162/98,3	152/98,5
Feindestillation				
% Vorlauf	3,8	2,8	4,2	6,8
% Benzol (+Zw.-Fr.)	3,2 (+ 2,6)	2,4 (+1,8)	6,2 (+2,0)	11,8 (+ 2,8)
% Toluol (+Zw.-Fr.)	25,5 (+ 3,2)	10,0 (+6,0)	25,0 (+2,6)	36,0 (+ 3,4)
% Xylol	53,0	70,0	53,0	31,6
% höh. Aromaten	5,4	4,4	4,6	5,0
Toluol				
Spez.Gew./15°	-	-	-	-
Brechungsindex 20°	1,4962	1,4948	1,4904	1,4960
Ofen	308 I	308 I	308 I	303 II
Datum	28.1.42	27.1.	3.2.	4.2.

Ausgangsmaterial

Xylol P 43

Siedebeginn °C 106° Spez.Gew.

Endpunkt °C 137° A.P.:

% Vorlauf: 1,0
% Xylol: 92,0
% höh.Arom. 5,8
% Verlust: 1,2

1) DHD-Abstreifer Pölitz

1000 kg DHD-Abstreifer Pölitz, 65 Gew.% Aromaten, davon ca. 35% = ca. 225 kg Toluol
35 % - 100° ~~Fraktion Antrieb~~

625 kg Vor- und Nachlauf 69,7 Gew.% = 435 kg Aromaten

375 kg Fraktion 70 - 120° 57 Gew.% = 214 kg Aromaten
Zu. 41 Gew.% = 154 kg Toluol

Toluol DHD 10 atm H_2-Druck 0,2 kg/L Std. Du
Zyklusdauer 16 Std.

Ausbeuten

Abstreifer C_4 frei	87,5
Gas H_2 C_1 - C_4	11,7
Koks	(0,8)

44 kg Gase (11 000 WE/kg)

328 kg Abstreifer C_4 frei 82,5% = 271 kg Aromaten, davon geschätzt ca. 179 kg Toluol

Feindestillation

50,5 % =	165 kg Toluol	
41,9 % =	137 kg Vorlauf)	
8,6 % =	26 kg Rückstand)	163 kg Benzin ca. 80% - 100° mit 65 Gew.% = 106 kg Aromaten

Endprodukt (gerechnet mit 2% Destillationsverlust)

162 kg Toluol (n_D^{20} = 1,4950 entsprechend einem Reinheitsgrad von über 98% 1))

788 kg Aromatenbenzin mit ca. 68,5 Gew.% = 541 kg Aromaten

1) berechnet aus n_D^{20} für Reintoluol (1,4969) und n_D^{20} für n-Heptan (1,3878)

2) DHD-Abstreifer Ka 801 aus rum. Benzin

1000 kg DHD-Abstreifer Ka 801 70 Gew.% Aromaten = 700 kg

128 kg Vorlauf) = 698 kg mit 73 Gew.% Aromaten
570 kg Nachlauf) = 511 kg/ 18,4% - 100°

302 kg Fraktion 80-120° 62,5 Gew.% Aromaten = 189 kg
Zu. 46,9 Gew.% Toluol = 142 kg

Toluol DHD 10 atm H_2-Druck, 0,2 kg/L x Std. Durchsatz
Zyklusdauer 16 Std.

Ausbeute:

Abstreifer C_4 frei:	88,0
Gas H_2, C_1-C_4	10,5
Koks	(1,5)

32 kg Gase (11 000 WE/kg)

266 kg Abstreifer C_4 frei 87,5 Gew.% Aromaten = 233 kg
davon 204 kg Toluol

Feindestillation

63,2 % = 168 kg Toluol
32,2 % = 85 kg Vorlauf) 98 kg Benzin, ca. 85 % - 100°, mit
4,5 % = 13 kg Rückstand) 66,5 % = 65 kg Aromaten

Endprodukte (gerechnet mit 2 % Destillationsverlust)

165 kg Toluol (n_D^{20} = 1,4950 entsprechend einem Reinheitsgrad von über 98 %)

796 kg Aromatenbenzin, ca. 27% - 100°C; 725 Gew.% Aromaten = 576 kg

3) 5058-Vorhydrierungsbenzin Scholven P 1422 - 175°C

1000 kg P 1422 - 175°C, C_4 frei ca. 15% Aromaten = 150 kg

80 kg - 80°C

300 kg 80-115°C (16,5% Aromaten = 49 kg)

620 kg 115 - 175°C

Toluol, DHD 10 atm H_2-Druck 0,2 kg/LxStd. Du, Zyklusdauer 16 Std.

Ausbeuten:

Abstreifer C_4 frei:	83,5
Gas H_2, C_1-C_4 :	15,0
Koks :	1,5

15 kg Gase (11 000 WE/kg)

251 kg Abstreifer C_4 frei, 80,5 % Aromaten = 202 kg

Feindestillation

105 kg Toluol

121 kg Vorlauf) 146 kg Benzin mit 66,5 % =
25 kg Rückstand) 97 kg Aromaten

Endprodukt (gerechnet mit 2% Destillationsverlust)

103 kg Toluol (n_D^{20} = 1,4950 entsprechend einem Reinheitsgrad von über 98%)

846 kg Benzin mit ca. 23 % Aromaten = 198 kg

4) 5058/6434-Benzin P 1400°C - 175°C (Ausgangsmaterial für DHD)

1000 kg P 1400-175°C C_4 frei 12 % Aromaten = 120 kg

Dest.

115 kg - 80°C

242 kg 80-110°C (11,5% Aromaten = 28 kg) 643 Kg 110-175°C

Toluol DHD 10 atm H_2-Druck 0,2 kg/L x Std. Du
Zyklusdauer 16 Std.

Ausbeuten:

Abstreifer C_4 frei	76
Gas H_2, C_1-C_4	: 23
Koks	: 1

56 kg Gase (11 000 WE/kg)

184 kg Abstreifer C_4 frei 70% Aromaten = 129 kg

Feindestillation

54 kg Toluol

115 kg Vorlauf) 130 kg Benzin mit 57,5 %
15 kg Rückstand) = 75 kg Aromaten

Endprodukte (gerechnet mit 2% Destillations-verlust)

53 kg Toluol (n_D^{20} = ca. 1,4940 entsprechend einem Reinheitsgrad von ca. 97,5%)

888 kg Benzin ca. 19 % Aromaten = 167 kg

DIN-Format A 4 T (210 x 297 mm)

5) Sumpfbenzin Scholven P 1305 - 175°C

1000 kg P 1305-175°C 24% Aromaten = 240 kg

Dest.

175 kg - 75°C | 400 kg 75°C-108°C: 20% Aromaten = 80 kg | 425 kg > 108°C

Toluol DHD 10 atm H_2-Druck
0,2 kg/L x Std. Durchsatz Zyklusdauer 16 Std.

Ausbeuten:

Abstreifer C_4 frei	:	84,0
Gas H_2, C_1-C_4	:	14,5
Koks	:	1,5

58 kg Gase (11 000 WE/kg)

337 kg Abstreifer C_4 frei 81,5 % Aromaten = 275 kg

Feindestillation

151 kg Toluol

168 kg Vorlauf } 186 kg Benzin mit 66,5 % =
18 kg Rückstand } 124 kg Aromaten

Endprodukte (gerechnet mit 2 % Destillationsverlust)

148 kg Toluol (n_D^{20} = 1,4908 entsprechend einem Reinheitsgrad von ca. 94,5 %)

786 kg Autobenzin ca. 36 Gew.% Aromate = 284 kg

DIN-Format A 4 (210 x 297 mm)

o) Rumänisches Erdölbenzin P 1507 - 175°C

1000 kg rum. Erdölbenzin - 175°C 10% = 100 kg Aromaten

52 kg - 80°

348 kg 80-110°
10% = 35 kg Aromaten

600 kg > 110°

Toluol DHD 10 atm H_2-Druck
0,2 kg/L x Std. Durchsatz
Zyklusdauer 16 Std.

Ausbeuten:

Abstreifer C_4 frei	:	66
Gas H_2, C_1-C_4	:	32,5
Koks	:	(1,5)

123 kg Gas (11 000 WE/kg)

230 kg Abstreifer C_4 frei 76 Gew.% Aromaten = 175 kg

Feindestillation

90 kg Toluol

116 kg Vorlauf
18 kg Rückstand
} 134 kg Benzin mit 59,0 Gew.% = 79 kg Aromaten

Endprodukte (gerechnet mit 2 % Destillationsverlust)

94 kg Toluol (n_D^{20} = 1,4963 entsprechend einem Reinheitsgrad von über 90%)

786 kg Benzin mit ca. 18 Gew.% = 144 kg Aroraten

Kurven Blatt 12a

Ausbeute - Aromaten - Relation

Druck 10 10-25 atm

Umlauf 0.2 ● ○

0.5 ■ □

0.35 ▣ ⊠

DHD Bi 70-120° Pölitz, Kat 7935 Ausbeute 45

DHD Bi 80-120° Na 801, Kat 7360 Ausbeute 55

5058 Bi 80-110° Slo, Kat 7935 Ausbeute 125 kg

5058/6434 Bi 80-110° Slo, Kat 7360 Ausbeute 55

Lü-Bi 80-110° Slo, Kat 7360 Ausbeute 55

Rüm. Bi 80-110°, Kat 7935 Ausbeute 125 kg

Gew.% Aktivkohle Extrakt

Gew.% Aromaten einer Aktivkohle →

Gew.% Aromaten einer Aktivkohle →

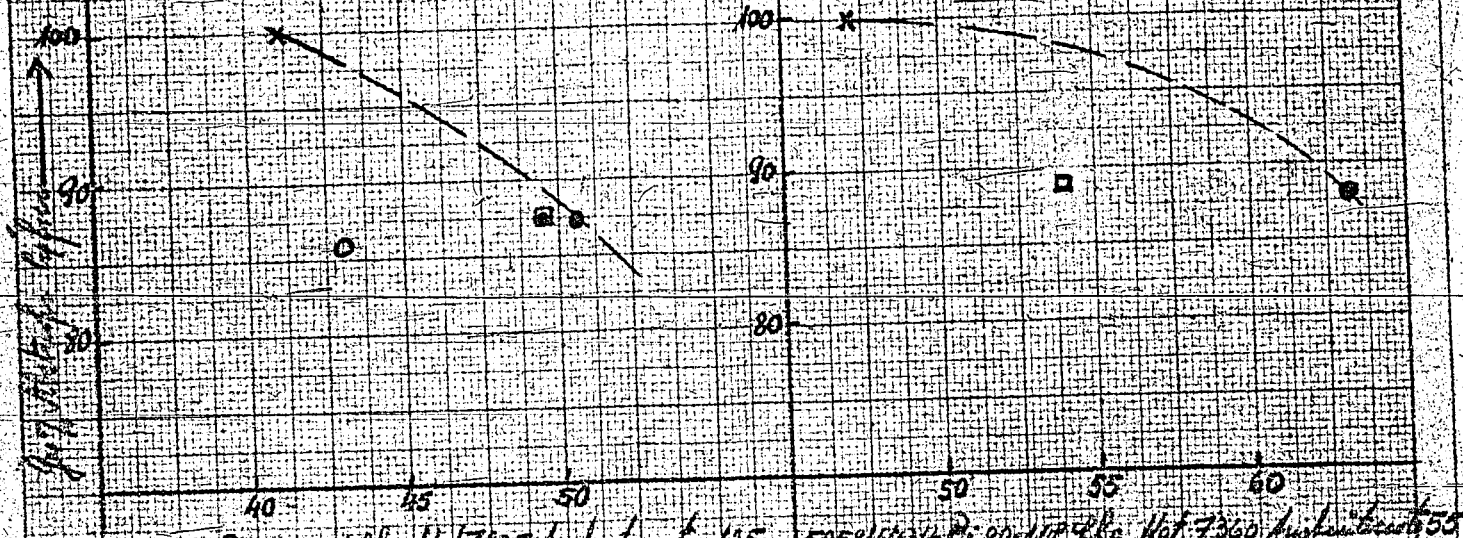
I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft,
Ludwigshafen a. Rhein.

DIN-Format A 4 T (210 x 297 mm)

Ausstellungsstücke

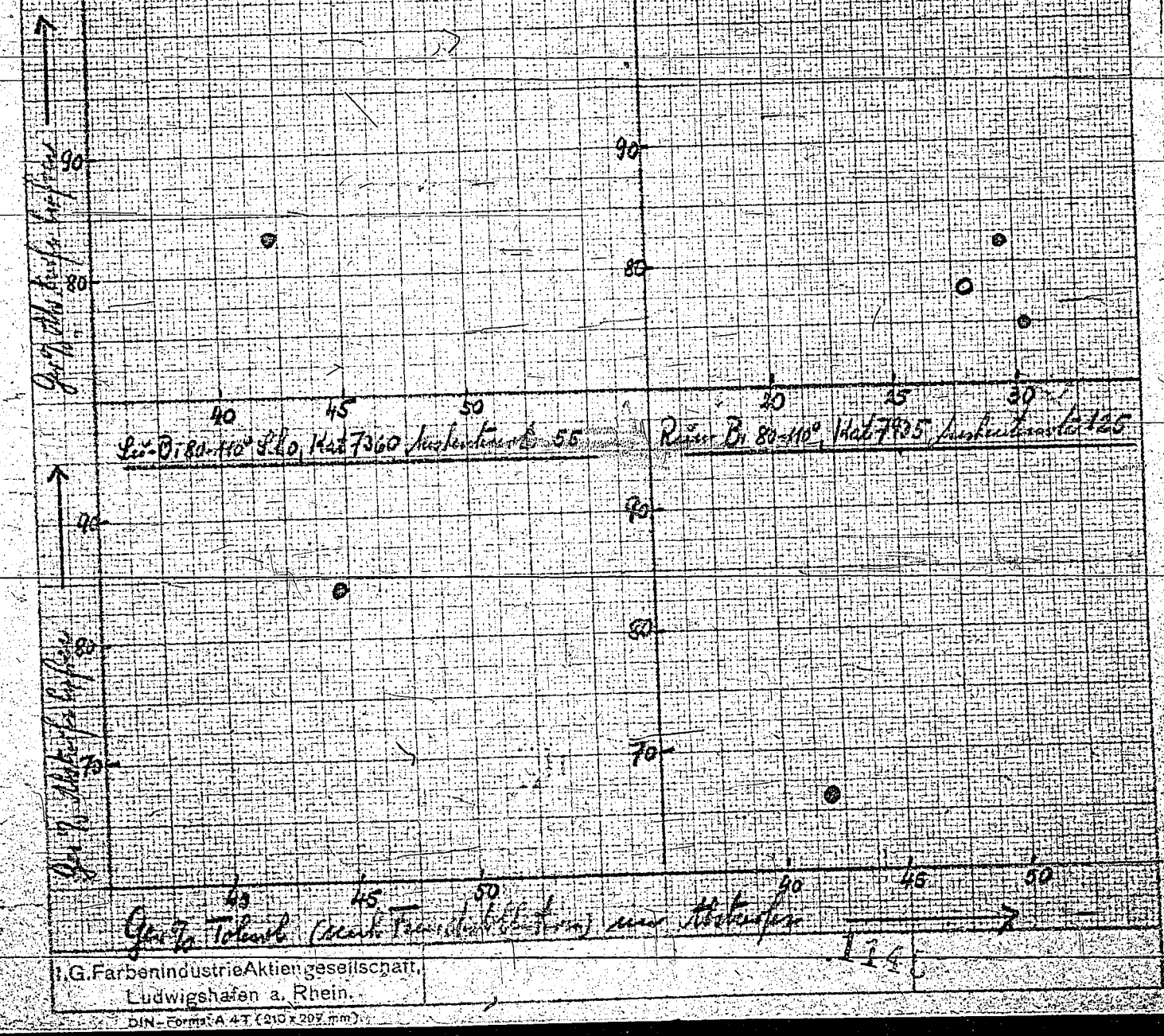
Ausstellungsstücke

OHO-Bz 80-120° Pol.k., Mat 1935 Ausstellungsstück OHO-Bz 80-120° Ka 80 t, Mat 7360 Ausstellungsstück



5058-Bz 80-110° Stk a Mat 7935 Ausstellungsstück 125

5058/5434-Bz 80-110° Stk a Mat 7360 Ausstellungsstück 55



Leo-Bz 80-110° Stk a Mat 7360 Ausstellungsstück 55

Rg-Bz 80-110° Mat 7935 Ausstellungsstück 125

Gew.-% Toluol (Gesamt-Kresolgehalt) unserer Rohkresole

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

DIN-Format A 4 T (210 x 297 mm)

Versuchsblatt 1a

Abhängigkeit der Raum-Ausbeute der Teilkontakte vom Dehydrierungsgrad

[Zeichen: 1. Versuchsblatt 1a; Punkt Nr. 1 bedeutet Versuchsdauer 40 Std. 2. " " " " " " " 80 "]

DHD-B. 70-120° Pol. 6, Kat 7335, Ausbeutezeit 45

DHD-B. 80-120° K 801, Kat 7360, Ausbeutezeit 55

5058 B. 80-110° Pkg. Kat 7335, Ausbeutezeit 125

5058/6424-B. 80-110° Pkg. Kat 7360, Ausbeutezeit 55

Kü-B. 80-110° Pkg. Kat 7360, Ausbeutezeit 55

Rüm B. 80-110° Kat 7335, Ausbeutezeit 125

Brechungsindex d 20° des Teilkontaktes

Brechungsindex d 20° des Versuchsproduktes

Gew.-% Reinausbeute des Teilkontaktes

Gew.-% Reinausbeute des Versuchsproduktes

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein.

I. 2c.

DIN-Format A 4 T (210 x 297 mm)

Korrektur-Nr. 2

Toluol aus Xylol

Kat 7360
F. 1456–1631
Ausbeute: 55
Kat 7935
F. 61–11
Ausbeute 107

Quelle 25 50 kg
Quelle 02 • 0
05 • 0
Durchsatz 02 X

% Gas + Kohle auf Toluol bezogen

% Toluol im Anfall →

% Gas + Kohle + Verlauf + Benzol auf Toluol bezogen

% Gas + Kohle auf Toluol + Benzol bezogen

% Toluol + Benzol im Anfall →

% Gas + Kohle + Verlauf auf Toluol + Benzol bezogen

% Toluol im Anfall →

% Verlauf + Benzol auf Toluol bezogen

% Toluol + Benzol im Anfall →

% Verlauf auf Toluol + Benzol bezogen

% Toluol im Anfall →

% Toluol + Benzol im Anfall →

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

DIN-Format A 4 T. (210 x 297 mm)

Druckversuche 11. April 1943 No/Fr
958

Versuche zur Toluolgewinnung durch Dehydrierung von Fraktionen eines DHD-Abstreifers aus Steinkohle und anschließender Feindestillation der dehydrierten Produkte

Zusammenfassung

Sechs scharf geschnittene 10°- (bezw. 20°-) Fraktionen (75°-85°, 85°-95°, 95°-105°, 105°-115°, 115°-135°, 135-145°) eines DHD-Benzin Steinkohle wurden zur Gewinnung von Reintoluol einer zweiten Dehydrierung in einem 1000 ccm-Ofen bei 10 atm H_2-Druck unterworfen und die Abstreiferprodukte in einer [illegible]kolonne fraktioniert.

Die Versuche ergaben, daß sich auf diese Weise aus den Fraktionen 95-105° und 105-115° mit Sicherheit Toluol ausbeutereicher Reinheit für die Sprengstoffherstellung gewinnen läßt.

Aus den übrigen Fraktionen [illegible] feindestillierte Toluol einen normalen Bis-niedrigen Brechungsindex, soweit dieser bestimmt wurde. Es kann jedoch angenommen werden, daß dieses Ergebnis bei den über 100° siedenden Abstreiferfraktionen auf den verhältnismäßig geringen Gehalt der Abstreifer an Toluol zurückzuführen ist und bei Feindestillation einer größeren Menge in einer technischen Kolonne [illegible] verbessert wird.

Bei sämtlichen Fraktionen tritt eine schwache Verkleinerung der Ausbeute an Dehydrierprodukten (mit Ausnahme der 95-105° Fraktion) ab, auch an Toluol ein. Die mit der Ausbeuteverkleinerung verbundene Gas- + Koks-Vermehrung beträgt für die vier ersten Fraktionen [illegible] 0,5 bis 1,5 %/kg verbrauchte Abstreifer, für die beiden letzten schweren Fraktionen sind sie erheblich höher, was auf den geringen Gehalt dieser Fraktionen an dehydrierbaren Naphthenen zurückzuführen ist.

Die folgende Tabelle gibt einen Überblick über die Ergebnisse, die in [illegible]versuchen (Betrieb[illegible]) bei Verarbeitung von 5038/6431-Benzin aus Steinkohle auf DHD-Benzin + Toluol[1]) in Verbindung mit [illegible] erhalten wurden. Es sind [illegible] DHD-Ausbeuteverluste zu erwarten seien. Es sei [illegible] die Verluste der Toluolgewinnung bezogen auf [illegible] Toluol [illegible] [illegible] [illegible]

Toluol aus 5058/64 4-Benzin über DHD

I. DHD-Benzin-Gewinnung ohne Toluol

1000 kg Benzin 180° Vordestillation

250 kg Leichtbenzin (3 kg Aromaten)

350 kg Schwerbenzin

DHD 82 % Ausbeute

697 kg stab. Abstreifer (68,6 Gew.% Aromaten)

38 kg R'stand

669 kg stab. Abstr. (67 Gew.% = 42 kg Aromaten)

809 kg DHD-Benzin

50 Vol.% (= 55 Gew.%) Aromaten

II. Toluolgewinnung in 2 DHD-Stufen Einsatz einer weiten Fraktion in die 2. Stufe

80% DHD-Benzin aus Verfahren I. Destillation

381 kg Vorlauf (300 kg Aromaten)
227 kg Rückstand

201 kg Fraktion 95°-115° (145 kg Aromaten = ca. 72,5 Gew.%)

II. DHD 86,5 Gew.% Ausbeute

174 kg stab. Abstreifer (156 kg Aromaten = ca. 95 Gew.%)

Feindestillation

81 kg Reintoluol

58 kg Vorlauf <95°
33 kg Rückstand >115°

91 kg (84 kg Aromaten)

699 kg DHD-Benzin

50 Vol.% Aromaten

III. Toluolgewinnung in 2 DHD-Stufen Einsatz einer engen Fraktion in die 2. Stufe

1000 kg Benzin - 170° Vordestillation

150 kg Leichtbenzin (3 kg Aromaten)

850 kg Schwerbenzin

DHD 80% Ausbeute

630 kg stab. Abstreifer (72,6 Gew.% Arom.)

Destillation

38 kg R'stand

272 kg Vorlauf <105°

26 kg 105-115°

221 kg R'stand >115°

519 kg (456 kg Aromaten)

123 kg Fraktion 105-115° (102 kg Aromaten = 83 Gew.%)

Feindestillation

81 kg Reintoluol

15 kg Vorlauf
13 kg Rückstand
28 kg (25 kg Aromaten)

697 kg DHD-Benzin

50 Vol.% Aromaten

Gesamtprodukte

DHD-Bz 50 Vol.% Aromaten	809 kg	699 kg	697 kg
Reintoluol	0	81 kg	81 kg
Rdest. Rückstand >170°	38 kg	38 kg	38 kg
% Verlust der Toluolgewinnung auf Toluol + Verlust		26,4 %	27,7 %

Versuche zur Toluolgewinnung durch Dehydrierung von Fraktionen eines DHD-Absorbers aus Steinkohle und anschließender Feindestillation der dehydrierten Produkte

Zusammenfassung S. 1 und 2

Beschreibung der Versuche

Etwa 400 kg eines DHD-Absorbers aus 5056/6434-Benzin - 160° aus Steinkohle (Anfallprodukt von Ofen 601 vom 8.2. + 17./18.2.1942 1) wurden im Leichtbenzin - 70°C, Benzin von 70°-140°C und Schwerbenzin 140° zerlegt und die Fraktion von 70-140°C in 10°-Fraktionen feindestilliert. Die folgende Tabelle enthält die Bilanzen der beiden Destillationen.

Tabelle

Destillation des DHD-Absorbers:

H_2O	2,4 Gew.%
Leichtbenzin - 70°C	4,3 "
Fraktion 70-140°C	59,3 "
Schwerbenzin 140°C	29,0 "
Verlust	1,0 "

Feindestillation der Fraktion 70-140°:

- 75° C	20,2 Gew.%
75 - 85° "	12,1 "
85 - 95° "	5,6 "
95 - 105° "	9,1 "
105 - 115° "	20,2 "
115 - 125° "	0,0 "
125 - 135° "	4,4 "
135 - 145° "	14,0 "
Rückstand	9,3 "
Verlust	1,3 "
	100,0 Gew.%

1) Vergl. Ausarbeitung/No vom 10.3.42 DHD-Versuche im 40-Ltr.-Ofen

Die Untersuchungen des DHD-Abstreifers und der weiten Fraktion sind in Anlage 1, die der engen Fraktionen in Anlage 2 enthalten. Da die Fraktion von 115°-125° nur sehr klein ist, wurde sie mit der Fraktion von 125°-135°C vereinigt.

Die feindestillierten Benzinfraktionen wurden über einen DHD-Kat auf Chromoxyd-Bentonit (Laborcharge Ko 133/135 (1:1)) unter folgenden Versuchsbedingungen dehydriert:

H_2-Druck:	10 atm (in einem Falle
Temperaturen:	494, 510, 527°C
Durchsatz:	0,2, 0,5 kg/Lit/Std.
ohne Gas/kg Einspritzung:	1,0
Zyklusdauern:	8, 12 und 16 Std.

Die Versuchsdaten sind aus der Anlage 3 zu ersehen.

Für den verwendeten Dehydrierkontakt ergaben Versuche bei 10 atm mit wechselndem Schwefelgehalt im Vergleich zu K 7550 Ok 5 neue Daten (vgl. Bericht von Dr. Reith vom 4.11.42 Nr. 20792/42):

Kontakt	Werte für Temperatur	Ausbeute
K 7550 Ok 5	100	100
K 7550 Ko 133/135 (1:1)	69	40

Der verwendete Kontakt benötigt nämlich eine mittlere Arbeitstemperatur. In diesen Versuchen ergab das die Verkokung.

Zur Vergleichsprüfung wurde ein Kontakt verwandt, auf den sich großtechnische Anlagen zum Einsatz kommende Kontakte im allgemeinen ähnlich verhalten. Die Temperaturwerte von 70-90 liegen.

Versuchsergebnisse.

Die Ergebnisse der Dehydrierversuche sind in der Anlage 3 zusammengestellt. Die in den Bilanzen angegebenen Kokswerte sind geschätzt. Die Anlagen 4 und 5 enthalten die Untersuchungen der stabilisierten Abstreifer und ihrer Reinbenzine, sowie Aromatisierungsversuchen und Feindestillationen.

Aus den Versuchsergebnissen wurde das Bilanzschema in Anlage 6 abgeleitet. Bei den beiden Fraktionen 95-105° und 105-115° sind die aus einem Reinheitsgrad des feindestillierten Toluols von ca. 99% (entsprechend einem Brechungsindex von 1,4960) extrapolierten Werte in das Bilanzschema eingetragen. Das Schaubild in Anlage 7 diente zur Verdeutlichung des Bilanzschemas.

1151

Auf dem Kurvenblatt 1 sind für die einzelnen dehydrierten Benzi Fraktionen die Ausbeuten an C$_4$-freiem Abstreifer (einschließlic Gasbenzin) in Abhängigkeit vom Aromatengehalt des C$_4$-freien Abstreifers (einschließlich Gasbi) aufgetragen und die Brechungsindices der durch Feindestillation gewonnenen Toluolfraktionen miteingezeichnet, soweit sie bestimmt wurden.1)

Kurvenblatt 2 enthält die auf 1 kg erzeugte Aromaten bezogenen Gas- + Koks-Verluste der Dehydrierung in Abhängigkeit vom mittleren Siedepunkt der Fraktionen, sowie die wichtigsten Eigenschaften der Restbenzine der dehydrierten Fraktionen in Abhängigkeit von der Schärfe der Dehydrierung (Gew.% Aromaten im stab. Abstreifer).

Man entnimmt dem Schaubild in Anlage 7, daß bei sämtlichen DHD-Fraktionen in der 2. DHD-Stufe noch eine echte Neubildung von Aromaten vor allem auf Kosten der Naphthene stattfindet. Die mit dieser Neubildung verbundenen Gas- + Koks-Verluste betragen für die 4 im Siedebereich von 75° bis 115° liegenden 10°-Fraktionen praktisch unabhängig vom mittleren Siedepunkt 0,8 bis 1,1 kg/kg erzeugte Aromaten. Für die beiden höher siedenden Fraktionen liegen die Verluste dagegen erheblich höher, da diese Fraktionen nur noch einen geringen %-Gehalt an dehydrierbaren Naphthenen enthalten. (Vergl. Kurvenblatt 2).

Mit der Aromatenneubildung geht, von der DHD-Fraktion 105-115°C abgesehen, auch eine Neubildung an Toluol parallel. Bei der DHD-Fraktion 105-115°C, die bereits 78 % Toluol enthält, überwiegt die Spaltung des Toluols zu Benzol die Toluolneubildung in der 2. DHD-Stufe, sodaß hier in Summe etwas Toluol vernichtet wird.

Der Reinheitsgrad des feindestillierten Toluols hängt sowohl von der Schärfe der Dehydrierung als auch von den Siedegrenzen der in die 2. DHD-Stufe eingesetzten Fraktion ab. In Übereinstimmung mit früheren Versuchen (Ber. Ho vom 18.11.42 "Versuche zur Toluolgewinnung .....") nimmt er mit wachsender Schärfe der Dehydrierung zu (Erhöhung des Brechungsindexes bei Erhöhung des Aromatengehaltes). (Vergl. Kurvenblatt 1). Aus den beiden DHD-Fraktionen 95 - 105° und 105 - 115° läßt sich durch scharfe Dehydrierung und anschließende Feindestillation mit Sicherheit ein Toluol von ausreichendem Reinheitsgrad für die Sprengstoffherstellung gewinnen, während dies für die übrigen Fraktionen nach den Versuchsergebnissen (niedriger Brechungsindex des feindestillierten Toluols) zumindest als zweifelhaft erscheint. Bei den höher siedenden DHD-Fraktionen ist dieses Ergebnis nicht weiter verwunderlich, da diese Fraktione

---

1) In einigen Fällen unterblieb leider versehentlich die Bestimmung des Brechungsindexes.

2) Durch Feindestillation eines durch scharfe Dehydrierung der Fraktion 95 - 105° hergestellten Abstreifers wurde ein Toluol mit einem Brechungsindex $n_D^{20°} = 1,4959$ entsprechend einem Reinheitsgrad von etwa 99 % gewonnen. Aus früheren Versuchen kann geschlossen werden, daß der gleiche Abstreifer bei Feindestillation in einer technischen Kolonne ein für Sprengstoff geeignetes Toluol liefert.

auch nach der 2. Dehydrierung noch hochsiedende par. Kohlenwasserstoffe enthalten. Bei den niedrig siedenden DHD-Fraktionen (75-[illegible] aber ist die schlechte Qualität des in einer Laborkolonne [illegible] destillierten Toluols möglicherweise darauf zurückzuführen, [illegible] eine Feindestillation des Toluols in einer kleinen Kolonne bei geringem Toluolgehalt des Einsatzproduktes nur unvollkommen durchgeführt werden kann.

Das Restbenzen der DHD-Fraktionen wird nach Kurvenblatt [illegible] der Weise durch die zweite Dehydrierung geändert; die Anteile - 70°C nehmen mit zunehmender Schärfe der Dehydrierung (zunehmender Aromatengehalt des Abstreifers) zu, während die Anteile - 100°C [illegible] zu durchlaufen scheinen (Einfluß der Polymerisation?). Der Naphthengehalt nimmt ab, der Paraffingehalt entsprechend zu. Die Grenzen nach Motormethode durchlaufen ebenso wie die % - 100° ein Minimum. Offenbar überwiegt bei schwacher Dehydrierung der Einfluß der Abnahme klopffester Naphthene und entsprechender Zunahme weniger klopffester Paraffine, bei starker Dehydrierung dagegen der Einfluß der Zunahme der Anteile - 70°C.

Auf Grund von Versuchsunterlagen über die Verarbeitung von [illegible] Benzin Scholven auf DHD-Benzin (vergl. Ber. No vom 20.1.[illegible] auf Grund der vorliegenden Versuchsergebnisse sind in der Tabelle in der Zusammenstellung die folgenden Arbeitsweisen miteinander verglichen:

I. Gewinnung von DHD-Benzin mit 50 Vol.% Aromaten

II. Gewinnung von Toluol + DHD-Benzin mit 50 Vol.% Aromaten im 2 DHD-Stufen: Einsatz einer weiten Fraktion[1]) in die 2. Stufe

III. Gewinnung von Toluol + DHD-Benzin mit 50 Vol.% Aromaten in 2 DHD-Stufen: Einsatz einer engen Fraktion[1]) in die 2. Stufe.

In II und III wurde auf 10 % Toluol [illegible] DHD-Benzin gearbeitet. Die angegebenen Ausbeuten sind auf [illegible] bezogen, die Verlustlose und 40 Sekunden Zyklen angesetzt sind. Die in der 2. DHD-Stufe im 1000 ccm-Ofen erhaltenen Ausbeuten wurden um 2 % erniedrigt bei einem Destillationsverlust von 2 % bei der Toluolgewinnung durch Feindestillation eingesetzt.

Um bei der Fahrweise III (Einsatz einer engen Fraktion in die 2. DHD-Stufe) hochwertiges DHD-Benzin zu erhalten, muß der 1. DHD-Stufe im Unterschied zu der Fahrweise II (Einsatz einer weiten Fraktion in die 2. DHD-Stufe) auf einen etwas höheren Aromatengehalt gefahren werden, [illegible] bei der Herstellung von DHD-Benzin allein, da die durch die Toluolherausnahme erforderliche [illegible] Aromatenmenge nicht völlig in der 2. DHD-Stufe erzeugt wird. Dies bedingt nach Versuchen im 40-Ltr-Ofen 60% einen Ausbeuteverlust von 2 % in der 1. DHD-Stufe bezogen auf DHD-Benzin.

1) Die Fraktion ist so weit gewählt, daß die in der 2. DHD-Stufe neugebildeten Aromaten gerade ausreichen, um das aus dem DHD-Benzin herausgenommene Toluol zu ersetzen. Es zeigt sich, daß die bei Wahl des Siedebereiches der Fraktion von 95 - 115°C der Fall ist.

2) Siehe Seite 7)

Insgesamt werden nach den Arbeitsweisen II und III praktisch die gleichen Verluste der Toluolgewinnung bezogen auf Toluol Verluste erhalten.

gez. Hornemacher

Gemeinsam mit

Dr. Donath
Dr. Hirschberger/Lajus
Dr. Reitz
Dr. Rotter

---

*) Da Versuche mit noch engeren als 10°-Fraktionen nicht vorliegen, ist der zur Erzeugung der gewünschten Reintoluolmenge gerade ausreichende Teil der Fraktion 105-115° C in die 2. HED-Stufe eingesetzt.

Anlage 1

Aufarbeitungsdestillat (DHD-Abstr. [illegible] Steinkohle Ofen 601 vom 8.2. + 17./18.2.42) und Zwischenfraktion

Produkt	red.+stab.DHD-Abstr. Ofen 601 v.8.2. + 17./18.2.42	Fraktion - 70°C (stabilis.)	Fraktion 70-140°C	Fraktion
Gew.% bezogen auf red. + stab. Abtreiber	100	4,9	78,9	26,2
Eigenschaften:	geschätzt: Restbenzin			Restbenzin
Dampfdruck ata bei 38°C		0,969		
Spez.Gewicht/15°	0,799	0,655	0,798	0,720
Anilinpunkt I/II	-8,3 ber./ 59,3	46,7/51,7	1,5b./57,5	56,2/57,7
Siedebeginn °C	-	36	74	67
% - 50		77	-	-
- 60		93	-	-
- 70		96	-	1
- 100	39 80		49,0	73,0
- 120			82,5	91,0
- 140			97,5	-
- 160	95		-	-
- 180			-	-
Endpunkt / %		74/96,5	141/93	139/95,8
Zusammensetzung:				
% Paraffine	21	36,0	24,0	37,5
" Naphthene	11	55,0	17,0	40,5
" Aromaten	67	8,0	59,0	2,0
" Ungesätt.	1	1,0		
n	+ 0,12 25	94	80, 102	

Extrakt: Gew.%		
% Vorlauf	57	
% Benzol	2,2 =	0
% Zwischenfraktion	16,0	18
% Toluol	2,9	-
% Zwischenfraktion	45,6	46,6
% Xylol	2,4	-
% Kol. Aromaten	25,6	30,2
% Verlust	2,0	5,2
	1,1 =	0

Anlage 2

Untersuchungen der DHD-Benzinfraktionen

Fraktion 70-140° zerlegt in	A: -75°C	B: 75-85°	C: 85-95°	D: 95-105°	E: 105-115°	F: 115-125°	G: 125-145°	H: 145°
Gew.% bez. auf Fraktion 70-140°	20,4	12,3	5,7	9,2	29,5	5,5	9,2	3,4
Gew.% bez. auf DHD-Abstreifer (mit ca. 1,0 % Gas)	14,5	8,7	4,0	6,5	21,0	3,9	10,1	2,4
Gew.% bez. auf DHD-Abstreifer red. + stab.	16,1	9,6	4,5	7,3	23,3	4,2	11,2	2,7

Kennzeichenschaften:		Restbi		Restbi		Restbi		Restbi		Restbi		Restbi		Restbi	
Dampfdruck ata bei 38° n.R.					0,237	-	0,098	-	0,063	-	0,0				
Spez.Gew./15°	0,7305		0,792	0,728	0,740	0,719	0,770	0,729	0,836	0,736	0,823	0,745	0,854	0,745	
Anilinpunkt I			1,0	50,3	43,8	58,7	22,5	56,2	-27,5b.	60,6	-10,5b.	60,5	-42,0b.	63,5	
Siedebeginn °C	60		74	78	85	88	95	92	107	101	120	115	134	90	
% - 65/70	23,5/87,5		-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
75/80	97,5/ -		-/87	-/10	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
90	-		-	97,0	52	22	-	-	-	-	-	-	-	1	
95/100	-		-	-	97/-	90,5/-	-/73	/88	-	-	-	-	-	-	
110	-		-	-	-	-	-	-	84,0	9,0	-	-	-	-	
120	-		-	-	-	-	-	-	-	95,0	-	3,0	-	-	
130	-		-	-	-	-	-	-	-	-	55	80,0	-		
137/140	-		-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-/94	/15	
Endpunkt / %	76,5/98		87/98	92/98	97/99	95/98,5	107/99	105/98	116/98,5	122/98,5	137/97,5	135/98,5	144/98	150/94,5	
Zusammensetzung: % Paraffine			19,5	38	53,0	65,5	37,0	58,5	13,5	-	22,5	74,5	6,5	87	
% Naphthene			30,0	59,5	29,0	33,0	25,0	39,5	4,0		7,0	22,5	1,0	12	
% Aromaten			50,0	2,0	18,0	1,5	38,0	2,0	ca.83,0	3,5	70,0	3,0	94,0	1	
% Ungesättigte			0,5	0,5	0,0	-	-	-	-	-	-	-	0,5	-	
Oktanzahlen:Motormethode			80	74,8	64,8	62,8	69,2	54,8	87,2	47,5	-	42	73,7 E	-	
" + 0,12 Blei			94	93,5	-	87,4	86,8	81,6	94,8	-	-				
Gew.% der Teilfraktion			48,5		17,5		32,5		14,8		4,0		3,7		
% Vorlauf			2,4 ≡ 0		-		-		0,4 ≡ 0		-		-		
% Benzol			91,4	95,6	54,2	52,6	2,0	4,2	-	-	-	-	-		
% Zwischenfraktion			-	-	8,2	-	4,5	-	-	-	1,2	-	-		
% Toluol			-		22,9	27,7	88,2	90,8	94,0	95,5	9,2	12,5	-		
% Zwischenfraktion			-		-	-	-	-	-	-	4,0	-	-		
% Xylol			-		-	-	-	-	-	-	79,	82,6	94,0	94,5	
% höhere Aromaten			4,0	2	12,7	19,7	5,0	5,0	4,4	4,5	4,	4,9	(5,)	5,	
Verlust			2,2		- ≡ 0		0,3 ≡ 0		1,1 ≡ 0		1, ≡ 0		0,6 ≡ 0		

1156

DL[illegible]-A

Gew.[illegible]
70-140[illegible]
red.[illegible]

Gew.[illegible]
DHD-A[illegible]

[illegible]

Ve[illegible]

Ko[illegible]

E[illegible]

Te[illegible]

D[illegible]

Ge[illegible]

Ge
(d[illegible]

Ge[illegible]

Ro

et[illegible]

1)

2)

Anl. 3

Untersuchungen der dehydrierten DHD-Benzinfraktionen (1)

Dehydrierte DHD-Fraktion	B: 75-85°						C: 85-95°						D: 9			
Versuchsnummer	B 1		B 2		B 3[1]		C 1		C 2		D 1		D 2		D 3	
Temperatur °C	494		510		522		494		510		494		510		527	
stab. Abstreifer bezw. Restbi:		Restbi		Restbi		Restbi		Restbi		Restbi		Restbi		Restbi		Res
Dampfdruck ata bei 38° n.R.	0,261	-	0,283	-	0,277	-	0,234	-	0,259	-	0,148	-	0,148	-	-	-
Spez.Gewicht / 15°C	0,821	0,702	0,832	0,723	0,829	0,710	0,783	0,697	0,792	0,697	0,815	0,704	0,825	0,706	0,834	0,71
Anilinpunkt	-16,3b	58,2	-26,3b	+47!	-23,9b	55,2	5,6	63,0	-2,9b	62,5	-15,5b	61,5	-22,5b	60,0	-31,7b	47,[illegible]
Siedebereich	70-162	54-131	62-179	66-161	69-160	56-107	68-155	53-110	67-135	56-104	71-160	65-130	71-182	48-145	72-156	54-
% - 70	-	5,0	1,5	2,5	-	14,5	-	2,0	0,5	4,5	-	-	-	7,0	-	4
- 100	89	92,5	80	84	93	-	72	96,0	69,0	97,0	23,8	86,0	20	78,5	20,0	85,
- 120	92,5	95,5	89	93	96	-	96	-	96,0	-	91,0	96,0	79	94,0	92,0	95,[illegible]
- 140	95,0	-	93	96,5	97,5	-	-	-	-	-	96,5	-	91,5	96,0	96,0	-
Zusammensetzung:																
% Paraffine	16,0	62,0	12,5	58,5	13,5	59	36,0	81,0	28,0	80,5	20,0	76,5	16,0	75,0	11,0	64,0
% Naphthene	10,5	36,5	7,0	24,0	9,0	37,5	7,5	17,0	7,0	16,5	5,5	21,0	4,5	21,5	5,0	17,(
% Aromaten	72,5	1,0	79,5	16,5!	77,5	3,5	56,5	2,0	65,0	3,0	74,5	2,5	79,5	3,5	86,0	19,
% Unbestimmte	1,0	0,5	1,0	1,0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	-	-	-	-	-	-	3,2	-	3,3	-	2,8	2,8	2,4	2,4	2,6	-
Einzahl nach Aromatenmethode	-	67,8	-	-	-	72,4	-	59,8	-	61,1	-	56,0	-	58,7	-	-
Anteile des stab. Abstreifers:																
% - 99		81,7		74,2	88,2		62,7		60,3		37,9		33,5		27,8	
99/111		6,5		9,6	5,0		31,3		34,6		48,8		46,8		62,5	
111/120				2,4							2,4		1,2		1,3	
R6		7,9		11,4	5,5		5,1		4,7		7,7		16,5		7,2	
Verlust		3,9		2,4	1,0		0,9		0,4		3,2		2,0		1,2	
Toluolfraktion: Spez.Gew./20°	0,8543		0,8557		-		-		-		-		-		0,869	
$n_D/20°$	1,4507		1,4915		-		-		-		-		-		1,495	
Extrakt Gew.%	69		89		76,5		55,5		64,0		72,0		79,0			
% Vorlauf	1,4		6,4!		3,0		-		-		-		-		-	
% Benzol	75,6		65,0		81,2		20,2		27,5		4,0		5,6		6,4	
% Leichtfraktion	2,2		2,4		2,4		3,4		4,5		3,2		2,8		4,8	
% Toluol	10,8		10,8		9,0		61,2		63,0		77,0		68,4		76,4	
% Zwischenfraktion	2,8		1,8		-		2,4		-		2,4		2,4		3,8	
% Xylol	-		5,0		-		2,6		-		6,6		12,0		2,4	
% höhere Aromaten	5,4		7,2		4,0		5,2		4,5		5,2		7,6		5,4	
Verlust	1,8		1,4		0,4		2,0		0,5		1,6		1,2		0,8	

[1]) Durchsatz 0,5

Anlage 5

Untersuchungen der dehydrierten DHD-Benzinfraktionen (2)

Dehydrierte DHD-Fraktion	E: 105-115°						F: 115-135°						G: 135-145°					
Versuchsnummer	E 1		E 2		E 3		F 1		F 2		F 3		G 1		G 2		G 3	
Temperatur °C	494		510		510 [1]		510		527		527 [1]		510		527 [1]		527	
stab. Abstreifer bezw. Restbi		Restbi		Restbi		Restbi		Restbi		Restbi		Restbi		Restbi		Restbi		Restbi
Dampfdruck ata bei 38° n.R.	0,099	-	0,105	-	0,129	-	-	-	0,092	-	0,092	-	0,041	-	0,091	-	0,091	-
Spez.Gewicht/15°C	0,854	0,718	0,856	0,715	0,852	0,724	0,851	0,705	0,861	0,732	0,849	0,740	0,861	0,725	0,861	0,725	0,859	-
Anilinpunkt	-48,7b	58,8	-51,1b	59,4	-47,1b	62,3	-40,5b	64,3	-49,7b	62,2	-38,1b	52,8	-49,3b	65,7	-52,1b	65,7	-49,3b	-
Siedebereich	101-133	80-126	88-145	-	91-139	-	85-157	-	85-168	-	84-151	-	120-148	60-149	104-152	60-149	93-143	-
% - 100	-	26	3,5	-	2,5	-	2,0	-	2,0	-	2,5	-	-	10,8	-	10,8	1,0	
% - 120	94	94	93,0	-	89,0	-	19,0	-	22,0	-	17,0	-	-	21,5	2,0	31,5	9,0	
% - 140	-	-	97,0	-	-	-	94,0	-	93,0	-	95,0	-	93,0	61,0	91,0	61,0	,0	
Zusammensetzung: % Paraffine	3,5	83,0	3,0	85,5	4,5	86,0	6,0	87,5	3,0	78,0	8,0	69,5	4,0	91	3,5	91,0	3,5	
% Naphthene	0,5	6,0		3,0	0,5	7,5	1,0	11,0	1,0	20,0	2,0	17,0		6		6,0	1,0	
% Aromaten	96,1	11,0!	97,0	11,5!	95,0	6,5	93,0	1,5	ca.96	2,0	90,0	13,5!	96,0	3	ca 96,5	3,0	95,0	
% Ungesättigte	0	0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	
Jodzahl	0,6	-	1,0	-	1,5	-	1,3	-	0,8	-	2,1	-	-	-		-		
Oktanzahl nach Motormethode	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Feindestillation des stab. Abstreifers:																		
% - 109°	13,6		10,1		15,0		12,4		15,5	-		4,7		5,3		8,1		
109/111°	76,8		77,0		65,7		11,2		17,1	-		2,0		1,1		11,2		
111/120°	2,5		2,4		2,6		4,4		2,4	-								
120/135°										-		10,7		9,7		1,8		
135/138°										-		61,3		67,8				
138/143°										-		15,6		9,8		78,6		
Rü	6,6		9,3		15,9		71,0		66,2	-		4,8		6,7				
Verlust	0,5		1,2		0,8		1,0		1,0	-		0,9		0,7		0,4		
Toluolfraktion: Spez.Gew./20°	-		-		-		-		-									
$n_D/20°$	1,4922		1,4940		-		1,4830		1,4925	-		-		-		1,4918		
Extrakt: Gew.%	92,0		93,5		91,5		90,5		94,0	90,0		96		96,0		93		
% Benzol	1,4		5,2		2,0		5,2		5,6	1,4		1,6		2,2		4,2		
% Zwischenfraktion	2,0		2,2		2,8		1,4		2,6	2,0		2,0		1,2		1,6		
% Toluol	84,4		78,2		73,6		15,6		13,6	11,0		1,4		1,8		4,8		
% Zwischenfraktion	3,6		3,8		4,4		1,8		4,6	4,8		2,8		3,4		5,0		
% Xylol	2,2		3,6		11,8		69,2		67,0	74,6		84,0		83,6		76,8		
% höh. Arom.	5,0		5,2		5,0		5,2		5,4	5,2		6,6		6,4		5,4		
% Verlust	1,4		1,8		0,4		1,6		1,2	1,0		1,4		1,4		1,0		

1) Durchsatz 0,5

Anlage 6

Bilanzschema

1100 kg stab. Abstreifer

1000 kg red. + stab. DHD-Abstr. Steinkohle (Ofen 601 vom 8.2. + 17./18.2.)

Fraktion -70°: 49 kg

Fraktion 70-140°: 739 kg

kg Aromaten: 465
Benzol : 84
Toluol : 216
Xylol : 141
höh.Arom.: 24

Fraktion >140° (nicht untersucht): 162 kg

Fraktion	-75°	75-85°	85-95°	95-105°	105-115°	115-135°	135-145°	>145°
kg	161	96	45	73	233	42	112	27
kg Aromaten	(32)	48	8	28	ca. 193	29	103	ca. 24
Benzol	(32)	46	4,8	1,2	-	-	-	-
Toluol	-	-	2,2	25,4	184,8	3,6	-	-
Xylol	-	-	-	-	-	23,0	97,5	ca. 20,5
höh.Aromaten	-	2	1,0	1,4	8,6	2,4	5,5	ca. 3

DHD: 10 atm H_2-Druck, 0,2 kg/l x Std. Temperatur	510	510	ca.550 [1]	ca.520 [1]	527	20 atm H_2-Dr. 527
kg	82,4	(53,7)	58,0	215	34,6	109
" Aromaten	64,2	(21,6)	49,6	209	33,1	103,6
" Benzol	46,0	6,5	4,4	13,3	2,3	5,4
" Toluol	9,0	14,1	40,4	173,0	5,8	8,6
" Xylol	4,2	-	2,1	11,6	23,2	83,9
" höh.Aromaten	5,0	1,0	2,7	11,1	1,8	5,7
" Toluol durch Feindest.	6,2	7,5	31	162	5,7	11,6(?)
Toluolfraktion: Spez.Gew./ 20^0	0,8557	-	0,870	-	-	-
n_D	1,4915	-	1,4960	1,4960	1,4925	1,4918

1) aus den Versuchsunterlagen ungeschätzt auf ca. 99%iges Toluol (n_D 1,4960)

Anlage 7

Zusammensetzung der DHD-Fraktionen 1000 kg Ausg. der 2. DHD-Stufe

☐ Benzol ☐ Toluol ☐ Xylol ☐ höhere Aromaten

☐ Kerosin ☐ Gasöl ☐ Öle + Rück ☐ Koks + Verl.

1 Kerosin wiegt ca. 2 kg.

Aus 1000 kg ausgef. Mittel DHD-Destillate Destillation

↓

784 kg Fraktionen 70-145° zum Ausg.

Fraktionen

-75°C: 161 kg	Naphthene + Aromaten			
75-85°: 96 kg		10 atm; 510 °C 0,2 kg/l × Std. →		82,4 kg Bi
85-95°: 45 kg		〃 →		33,7 kg Bi
95-105°: 73 kg		10 atm; ca 530 °C 0,2 kg/l × std. →		58 kg Bi
105-115°: 235 kg		10 atm; ca 520 °C → 0,2 kg/l × Std.		215 kg Bi
115-135°: 42 kg		10 atm; 527°C; 0,2 kg/l × Std		34,6 kg Bi
135-145°: 112 kg		20 atm; ca 527°C 0,2 kg/l × Std. →		109 kg Bi
>145°: 27 kg				

DHD - II. Stufe

G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft Ludwigshafen a. Rhein
Ludwigshafen Stammwerk

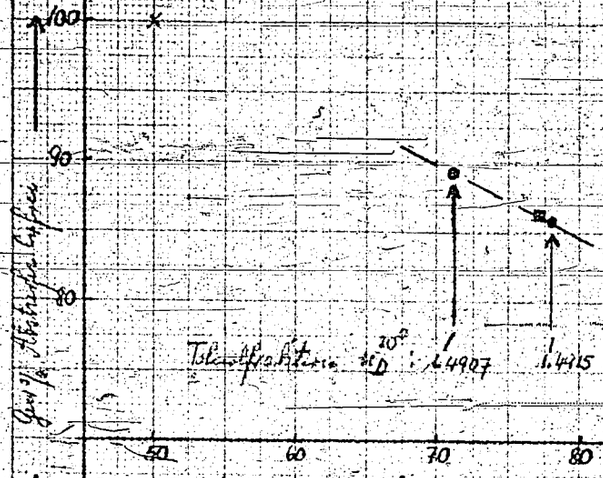
Aromaten-Raffination mit 2 DHD-Stufen

Druck: 10 25 at

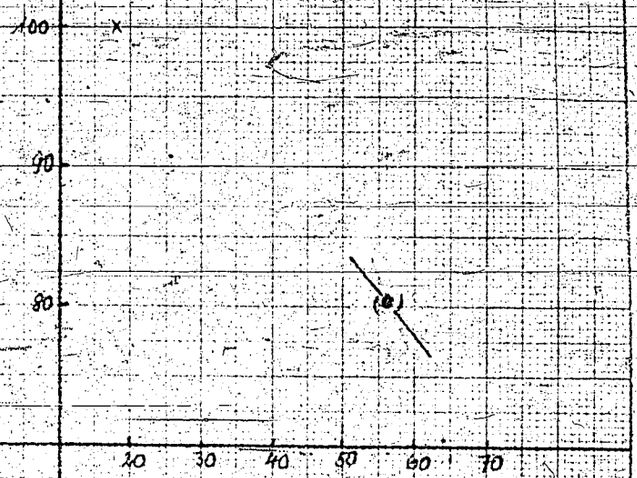
Gew.-% 0.2 ● ○

0.5 ■

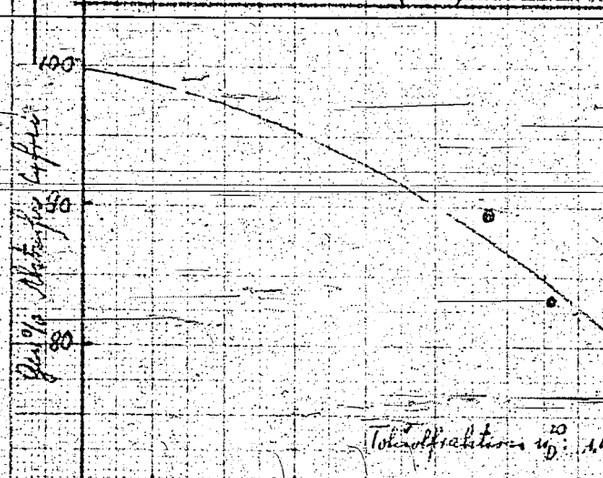
DHD-Fraktion: 75–85°C (9.6% v. rod. Hal. DHD-Alk.)



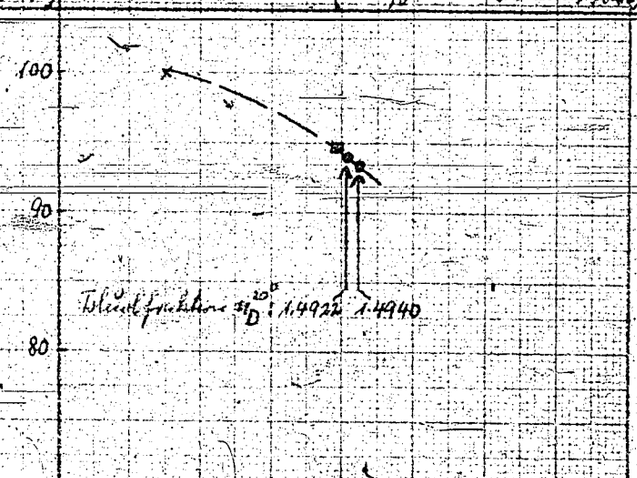
DHD-Fraktion: 85–95°C (4.5% v. rod. Hal. DHD-Alk.)



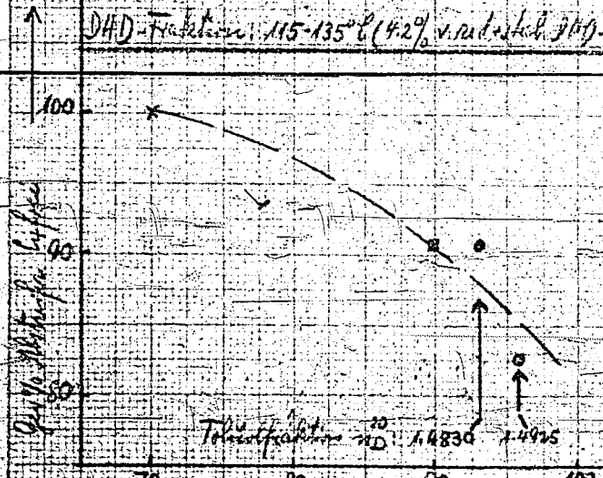
DHD-Fraktion: 95–105°C (7.3% v. rod. Hal. DHD-Alk.)



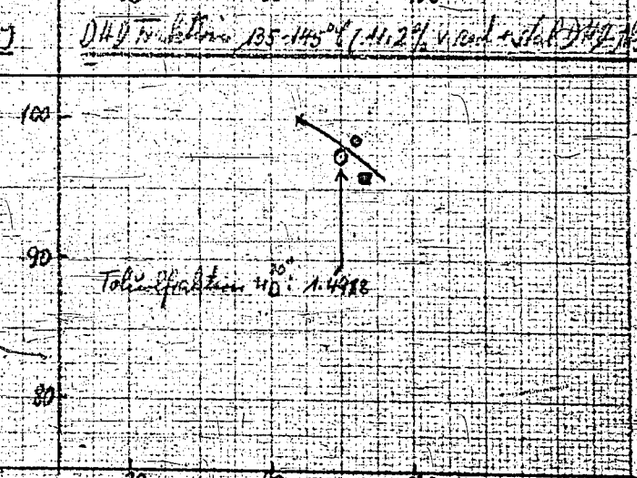
DHD-Fraktion: 105–115°C (23.3% v. rod. Hal. DHD-Alk.)



DHD-Fraktion: 115–135°C (4.2% v. rod. Hal. DHD-Alk.)



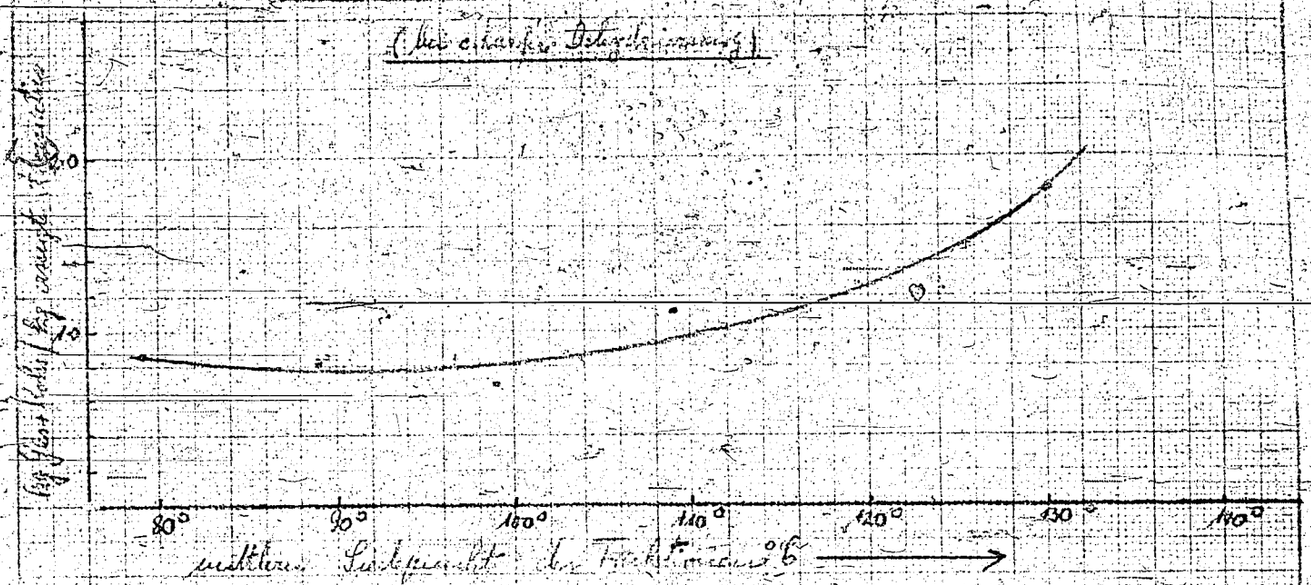
DHD-Fraktion: 135–145°C (11.2% v. rod. Hal. DHD-Alk.)



(kg Gew.% Rohr, spurig ausgefüllte Kreise) aus der Diff.-Stufe 2

Zu Abfüllung Kurve von Abb. 1 Siedepunkt der Fraktionen

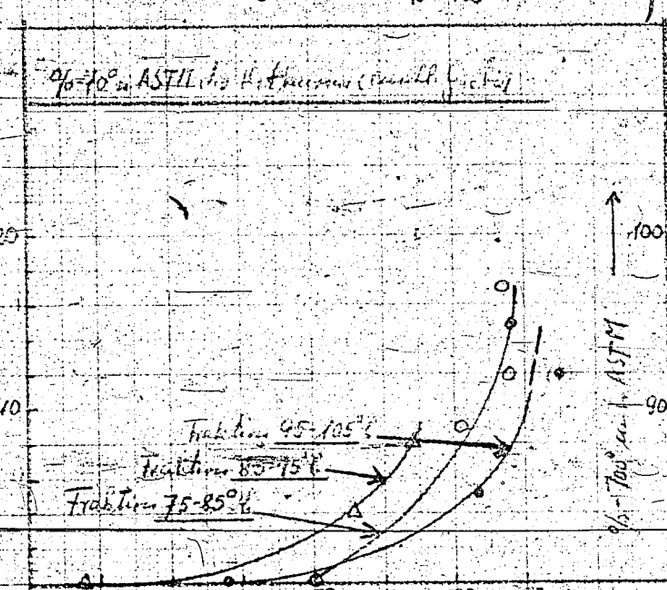
(Abb. 1 charakt. Destillationsverlauf)

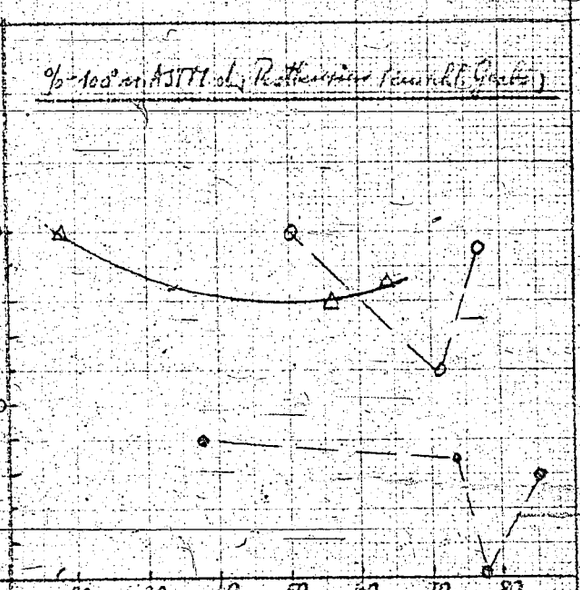


mittlere Siedepunkt der Fraktionen °C →

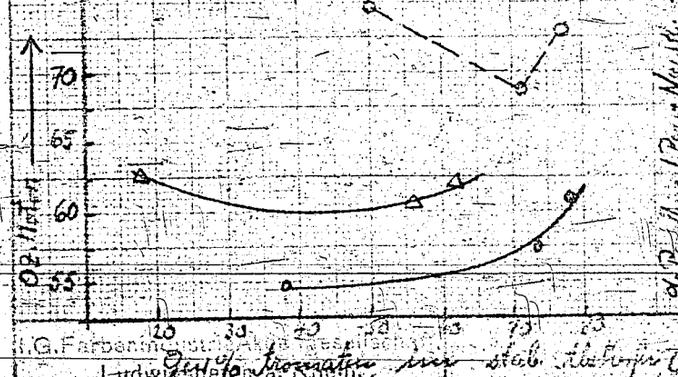
Eigenschaften der Raffinate der Fraktionen 75-85°, 85-95°, 95-105° vers. nach der 2. Destillation

Zeichen: ○ Fraktion 75-85° C
△ " 85-75° "
● " 95-105° "

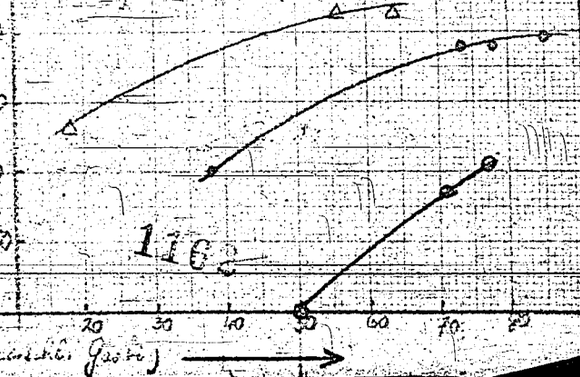




OZ Motor der Raffinate (ausgl. Kurven)



% Paraffine/Paraffine + Naphthene der Raffinate



I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein

Isomerisierung der stab. Raffinate (ausgl. Kurven) →

Hochdruckversuche
Lu 5/6.

1. Juni 1943. No/L.

Zurück an
Verzimmer Dr. Fi

46

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

In Anschluss an frühere 100 ccm-Versuche[1], die darauf hinwiesen, dass bei der Xylolspaltung durch Zusätze von Silikaten und Fluoriden zum MD-Kontakt eine Erhöhung des Umsatzes erzielt werden kann, wurden die acht in der Anlage 1 aufgeführten Kontakte in den 100 ccm-Öfen 406 auf ihre Eignung zur Reintoluolgewinnung durch Xylolspaltung geprüft.

Die Versuche wurden bei einem H$_2$-Druck von 25 atm, Temperaturen von 527°C und 543°C und einem Durchsatz von 0,5 kg/L z. Std. durchgeführt. Die Zyklusdauer betrug 8 Stunden. Die bei 527°C erhaltenen Versuchsergebnisse des zweiten und vierten Zyklus (Doppelanalysen der Anfallprodukte) sind in Anlage 2 zusammengestellt.

Aus der Anlage geht zunächst hervor, dass erwartungsgemäss eine Erhöhung des MoO$_3$-Gehaltes des MD-Kontaktes auf Oppauer Tonerde von 55 g auf 110 g/Ltr. eine erhebliche Erhöhung des Umsatzes zu Toluol zur Folge hat (Toluolkonzentration des Abstreifers ca. 16 % bzw. 27 %), wobei die Selektivität der Reaktion (weniger Vorlauf + Benzol bezog. auf erzeugtes Toluol + Vorlauf + Benzol) verbessert wird. Ein weiterer Zusatz von 20 g NiO/Ltr. verschlechtert den Umsatz etwas und bewirkt anscheinend im Gegensatz zu früheren Ergebnissen zumindest keine Verbesserung der Selektivität. Dieser Befund wäre zweckmässigerweise im 1 Ltr.-Ofen nachzuprüfen.

Eine Behandlung des MD-Kontaktes (mit 110 g MoO$_3$/Ltr., mit und ohne NiO-Zusatz) mit 1 oder 5 % Flusssäure bewirkt nur eine geringe Erhöhung des Umsatzes, die wahrscheinlich rasch wieder abklingt.

Den grössten Umsatz zu Toluol (Toluolkonzentration des Abstreifers 30,5 bis 32 %) ergab ein Kontakt der Zusammensetzung: Oppauer Tonerde + SiO$_2$[2] (100:10), getränkt mit 110 g MoO$_3$/Ltr. + 20 g NiO/Ltr. Es müsste noch geprüft werden, ob der gleiche Kontakt ohne NiO-Zusatz nicht noch bessere Resultate liefert.

Die Qualität des erzeugten Toluols war bei fast allen geprüften Kontakten ausgezeichnet (Vergl. Anlage 2).

Zusammenfassend kann gesagt werden, dass erwartungsgemäss die Aktivität des MD-Kontaktes für die Xylolspaltung sowohl durch Erhöhung der MoO$_3$-Menge (von 55 g auf 110 g/Ltr.) als auch durch einen Zusatz von ca. 10 % SiO$_2$ zum Träger (Oppauer Tonerde) gesteigert werden kann. Der Einfluss von zugesetztem NiO bleibt zweifelhaft. Die Auswirkung der gewählten Zusätze auf die Selektivität (bezogen auf gleichen Umsatz) soll in einem 1 Ltr.-Ofen genauer festgestellt werden.

gez. Nonnenmacher

Gemeinsam mit:
Dr. Donath, Dr. Hirschberger
" Reitz D.Ch. Lajus.
" Retter

1163

1) Bericht Dr.No vom 26.3.43, Nr. 212 811.
2) als Äthylester aufgetragen.

Anlage 1

Versuche in 100 ccm-Öfen zur Gewinnung von Reintoluol aus Xylol

Zusammensetzung der verwendeten Kontakte

	1	2	3	4	5	6	7	8
Kontaktnummer	7560/J 1935	9072	9075	9076	9077	9078	9079	9080
Schüttgewicht	0,60	0,62	0,63	0,65	0,66	0,69	0,67	0,73
Träger	6922 Tonerde Oppau "7 to Sendung v.12.4.43	= = =	= = =	100 Teile 6922 (wie 1) + 10 Teile SiO_2 (als Äthylester)	6922 wie 1	=	wie 4	Al_2O_3+SiO_2 (60:40) + Aq. + Na-Silikat + Al-Nitrat mit NH_3 gefällt
aktive Komponenten	MoO_3 55 g/Ltr.	MoO_3 110 g/Ltr.	MoO_3 110 g/Ltr. NiO 20 g/Ltr. als Ni-acetat	MoO_3 110 g/L NiO 20 g/Ltr.	MoO_3 110 g/L NiO 20 g/Ltr. HF 1 %	MoO_3 110 g/L NiO 20 g/Ltr. HF 5 %	MoO_3 110 g/Ltr. NiO 20 g/Ltr. HF 1 %	MoO_3 110 g/Ltr.

Anlage 2.

Versuche im 100 ccm-Ofen zur Gewinnung von reinen Aromaten insbesondere Toluol aus Xylol.

Ausgangsmaterial	P 43 techn. Xylol vom 24.11.42 (am 13.4. gefahren) / vom 14.4.43 (am 16.4. gefahren)															
	spez. Gew. 120° 0,862 Ab.ber.: 5% Siedegrenzen 135-145° Cl: 0,029 % / Cl: 0,015 %															
Versuchsbedingungen	H_2-Druck atm: 25 Temperatur °C: 527 Durchsatz kg/Lx Std: 0,9 Gas/Öl cbm/kg: 1,0 Zyklusdauer Std: 8															
Ofen	2		2		3		4		5		6		7		8	
Kontakt	7560/J 1033		9072		9073		9076		9077		9078		9079		9080	
Datum 1943	13.4.	16.4.	13.4.	16.4.	13.4.	16.4.	13.4.	16.4.	13.4.	16.4.	13.4.	16.4.	13.4.	16.4.	13.4.	16.4.
Anfallprodukte																
% Vorlauf	6,4	3,2	2,2	3,0	1,2	1,6	1,6	3,0	3,8	1,6	1,8	2,6				1,4
% Benzol	1,0	2,6	2,0	4,0	13,6	2,8	19,0	12,1	5,3	8,8	5,7	2,8	14,6	8,2	3,6	2,0
% Zwischenlauf	1,8	1,8	2,4	2,8	2,0	2,9	1,3	3,2	1,4	1,0	2,4	3,0	3,8	2,0	1,0	1,6
% Toluol	13,0	13,4	23,0	31,2	28,2	23,4	38,0	36,9	35,0	32,4	35,9	29,2	36,0	31,8	19,3	12,2
% Zwischenlauf	3,2	2,0	5,2	4,0	3,4	5,0	1,2	3,4	1,8	2,9	1,0	3,0	3,6	3,2	0,8	3,4
% Xylol	62,6	70,0	60,0	49,4	47,6	57,8	35,3	35,6	44,2	45,4	39,8	48,2	34,9	47,0	61,4	73,8
% höhere Aromaten	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0				2,8		7,2	4,4	1,4	2,6	8,6	4,4
Rückstand	4,0	3,6	5,0	5,0	4,2	5,0	4,2	5,4	4,6	4,0	4,8	6,2	3,6	5,0	3,8	4,0
Verlust	3,8	3,2	0,2	0,6	1,4	1,5	1,2	0,8	1,1	1,3	1,4	0,7	0,2	0,2	0,5	0,2
Benzol: Spez. Gew./15°		0,847		0,857	0,8715		0,8806	0,877	0,866	0,837	0,8742	0,862	0,8725	0,869	0,8645	
$n_D 20°$	1,4953	1,4842	1,4842	1,4884	1,4991		1,5021	1,4973	1,4970	1,4951	1,4992	1,4937	1,4952	1,4952	1,4976	1,4943
Toluol: Spez. Gew./15°	0,866	0,8658	0,866	0,8685	0,8675	0,8675	0,8715	0,8715	0,8675	0,8685	0,868	0,8715	0,8685	0,870	0,868	0,867
$n_D 20°$	1,4969	1,4958	1,4967	1,4968	1,4970	1,4962	1,4975	1,4972	1,4971	1,4968	1,4973	1,4970	1,4970	1,4971	1,4969	1,4963
Xylol: Spez. Gew./15°	0,868	0,866	0,866	0,867	0,866	0,8685	0,8685	0,870	0,870	0,870	0,8695	0,8685	0,8695	0,871	0,8685	0,8655
$n_D 20°$	1,4983	1,4979	1,4983	1,4987	1,4980	1,4981	1,4992	1,4990	1,4991	1,4990	1,4994	1,4990	1,4989	1,4991	1,4991	1,4979
Zum Vergleich	Reinbenzol: Spez. Gew./T°: 0,8788; $n_D 20°$: 1,5012						Reintoluol Spez. Gew./20°: 0,8671; $n_D 20°$: 1,4969		m-Xylol: Spez. Gew./20°: 0,86; $n_D 20°$: 1,4914							
% Verlauf Benzol/Toluol + Verlauf Benzol	30,0	31,9	18,3	20,5	35,4	19,2	55,1	50,5	21,5	24,9	19,0	18,7	30,5	21,9	17,2	24,5

Index to Microfilm of Dr. Pier's Files

I. Airplane Engine

	Pages
J2 Specification fuel	1 - 9
Knock testing with Aromatic Mixtures	10 - 14
Action of Isopropylbenzene in the Engine	15 - 18
"R - Stoffe"	19 - 20
Heat Balance of an aviation engine	21 - 24
Safety Fuels	25 - 26
Research with High load fuels	27 - 29
Motor test of P20 oil	30 - 31
Special aviation fuels	32 - 33
Possibilities of prevention exhaust gas condensation	34 - 47
Supercharge and regulation thereof in aviation engines	48 - 61
Detonation in Engine	62 - 71
Ignition of air-fuel mixtures by an Ignition Cap	72 - 78

II. Alkylation, etc.

Alkylation of Rumanian Shale gasoline and several unsaturated gasolines from other sources.	79 - 87
Outlook for higher octane number gasolines	88 - 120
Military Specification for Aviation Gasoline	121 - 125
Butane dehydrogenation	126 - 129
Catalyst discussion: Butane dehydrogenation, etc	130 - 133
Hydrogenation of Octane over diluted catalyst and at lower pressures	134 - 139
Process for dehydrogenation of saturated gaseous hydrocarbons	140 - 144
Butane Isomerization Research	145 - 156
Butane Dehydrogenation with gas recirculation	157

	Pages
III. Analysis	
Mixing properties of Tars and Pitches	158 - 159
Sieve Analysis	160
Iodine Number	161 - 162
Determination of aromatic content by the Aniline Point Method, March 31, 1941	163 - 168
Determination of aromatic content by the Aniline Point Method, July 1942	169 - 182
Phenol Determination in Middle Oils	183 - 212
An exact potentiometric rapid determination of basic Nitrogen in oils	213 - 229
Nitrogen Determination in Middle Oils	230 - 250
Asphalt Determination with the aid of Chromatographic Adsorption Analysis	251 - 253
Storage and Chemical Properties of Fuels	254 - 256
Methods of testing aviation gasoline	257 - 261
Literature Survey and Abstract concerning Molybdenum Sulfide	262 - 273
Coloremetric analysis of fluid fuels	274 - 275
Experience exchange on analytical methods	276-294
Determination of settling of coal paste	295
IV. Asphalt and Wax Separation	
Paraffin Removal according to the Dichlorethane process	296 - 314
Paraffin Removal with Schwitz kanmern	315 - 326
On the oxidation of hydrogenated petroleum crude wax	327 - 329
Refining Zeitz TTH paraffin thru Hydrogenation over K7846W.	330 - 336
Asphalt removal in Misburg	337 - 341
Oil content of Crude wax from Neutral Oil	342 - 351
Investigation of Wax separation in Dichloroethylene	352 - 355

	Pages
IV. Asphalt and Wax Separation	
Photomicrographs of wax crystals in propane solution	356 - 375
Dewaxing of paraffin wax residue in Lütz Kendorf	376 - 382
Remarks on Dr. Feherbach's report	383 - 385
Small scale work on propane dewaxing	386 - 403
Dewaxing work on residue oil of Niegenhagen	404 - 418
Filter aids in Wax Filtering	419 - 422
Zeitz Dewaxing Situation in 1942	423 - 425
V. Coke and Carbonization	
Electrode Coke from tar and Petroleum Asphalts	426 - 429
Research to recover primary bitumen for production of electrode - coke	430 - 433
Primary bitumen from the large scale research at Ludwigshafen compared with Welheim Bitumen	434 - 436
VI. Corrosion and Metallurgy	
"Ersatz" materials for Hydrogenation	437 - 443
Talk on Test - Melts of N10 with Titanium and other additions	444 - 460
On N10 Steel	461 - 462
N10 in 700 atm preheaters	463 - 466
Creep limit at higher loads than those corresponding to normal Creep Tests ("Zeitstandfestigkeit") on N9 and N10	467 - 469
H_2S corrosion in DHD plants	470
Experience with use of new compositions for Special High Pressure Steels	471 - 473
Iron Sulfide Corrosion in Liquid Phase Preheater	474
Tube material Considerations for 700 atm preheater	475 - 477
The N8 tube which leaked. Investigation	478 - 486
Microscopic and analytical investigation of a hairpin deposit from Gelsenberg	487 - 490
Intercrystalline corrosion by cold catchpot liquor	491 - 495

VII. Cracking	Pages
Cat Cracking of Intermediate Materials of the Lube-oil Synthesis	496 - 498
WS_2 in low pressure cracking	499 - 507
Basis for semi-technical cat - cracking with powdered catalyst	508 - 513
Cat Cracking in 40 l converter	514 - 535
Cat Cracking of Synthesis Products	536 - 540
1943 I.G. Experiments on Cat Cracking	541 - 578
Cat Cracking of Middle Oil with $AlCl_3$	579 - 594
Rumanian Crude Residue treatment by Cat Cracking	595 - 618
Cat Cracking in 50 liter sluice converter	619 - 626
Cracking of gasoline and gas oil under H_2 pressure	627 - 643
Cracking and Hydrogenation. Results to 1942	644 - 649
Development of Cracking (literature survey)	650 - 671
Production of unsaturated cracked gas from hydrogen rich middle oil	672 - 674
Running gasoline over Silica with and without pressure	675 - 688
Production of unsaturated cracked gas from hydrogen rich middle oil	689 - 695
Comparison of thermal cracking processes with pressure distillation	696 - 700
VIII. D.H.D. Toluol, Hydroforming etc.	
Dehydrogenation of CV_2B gasoline over catalyst 7360 in 100 liter converter	701 - 707
Research in 100 cc Converters toward Recovery of Pure Aromatics, especially Toluol, from Xyloland DHD residues	708 - 714
Treatment of Phenolsolvanextract and residue therefrom for production of pure aromatics	715 - 727
Technical Scale Research on Toluol Recovery thru dehydrogenation of the product of the DHD product separator	728 - 731
Corrosion Research for DHD	732 - 733

VIII D.H.D. Toluol, Hydroforming etc.	Pages
DHD Preheater	734 - 735
DHD tests in 100 cc Converter	736 - 749
Activity Test on Technical DHD	750 - 752
Dehydrogenation and Splitting over 7935	753 - 772
Highest Converter Temperature in the Politz DHD Plant	773 - 774
DHD tests in 100 cc Converter	775 - 800
Further DHD Developments (1942)	801 - 803
DHD Catalyst testing (from technical Alumina)	804 - 817
DHD Tests in 100 cc Converter	818 - 867
DHD lab tests in 1 liter Converter	868 - 893
Technical state of the DHD art	894 - 898
Additives to leaded DHD gasoline	899 - 902
DHD tests in 100 liter Converter	903 - 906
Report on Semi-technical work at Politz	907 - 908
Data for production of DHD gasoline from various raw materials	909
Dehydrogenation of Rumanian gasoline	910 - 918
Properties of DHD gasoline from petroleum gasoline	919 - 926
DHD and HF art in 1942	927 - 937
Refining and dehydrogenation of Cat Cracked gasoline over 7360	938 - 947
DHD research in 40 liter converters	948 - 963
Testing DHD cats in 1 liter converter	964 - 978
Status of Large Scale work	979 - 994
DHD work in 40 liter Converter	995 - 1029
Testing of DHD catalysts	1030 - 1047
Inspection (physical) of DHD catalyst	1048 - 1052
DHD heat of Reaction	1053
DHD treatment of Saturation Gasoline from Rhenish Brown coal	1054 - 1060

VIII D.H.D. Toluol, Hydroforming etc.	Pages
DHD research in one liter converter with catalysts of large and moderate activity	1061 - 1079
Testing DHD catalysts	1080 - 1087
Use of electric-heated parallel tube bundles in intermediate preheater in 1 meter DHD research stall 504	1095 - 1100
The DHD process	1101 - 1106
Comparison of the results of DHD treatment of various saturation gasoline products originating from brown coal	1107 - 1117
Splitting hexahydroxylol research	1118 - 1119
Xylol alkylation research	1120 - 1126
Toluol from DHD treatment of gasoline and middle oil fractions and concluding fine distillation of the product	1127 - 1162
Research in 100 cc Converters toward recovery of pure aromatics especially Toluol, from Xylol	1163 - 1165

E

T. O. M.

B. M

E N D

REEL 7

. M. 37

251