

, den 10. April 1939.

006024

Herrn Prof. Dr. Martin!

Betr.: Monatsbericht März 1939.

Sekretariat I.G.	
Eingang:	7.4.39
Lfd. Nr.:	1779
Beantw.:	

I. Betriebsuntersuchungen.

Die Anlage wurde in üblicher Weise überwacht und dabei zum ersten Mal die Schmierölspaltanlage einbezogen. Im wesentlichen sind dort die gleichen Untersuchungen vorzunehmen wie bei der TVP - Spaltanlage: Einsatzmaterial, Zwischenprodukte und die Endprodukte: Spaltbenzin, Spaltgas und Rückstand. Das Spaltbenzin hat den erwarteten stark olefinischen Charakter, zum Beispiel beträgt der Olefingehalt in der Fraktion 180 - 200 ° noch ca. 85 %. Dazu ist allerdings zu bemerken, dass das Einsatzmaterial einen Siedebeginn von ca. 250 ° hatte. Der hohe Olefingehalt erklärt auch die verhältnismässig günstige Oktanzahl, die, bezogen auf Benzin mit einem Dampfdruck 0,75 und Siedeende 200 ° ca. 60 Einheiten beträgt. Das Spaltgas zeigt einige charakteristische Unterschiede gegenüber TVP - Spaltgas, die insbesondere bei den C<sub>1</sub> und C<sub>2</sub> Kohlenwasserstoffen zu finden sind. Der Ätyléngehalt ist bei Dubbspaltgas erheblich höher als bei TVP - Spaltgas: ca. 20 % gegen 10 %, da gleichzeitig der Äthangehalt sich nicht wesentlich verändert hat, bildet Äthylén etwa 60 % der C<sub>2</sub> Kohlenwasserstoffe gegenüber ca. 35 % im anderen Falle. Der Methangehalt, der bei dem TVP - Spaltgas ca. 40 - 50 % ausmacht, sinkt bis etwa 15 % und bildet daher gewichtsmässig nur einen geringen Bruchteil des gesamten Abgases. Bei diesen ersten Fahrperioden war auch der Benzingeht im Abgas noch verhältnismässig hoch, da die Tiefkühlung noch nicht voll eingeschaltet war. Die Rückstände waren bisher noch vorwiegend paraffinischen Charakters, sodass sie wieder dem Frischöl zugesetzt werden konnten.

II. Sonderuntersuchungen.

- 1) Die schon im vorigen Monatsbericht erwähnten Untersuchungen über die Veränderungen der Cetanzahl bei steigendem Olefingehalt wurden fortgesetzt. Raffinationsrückstand mit einem Olefingehalt von 78 % (mit Phosphorpen-

006026

haben ähnlich wie der Benzinanteil hohe Verseifungs- und Neutralisationszahl, die auf eine erhebliche Menge sauerstoffhaltiger Verbindungen schliessen lassen. Dieser Befund wird bestätigt durch die Paraffinbestimmung im Rückstand, in dem nur 19 % bei 21 ° mit Aceton ausfällbare Paraffine enthalten sind, obwohl dem Siedeverhalten nach wesentlich mehr darin vorhanden sein müssten. In die gleiche Richtung weist auch die Cetanzahl der Dieselölfraction, die bei einem Siedeende von 360 ° nur 44 Einheiten betrug. Dieselölfraction und Rückstand sind an Herrn Dr. Roelen weitergeleitet worden, zur Bestimmung des sauerstoffhaltigen Anteils.

### III. Versuchsarbeiten.

#### 1) Raffination von Ruhrgasol.

Die halbtechnische Apparatur ist mit 40 l Aktivkohle entsprechend ca. 15 kg gefüllt. Der Durchsatz wurde zwischen 1 und 6 m<sup>3</sup> pro Stunde gleich 2 - 12 kg variiert. Die Harzgehalte im Gasol waren sehr unterschiedlich; sie schwankten zwischen 30 mg/100 cm<sup>3</sup> und 130 mg/100 cm<sup>3</sup>. Bei 130 mg blieben bei 6 m<sup>3</sup> Durchsatz noch 10 mg Harz, in 100 cm<sup>3</sup> gereinigtem Gasol und bei 1 m<sup>3</sup> Durchsatz noch 5 mg. Bei dem niedrigen Harzgehalt betrug der Wert für 6 m<sup>3</sup> 3,8 mg und für 2 m<sup>2</sup> 2,3 mg. Nimmt man 6 m<sup>3</sup> als obere Durchsatzgrenze an, so braucht man für 1 Tonne Gasol pro Stunde ca. 3 1/2 m<sup>3</sup> Aktivkohle.

Bisher sind über die 15 kg Aktivkohle 850 kg Gasol mit 594 mg Harz geleitet worden, das sind 57 kg pro kg Aktivkohle. Die Harzbeladung beträgt bis jetzt etwa 3,2 %. Ein Nachlassen ist bisher noch nicht beobachtet worden.

#### 2) Paraffinspaltung.

Die Spaltung von Hartparaffin wurde bei Normaldruck ohne Katalysator so schonend wie möglich durchgeführt. Es wurde gefunden, dass eine Temperatur von etwa 360 ° erforderlich war, um die Spaltung einzuleiten. In 3 Parallelversuchen wurde Hartparaffin auf 360, 370 und 375 ° erhitzt. Der Stockpunkt des Paraffins ging langsam zurück, gleichzeitig bildeten sich etwas Destillat und geringe Gasmengen. Obwohl die Zeit bis zur Erreichung des Endzustandes mit steigender Temperatur stark abnahm (auf

Durchschrift

006027  
etwa  $\frac{1}{3}$  von 360 bis 375 °) waren die Endprodukte im Wesentlichen von der Temperatur unabhängig. Etwa 40 % des Hartparaffins waren in jedem Falle aufgespalten worden. Davon waren 20 % Benzin und Dieselöl und 20 % Paraffingatsch zwischen 320 und 450°. Die Gasmenge schwankte zwischen 1,6 und 2%; auf 100 % Umsatz gerechnet wäre sie etwa 5 %. Eigentümlicherweise ist aber das zurückbleibende Hartparaffin anscheinend ganz unverändert geblieben, das heisst, es enthält prozentual genau soviel hochsiedende Anteile wie das ursprüngliche Hartparaffin. Die Versuche werden fortgeführt und Vakuum, Kontakte und Wasserstoff bei der Spaltung benutzt.

### 3) Bleicherdenbehandlung von Benzin.

In der halbtechnischen Apparatur wurde nach Wiederauffahren der Spaltanlage der Betrieb wieder aufgenommen. Bei gleichen Eigenschaften des stabilen Spaltbenzins gingen die Oktanzahlerhöhungen langsam zurück. Da eine weitere Steigerung der Reaktionstemperatur zunächst nicht möglich schien, wurde nach Durchsatz von ca. 100 kg Benzin pro kg Bleicherde eine Extraktion und Ausdampfung vorgenommen. Der Erfolg war der, dass die Oktanzahlsteigerung wieder grösser wurde und zunächst etwa 6 Punkte betrug. Bei Abfall der Oktanzahlsteigerung wurde schliesslich die Temperatur des erhitzten Dampfes weiter erhöht und damit Reaktionstemperaturen von 250 - 260 ° erreicht. Auch diese Temperatur hatte keinen Erfolg mehr als das Einsatzprodukt in der Spaltanlage gewechselt wurde und das Material von Tank 4 mit 65 bis 70 % unter 200 ° siedenden Anteilen verwandt wurde. Ein nochmalige Extraktion und Ausdampfung nach weiteren 50 kg brachte keinen Erfolg mehr, da das aus dem Tank 4 hergestellte Spaltbenzin sehr schlecht auf die Bleicherdenbehandlung reagiert, wie aus gleichlaufenden Laboratoriumsversuchen hervorging. Wahrscheinlich wird ~~ohne~~ <sup>auf 300°</sup> Temperaturerhöhung unerlässlich sein.

Im letzten Monatsbericht ist erwähnt worden, dass die Erhöhung der Behandlungstemperatur bei Spaltbenzin eine Verbesserung der Wirksamkeit ergibt, wobei allerdings oberhalb 250 - 300° die Steigerung nicht mehr sehr erheblich ist. Für Primärbenzin N 200 liegt die Tempe-

Durchschrift

026023  
raturgrenze bereits bei 200°, das heisst, bei einer Steigerung von 200 auf 250 und 300° tritt keine weitere Veränderung ein. Der erreichbare Wert liegt in Übereinstimmung mit früheren Angaben bei etwa 54 OZ

Nach Abschluss dieser, zur Festlegung des Temperatureinflusses unternommenen Versuche werden verschiedene Arten von Spaltbenzin eingesetzt, um den Einfluss der Zusammensetzung des Spaltbensins bei der Bleicherdenbehandlung zu bestimmen. Das hocholefinische Dubbspaltbenzin mit S.E. 200° sprach ganz hervorragend auf die Bleicherdenbehandlung an. Es hatte bei 200° Reaktionstemperatur bereits eine Oktanzahl von ca. 70, bei 250° Reaktionstemperatur annähernd 80 und bei 300° 81. Bei Dubbsbenzinen ist allerdings trotz des guten Ab-sprechend bei 200° eine Reaktionstemperatur von 250 - 300° erforderlich, da die Polymerisatmengen bei niedrigen Temperaturen sehr hoch sind. Sie betragen z. B. ca. 13 % bei 200° und 3 % bei 300°.

Von TVP - Spaltbenzin wurden 2 Arten eingesetzt, eins hergestellt aus dem Produkt von Tank 6 (190 - 330°), das andere hergestellt aus Tank 4 mit 65 - 70 % Anteilen unter 200. Der charakteristische Unterschied zwischen beiden Spaltbenzinen geht aus der Olefinkurve hervor, die für das Produkt aus Tank 6 nur einen geringen Abfall in den beiden oberen Fraktionen zeigt, während bei dem Produkt aus Tank 4 infolge der stark vergrösserten Menge an Primärbenzin bereits der Abfall in der Fraktion 120 bis 140 einsetzt. Das höher olefinische Benzin zeigt bereits bei 200° Reaktionstemperatur eine Erhöhung der Oktanzahl um 8 - 9 Punkte, bei 250° um 12 - 13 Punkte und bei 300° um 15 Punkte. Absolut genommen liegt bei 300° die Oktanzahl bei 77,5 für ein Siedeende 200°. Das Produkt mit dem niedrigen Olefingehalt spricht sehr schlecht an, die Oktanzahlsteigerungen ist bei 200° vielleicht 1 - 2 Punkte und erst bei 300° 7 - 8 Punkte. Absolut liegt die Oktanzahl bei 300° Reaktionstemperatur, bei 67 - 68. Zur Zeit sind Untersuchungen darüber im Gange, um die Differenz der Endoktanzahl bei den beiden Benzinarten aufzuklären, da sie grösser ist, als es dem Olefingehalt nach zu erwarten war. Weitere Untersuchungen laufen zur Zeit,

um den Einfluss von Wasserdampfzusatz zu bestimmen. Er hat den Anschein, als ob dieser Einfluss nicht sehr erheblich wäre.

, Nach Abschluss der laufenden Versuche soll ein zusammenfassender Bericht herauskommen.

Ddr. H. Dir. Dr. Hagemann ✓  
H. Dir. Alberts

