

Verarbeitungsgang ✓

240 000 Jato DHD-Benzin

überfall
Zurück an
Vorzimmer Dr. Dr. Pfler

Mengen bezogen auf 6000 Betr.- Stunden, im DHD-Teil einzurechnen	Erdöl	Hydrier
		(St.K.) Benzin
Rohbenzin stabilisiert t/h (= Einsatz Vordestillation)	38,6 (= 310 000 Jato)	36,0 (= 290 000 Jato)
Leichtbi - Vordestillation t/h	5,9	5,5
Schwerbi "(= Einspritzg.DHD)"	32,7	30,5
Betr.-Std. der DHD-Kammern	6000	7000
Erforderliche Zahl Einheits- Kammern	3 1)	2 - 3
Abstr.-Produkt wird auf ca. 7-10 atm entspannt, unter Druck gestapelt und dann stabilisiert.		
Abstreiferprodukt t/h	31,0	28,7
Stabilisierung Einsatz "	36,4	33,7
" Abgas "	5,2	2,5
Redestillation Einsatz "	31,2	31,2
" Rückstand "	1,2	1,2
DHD-Fertigbenzin "	30,0	30,0
Gesamt-Abgas (100 %) "	7,4	4,8
" "(90% gewinnbar) 100WR/St.	76	51

1) Mit 2 Kammern lassen sich ca. 200 000 Jato DHD-Benzin aus Erdöl-
benzin herstellen; bei 3 Kammern sind diese nur zu ca. 80 %
belastet. In 3 Kammern könnten bei ausreichender Versorgung mit
Rohstoff und Energie 300 000 Jato DHD-Bi erzeugt werden.

W. Pfler

Grundzahlen für Anlage [REDACTED]

Ausbeute auf stab. Einsatz-Benzin berechnet:

	Erdölbi	Hy-Bi (Steinkohle)
DHD-Benzin	77,7 %	63,2 %
" -Rückstand	3,0 %	3,3 %
Armgas	5,8 %	6,6 %
Reichgas	13,5 %	6,9 %

Die Zahlen für das Erdölbi stimmen mit dem Schema für DHD Lu (N 12826^B 2 v. 19.3.43) überein, für das hydriertbenzin wurden Scholvener Zahlen, die auf ca. 45 % Aromaten bezogen sind, eingesetzt.

gez. Donath
" Reitz

Hochdruckversuche
Lu 1

000063

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier
27. 7. 1944. Ho/pt.

Grundzahlen für Anlage 240 000 jato DHD-Benzin

Ausbeute auf stab. Einsatz-Benzin berechnet:

	Erdölbi	Ky-Bi (Steinkohle)
DHD-Benzin	77,7 %	83,2 %
" -Rückstand	3,0 %	3,3 %
Armgas	5,8 %	6,6 %
Reichgas	13,5 %	5,9 %

Die Zahlen für das Erdölbi stimmen mit dem Schema für DHD
Lu (N 12926 a 2 v. 19.3.43) überein, für das Hydrierbenzin wur-
den Scholvener Zahlen, die auf ca. 45 % Aromaten bezogen sind,
eingesetzt.

gez. Donath
Reitz

1007

000065

Bag 2071

Item 12

Metallie Hydro-carbonyls;
Literature Search

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

Metallcarbonylwasserstoffe.

Literaturzusammenstellung.

Metallcarbonyle sind bisher von folgenden Elementen hergestellt worden¹⁾:

- von der Eisengruppe Eisen, Kobalt, Nickel
 - von der Platingruppe Ruthenium, Palladium, Osmium, Iridium, Platin
 - von der Chromgruppe Chrom, Molybdän, Wolfram sowie Selen und Tellur²⁾
- außerdem Rhenium und Kupfer.

Übersicht über die bisher hergestellten Metallcarbonyle.

Chromgruppe	Cr(CO) ₆ farbl. rhomb. sublim.	Mo(CO) ₆ farbl. rhomb. sublim.	W(CO) ₆ farbl. rhomb. sublim.
	Selencarbonyl 2)		TeCO weniger stabil als Selencarbonyl

Eisengruppe	Fe(CO) ₅ gelb, flüss. Schmp. -20° Sdp. 103°	Ni(CO) ₄ farbl. flüss. Schmp. -25° Sdp. 43°
-------------	---	---

FeH₂(CO)₄
farbl. flüss.
Schmp. -70°

CoH(CO)₄
hellgelb, flüss.
Schmp. -26,2°

Fe₂(CO)₉
goldgelb, pseudo-
hexagonal
Zers. b. 100°

Co(CO)₄·2
orangerot,
krist.
Schmp. 51°

[Fe(CO)₄]₂
grün monokl.
prism.
Zers. b. 140°

[Co(CO)₃]₄
schwarz,
krist.
Zers. b. 60°

Fe(CO)₄X₂
[Fe(CN)₅CO]Na₃

[Co(CN)₅CO]K₃

[Ni(CN)CO]K₂

1) Hieber, Z. anorg. Chem. 55 (1942) 7, 24.

2) Robinson, Steinthorpe, Nature (London) 153 (1944) 24.

2/1722

Platingruppe	$Ru(CO)_5$ farbl., flüss. Schmp. -22	-	$[Os(CO)_5]$ farbl., flüss. Schmp. < -20°	-
		-	$OsH_2(CO)_4?$	$(IrH(CO)_4)$
	$Ru_2(CO)_9$ orange monokl. prism., subl.	-	$Os_2(CO)_9$ hellgelb, krist. sublim.	$[Ir(CO)_4]_2$ grüngelb krist. subl.
	$[Ru(CO)_4]_3$ grüne Nadeln	-	$([Os(CO)_4]_3)$ tiefgrün krist.	$[Ir(CO)_3]_x$ kanariengelb trig. Wers. b. 220°
		-	$[PtCl_3(CO)]_4$	$Os(CO)_4X_2$
			$Ir(CO)_3X$	$[PtX_3(CO)]_H$ $Pt(CO)_2X_2$

$[Cu(CO)_3]^{2)}$
weiß, sublim.

$ReH(CO)_5?$
 $Re(CO)_5 \cdot 2$
farblos
 $Re(CO)_5X$

Metallcarbonylwasserstoffe 1) sind bisher nur von Eisen und Kobalt bekannt. Aber auch bei den Carbonylen der Chromgruppe und dem Nickelcarbonyl kommt eine Bindung von Wasserstoff an Metall bei vielen Reaktionen in Frage; sie trägt dort aber bereits mehr „legierungsartigen“ Charakter ohne wesentliche Eigenschaftsänderung gegenüber den bekannten wasserstofffreien Grundverbindungen. Der Grund für die Carbonylwasserstoffbildung ist wohl der, daß bei Fe- und Co-Carbonyl die Zahl der pro Metallatom maximal gebundenen CO-Moleküle (bei Fe 5, bei Co 4) nicht mit ihrer Koordinationszahl zusammenfällt, wie bei den Metallen der Cr-Gruppe und bei Ni.

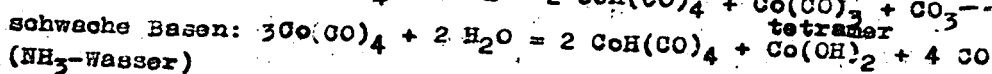
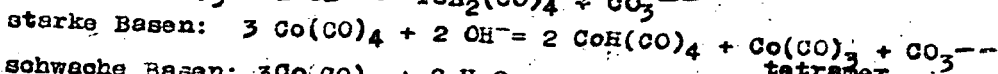
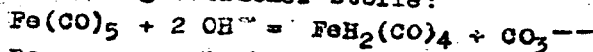
1) Hieber, Z. Elektrochem. 40 (1934) 158; Z. anorg. Chem. 212 (1933)
2) Robinson, Stainthorpe, Nature (London) 153 (1944) 24. 150.

Bildungsweisen der Metallcarbonylwasserstoffe.

1. Bildung auf flüssigem Wege.

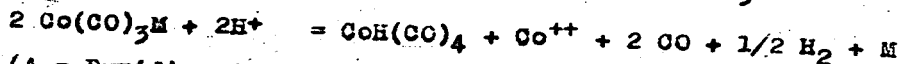
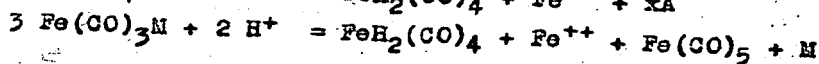
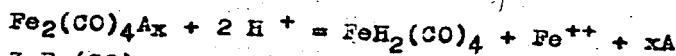
a. Einwirkung von Basen auf die Carbonyle.

Eisen- und Kobaltcarbonylwasserstoff entstehen aus den Carbonylen durch Einwirkung basischer Stoffe:



b. Säurezersetzung der substituierten, kohlenoxydärmeren Derivate der Carbonyle.

Nach dieser Reaktion lassen sich Eisen- und Kobaltcarbonylwasserstoff herstellen:

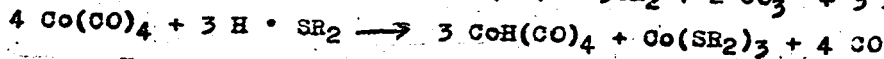
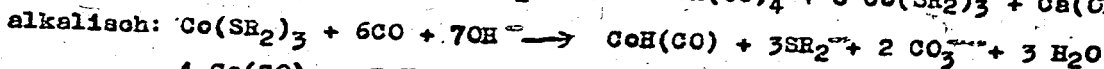
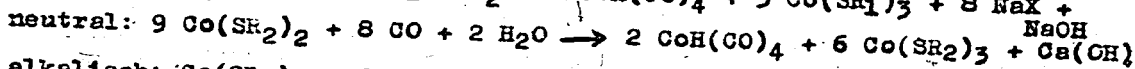
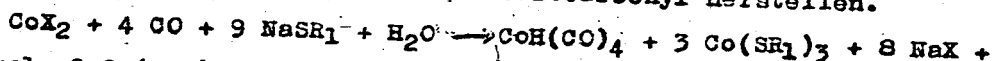


(A = Pyridin oder andere Amine)

M = Methanol oder andere Alkohole)

c. Kohlenoxydreaktion des Metallsalzes z.B. auch innerkomplexe, schwefelhaltige Metallverbindungen wie Xanthogenate und Cysteinat im flüssigen System.

Nach dieser Methode läßt sich nur Kobaltcarbonyl herstellen.



X = Halogen oder $\frac{\text{SO}_4}{2}$

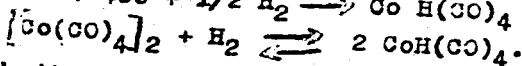
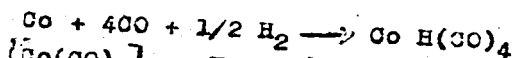
- R₁ = - C(=S)NH · C₂H₅ oder - C(=S)OC₂H₅

- R₂ = - CH₂ - CH - COOH
 |
 NH₂

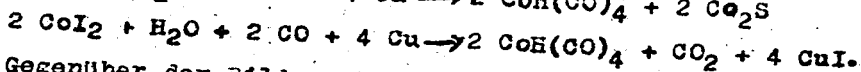
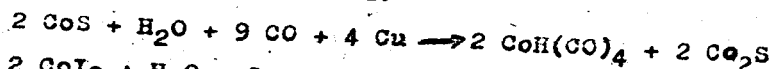
Auch durch Absorption von CO an das Metallsulfid läßt sich Kobalt-carbonylwasserstoff herstellen.

2. Hochdrucksynthese im gasförmigen System.

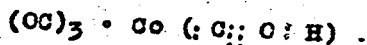
Auf diesem Wege läßt sich nur Co-Carbonylwasserstoff herstellen. Unter Wasserstoff- und CO-Druck bildet sich das Hydrid entweder direkt aus dem Metall (Wasserstoff 50 at; CO 200 at bei 200°) oder aus den Tetracarbonyl:



Bei Anwesenheit von Spuren wasserstoffhaltiger Stoffe wie z.B. Wasser entsteht der Carbonylwasserstoff aus dem Metallsulfid oder den Metallhalogeniden; wobei Kupfer zur Aufnahme des Schwefels oder Halogens zugesetzt wird:



Gegenüber der Bildungstendenz des Eisencarbonylwasserstoffes tritt die des Kobaltcarbonylwasserstoffes stark in den Vordergrund. Die Ursache ist wohl darin zu sehen, daß der Einbau von 2H-Atomen in den Verband des Radikals $\text{Me}(\text{CO})_4$ wie bei Fe viel schwieriger erfolgt als der Einbau von einem H-Atom in die Elektronenschale. Insgesamt erscheint das Radikal $\text{Fe}(\text{CO})_4$ gegenüber $\text{Co}(\text{CO})_4$ elektropositiver: Der Eisencarbonylwasserstoff und seine Schwermetall-derivate sind nicht direkt durch Synthese auf trockenem Wege zugänglich zum Unterschied vom Kobalt ($\text{Me}(\text{Co}(\text{CO})_4)_{1-3}$) andererseits existieren vom Kobalt keine stabilen Carbonylhalogenide wie beim Eisen ($\text{Fe}(\text{CO})_4\text{I}_2$). Nach Auffüllung der Elektronenschale des Radikals kommt dem Co entstehenden Carbonylwasserstoff Edelgaskonfiguration zu. Die Hydride besitzen tetraedische Anordnung der CO-Moleküle um das zentrale Metallatom. Eine direkte Bestimmung der Lage der H-Atome ist nicht möglich; man stellt es sich folgendermaßen vor:

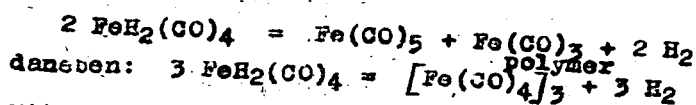


Da im Tetraedermodell eine normale Bindung der Protonen nach theoretischen Überlegungen auf Schwierigkeiten stößt, muß man sich vorstellen, daß z.B. im Molekül $\text{FeH}_2(\text{CO})_4$ aus dem Eisenkern und den beiden Protonen direkt ein neuer Kern mit der Ordnungszahl $26 + 2 = 28$, d.h. im Pseudo-Nickelkern entsteht (FeH_2 und CoH). Die Bindung dieses komplexen Kerns erfolgt dann durch die Gesamtheit des umgebenden Elektronengebäudes. Diese Annahme erklärt leichtes Zerfall. Man kann so die Eigenschaften der Carbonyle in eine Reihenfolge bringen: $\text{Fe}(\text{CO})_5 \rightarrow \text{FeH}_2(\text{CO})_4 \rightarrow \text{CoH}(\text{CO})_4$ (physikalischen Eigenschaften im Sinne der Verminderung des Dipolcharakters vor).

1) Hieber, Schalten, Z. anorg. Chem. 232 (1937) 29.

Eigenschaften.

Eisencarbonylwasserstoff 1) ist eine vollkommen farblose kristalline Substanz, die bei -70° zu einer wasserklaren leicht beweglichen Flüssigkeit schmilzt. Bereits bei -10° macht sich die Selbstersetzung unter schwacher Rotfärbung infolge Bildung von Tricarbonyl bemerkbar, aber erst bei wesentlich höherer Temperatur ist die Zersetzung vollständig. Die Zersetzung verläuft nach folgenden Formeln:



Mittelwert der Verdampfungswärme zwischen -50° und -10° 6,11 Cal pro g-Mol. Die thermochemischen Daten des Eisencarbonylwasserstoffes sind ähnlich denen des $\text{H}_2(\text{CO})_4$ und des $\text{Fe}(\text{CO})_5$:

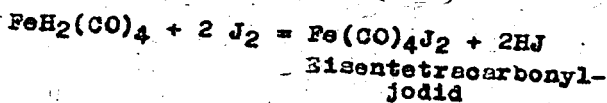
Dampfdruckformel	p mm -20°	p mm -15°	p mm -10°	Mittlere Verdampfungswärme in kcal/Mol
$\text{FeH}_2(\text{CO})_4: \log p = 6,122 - \frac{1337}{T}$	6,96	8,83	11,07	6,11
$\text{Ni}(\text{CO})_4: \log p = 7,690 - \frac{1512}{T}$	49,32	64,42	83,37	6,95
$\text{Fe}(\text{CO})_5: \log p = 8,3098 - \frac{2050,7}{T}$	1,64	2,35	3,32	9,38

nach Clausius-Clapeyron berechnet:
 $L = R \cdot b \cdot 2,3026$
 (b = Steigung der logarithm. Dampfdruckgeraden).

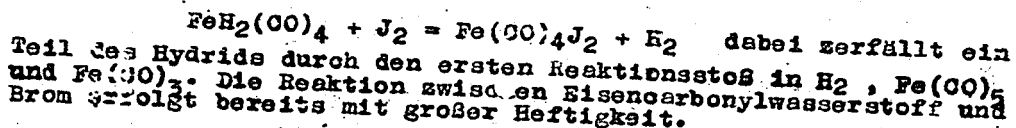
Eisencarbonylwasserstoff ist wie auch die Kobaltverbindung sehr empfindlich gegen Säuren. Dagegenüber ist es gegen trocknes HCl- und HJ-Gas bei -30° vollkommen indifferent. Erst Spuren von Feuchtigkeit bewirken die Zersetzung ebenso wie die Anwesenheit von vorher durch Selbstzerfall gebildeten Tricarbonyls.

1) Hieber, Vetter, Z, anorg. Chem. 212 (1933) 145.

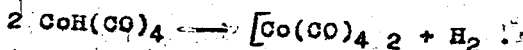
Mit Jod reagiert Eisencarbonylwasserstoff bei - 80° sofort nach folgender Gleichung:



oder bei Einwirkung von weniger Jod:



In alkalischer Lösung ist der Eisencarbonylwasserstoff relativ beständig. In alkalischer Lösung läßt sich Eisencarbonylwasserstoff mit Methyleneblau dehydrieren und auf diese Weise trieren. Durch Anlagerung anderer Komponenten (Pyridin, o-Phenanthrolin), wobei die R-Kerne als Additionszentren wirken, wird die Beständigkeit des Carbonylwasserstoffs in alkalischer Lösung als eine Stabilisierung durch Anlagerung von OH-Ionen denken. Es läßt sich daraus jedoch nicht ohne weiteres ableiten, daß der Eisencarbonylwasserstoff Säurenatur besitzt. Vielmehr führen die chemischen wie die physikalischen Eigenschaften zu dem Schluß, daß der Eisencarbonylwasserstoff eine Verbindung von symmetrischer abgeschlossener Elektronenkonfiguration mit 18 Elektronen darstellen muß, das heißt infolge der förmlichen oder zumindest sehr weitgehenden Einbeziehung der Wasserstoffatome in den Verband des Metallatoms bzw. des Radikals $\text{Fe}(\text{CO})_4$ liegt eine ähnlich tiefgehende Beeinflussung der Eigenschaften vor, wie sie entsprechend bei der Gruppe der Hydride der vor den Edelgasen stehenden Elemente bekannt ist. Kobaltcarbonylwasserstoff ist viel empfindlicher als Eisencarbonylwasserstoff. Er bildet gut ausgeprägte, hellgelbe Kristalle. Es ist sehr flüchtig, besitzt charakteristischen widerlichen Geruch. Es schmilzt bei -26,2° zu einer hellgelben Flüssigkeit, die sich infolge beginnender Zersetzung unter Bildung von Kobaltcarbonyl dunkelgelb färbt. Bei ca. -18° tritt Absieden des Wasserstoffs ein und es hinterbleibt reines Kobaltcarbonyl:



Dieser Vorgang wird erst durch längeres Erhitzen auf 100° vollständig. Die Sublimationswärme beträgt 18,25 kcal/Mol. Die Dampfdruckkurve des flüssigen Kobaltcarbonylwasserstoffs liegt zwischen derjenigen von Eisencarbonylwasserstoff und Nickelcarbonyl. Wie der Eisencarbonylwasserstoff stellt auch der Kobaltcarbonylwasserstoff eine Verbindung von symmetrischer abgeschlossener Elektronenkonfiguration dar, d.h. der Wasserstoffkern ist zumindest recht weitgehend in die Elektronenhülle einzubeziehen.

- 1) Hieber, Schulten, Z. anorg. Chem. 232 (1937) 29.
- 2) Nach Blanchard, Gilmont, Am. Soc. 62 (1940) 1192 ist der Schmelzpunkt -79°.

Damit erklärt sich auch die im Vergleich zum Verhalten des dimeren Kobaltpentacarbonyls eingetretene tiefgehende Eigenschaftsänderung; COH verhält sich wie ein dem Nickel ähnliches Pseudocarbonyl. Ebenso wie Eisencarbonylwasserstoff läßt sich das freie Kobaltpentacarbonylhydrid durch o-Phenanthrolin stabilisieren. Bezüglich der Säurenatur der Verbindung gilt auch hier das beim Eisencarbonylwasserstoff Gesagte. Nach Blanchard, Gilmont¹⁾ ist der Kobaltpentacarbonylwasserstoff stärker sauer als die Kohlensäure, denn das freie Hydrid wird nicht durch Kohlensäure, sondern erst durch 1 n-HCl aus seinen Metallverbindungen ausgetrieben.

gez. Henkels

¹⁾ Blanchard, Gilmont, Am. Soc. 58 (1936) 2160.

000073

Bag 2071

Item 13

List of Activities of
High Pressure Department
for July-August, 1944 and
May June, 1944

14. Juli 1944 Ps/Ki

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier
40. Tätigkeitsbericht Mai - Juni 1944

(Kleine Gasphaseöfen)

1. Partieprüfungen für die Weißerdebetriebe Ludwigshafen und Pöhlitz
2. Prüfung gebrauchter und regenerierter 8376 Katalysatoren
3. Neue Vorhydrierungskatalysatoren
4. Systematische Untersuchungen mit Vorhydrierungskatalysatoren
5. Neue Benzinierungskatalysatoren
6. Prüfung eines W-freien Kontaktes der Anic aus Livorno
7. Benzinierung von Mittelölen aus verschiedenen Hydrierwerken
8. Untersuchung über den Einfluß der Siedekurve des Einspritzproduktes auf die Ergebnisse der 6434 Benzinierung.
9. Stickstoffempfindlichkeit des 6434 Lu und des Anic Kontaktes aus Livorno
10. Verarbeitung von S-Produkten aus Janinakohle
11. Zur Systematik des WS_2 als Katalysator
12. Verarbeitung von Steinkohleabstreiferschweröl Vakuumdestillat über festangeordneten Kontakt bei 600 at
13. Verarbeitung von Steinkohleabstreiferschweröl Druckdestillat über festangeordneten Kontakt bei 600 at
14. Verarbeitung von rumänischem Rohöl über Katalysator 8376 bei 600 at und Benzinierung der B-Produkte
15. Spaltende Verarbeitung von Braunkohlenteeren über Katalysator 8376 und Benzinierung der B-Produkte
16. Syntheseversuche, ausgehend von $CO + H_2$
17. Versuche zur Entfernung von Arsen aus Brücker Schwelprodukten
18. Versuche zur Herstellung von Vaseline
19. Analytisches
20. Verzeichnis der Zusammenstellungen.

gez. Peters
gez. Günther
gez. Mesée
gez. Trofimow

227112

1.) Partieprüfungen für Weiserebetriebe Lu und Pölitz.

a) 5058

Kontakt, Fässer	Ofen/Blatt	AP B-M'81	Urteil	Bemerkung
Lu 3433-3512	22/5810	46,5	genügend	wurde zweimal wiederholt
Lu 3513-3552	19/5814	49	sehr gut	
Lu 3553-3632	22/5846	43	ungenügend	wird wiederholt
Lu 3633-3672	18/5858	51,5	hervorragend	
WP8 208+209, 1121-1200	14/5769	50	sehr gut	
Lu Durchschnitt 1942/43	18/5816	48,5	sehr gut	Standardprobe "5058 neu". Mittelwert a. drei Prüfungen: AP 49
Ausbau Gelsenberg	14/5824	35	unbrauchbar	Standardprobe "5058 gebr.". Mittelwert a. 3 Prüfungen: AP B-M'81 31,0

b) 8376

Kontakt, Fässer	Ofen/Blatt	AP B-M'81	Urteil	Bemerkung
Lu 3006-3045	17/5571	47,5	gut	
Lu 3046-3085	16/5808	44,5	genügend	Partie wurde 2 mal geprüft
Lu 3086-3125	1/5819	48	sehr gut	
Lu 3126-3165	19/5829	48	sehr gut	
Lu 3166-3205	1/5857	51,5	hervorragend	
WP8 210+211+212 401-1520	19/5801	45,5	genügend	
WP8 215, 1521-1560	18/5840	49	sehr gut	
WP8 216, 1561-1600	19/5869	47,5	gut	
WP8 218, 711-750	14/5809	46	gut	
WP8 227+228, 1641-1720	14/5864	48	sehr gut	WP8 205 umgearbeit.

c) 6434

Kontakt, Fässer	Ofen/Blatt	AP B-M'81	Urteil	Bemerkung
Lu 8728-8767	6/5852	95	hervorragend	Wiederholung Wiederholung
Lu 8847-8886	2/5839	89	sehr gut	
Lu 8887-8926	9/5844	114	hervorragend	
Lu 8927-8966	4/5841	111	hervorragend	
WP8 197 1521-1560	5/5842	85	sehr gut	Wiederholung Wiederholung
WP8 200 1561-1600	7/5843	85	sehr gut	
WP8 220 1681-1720	5/5827	76	gut	
WP8 221+222 1721-1780	7/5828	90	sehr gut	
Ausbau Scholven v. 14.4. 44 J-Nr. 2291	9/5773	3	unbrauchbar	
J-Nr. 2292				
J-Nr. 2291 regeneriert mit 10 HF+1 WO, geschwef.	11/5774	20	unbrauchbar	klingt ab
J-Nr. 2300				
J-Nr. 2291 nicht abge- röstet+10 HF, geschwef.	6/5778	31	unbrauchbar	klingt ab

2.) Prüfung ausgebauter und regenerierter 8376-Katalysatoren.

In Pölitz ausgebauter 8376 Kontakt, 54 Paß gemischt, wurde nach der Regeneration auf seine Vorhydriereigenschaften geprüft. Der Kontakt gabe mit Steinkohleverflüssigungs-Mittelöl, P 1271, B-Mittelöl mit AP 46,5 und ist demnach mit "gut" zu bezeichnen.

Aus Brück wurden uns 3 Proben von 8376 Kontakt-Ausbauten zur Prüfung übersandt:

Ausbau Brück Ka 9 Ofen (243 Betriebstage) VHK Lu 08309 hydrierte P 1271 auf einem B-Mittelöl AP von 34,5 (unbrauchbar).

Ausbau Brück Ka 7 Ofen (277 Betriebstage) STW Lu 487 ergab einen B-Mittelöl AP 16,0 (unbrauchbar).

Ausbau Brück Ka 8 Ofen 2 (105 Betriebstage) STW Lu 634 ergab einen B-Mittelöl AP 46,5 (gut).

Ein Ausbau der Ka 501 (Lu) Feld 2 v.8.5.44 hydrierte P 1271 nur zu einem Produkt mit B-Mittelöl AP -7. Die Aktivität des Kontaktes war demnach sehr schlecht. Der Kontakt war aus einem Feld des Ofens entnommen, in dem die Temperatur bei der Paraffinraffination auf 50 mV durchgegangen war. Im Gegensatz zu einer 8376 Ausbauprobe von einem früheren Paraffinversuch, die sich durch Entparaffinieren im Vakuum regenerieren ließ, war obige Kontaktprobe auf diese Weise nicht regenerierbar. Eine Probe dieses Kontaktes wurde von Dr. Meier durch Erhitzen im Vakuum entparaffiniert, ergab aber auch danach nur einen B-Mittelöl AP 11.

3.) Neue Vorhydrierkatalysatoren.

a) Arsenhaltige Kontakte

In Verfolg der Arbeiten im vergangenen Berichtsabschnitt wurde der 8376 Kontakt mit zusätzlich As_2S_3 (5 Mol-Prozent des enthaltenen WS_2) nochmals geprüft. Es ergab sich eine gute Übereinstimmung mit dem vorher erzielten Ergebnis bei der Vorhydrierung von Steinkohleverflüssigungsmittelöl.

Katalysator	Ofen/Blatt	B-Mittelöl AP
9303/ J 2126	19/5676	+ 48,5
9303/ J 2126	16/5826	+ 49,5

Der arsenhaltige Kontakt zeigt im Gegensatz zu 8376 eine gewisse Spaltaktivität bei der Vorhydrierung.

Weitere Versuche mit Vorhydrierkontakten, die As bzw. Sn, Sb oder Ub in verschiedenen Mischungsverhältnissen enthalten, sind in Vorbereitung.

b) SiO₂-haltige Kontakte

Die Versuche zur Auffindung von Vorhydrierkatalysatoren mit erhöhter Spaltaktivität, die evtl. statt Kat 8376 für die Schwereölsplattung eingesetzt werden können, wurden in 30 cm Bleibadöfen eine größere Anzahl von Kontakten geprüft, die sich von 8376 nur dadurch unterscheiden, daß als Träger an Stelle von aktiver Tonerde silikathaltige Träger verwendet werden.

Bläucherde als Träger erwies sich als ungeeignet, dagegen erscheinen Bleicherde-Zinnulfidkombinationen aussichtsreich. Die günstigsten Ergebnisse wurden bisher mit Mischungen aus akt. Tonerde und synthetischen Silikaten, insbesondere mit 8500 und Magnesiumsilikat im Verhältnis 1:3 erzielt, wie folgende Tabellen zeigen:

1. Auf Basis akt. Ton + synth. Aluminiumsilikat (8500 + 6752)

Kat.Nr.	8500:6752	spez. Gew.	AP >150	Anfall			E.P.	Bemerkungen
				Beg.	% -150	% -180		
9263	3:1	0,842	48,5	115	11	23	295	
9225	1:1	0,944	49	112	11	24	303	mit Schweröl im 200 ccm Ofen gepr.
9264	1:3	0,850	48	115	11	23	293	

2. Auf Basis akt. Ton + Mg Silikat

Kat.Nr.	8500 : Mg-Silikat	spez. Gew.	AP >150	Beg.	Anfall		E.P.	Bemerkungen
					% -150	% -180		
9260	3:1	0,836	49,0	107	14	25	295	im 200 ccm Ofen geprüft
9251	1:1	0,840	48	100	22	31	294	
9262	1:3	0,836	49	95	22	35	295	
8376		0,845	48	110	12	22	305	

4.) Systematische Untersuchungen mit Vorhydrierungskatalysatoren.

Es wurde die Druckabhängigkeit der Vorhydrierung von Steinkohleverflüssigungsmittelöl mit Katalysator 8376 im Gebiet zwischen 250 und 150 at untersucht. Nach jeweils 2 bis 4-tägigem Fahren bei niedrigem Druck wurde wieder auf 250 at umgestellt, um die Kontaktaktivität zu prüfen. Folgende Zahlen zeigen das vorläufige Ergebnis:

Druck	250	230	210	190	170	150
AP	49	46,5	45	42,5	38	27
AP nach Umstellen auf 250 at	49	49	49	48	47	46

Bei einem H_2 -Druck von 190 at beginnt also bereits eine Schädigung des Kontaktes, die bei noch niedrigerem H_2 -Druck sehr erheblich wird. Durch anschließendes Fahren bei 250 at wird die Aktivität zwar wieder verbessert, eine vollständige Regeneration tritt aber nicht mehr ein.

5.) Neue Benzinerungskatalysatoren.

a.) Verbesserung des Katalysators 6434

Im Hinblick auf eine vereinfachte und gegebenenfalls wolframsparende Herstellung des Katalysators 6434 wurden von Dr. v. Fünser Kontakte mit 5% WS_2 in der Weise hergestellt, daß Wolframsäure bzw. Ammonwolframat in Flußsäure suspendiert bzw. gelöst und so auf Bleicherde 6108 aufgetränkt wurde. Bisher liegen folgende Zahlen vor:

Kat. Nr.	Herstellung	Spaltaktivität
9384	6108 + 5 WO_3 suspendiert in 10 HF aufgetränkt	80 klingt ab
9393	6108 + 5 WO_3 als Ammonwolframat in HF gelöst, aufgetränkt	110 kein Abklingen

Kontakt 9393, bei dem die Wolframsäure infolge der Art der Herstellung offenbar an den durch HF besonders aktivierten Stellen der Bleicherdeoberfläche sitzt, hat die gleiche Aktivität wie hervorragende Partien der 6434 Produktion. Dieser Kontakt wird z.Zt. eingehender geprüft.

b.) Wolframfreie Spaltkontakte

Die systematischen Versuchsreihen über Kontakte der Zusammensetzung $SiO_2 - Al_2O_3 - Fe_2O_3$ plus 0 bis 100 Äquivalent % HF bezogen auf Al + Fe wurden zum Abschluß gebracht (Vgl. Bericht 22 5361 vom 17.5.44 Dr. Günther). Der im letzten (39.) Tätigkeitsbericht unter Punkt 5 als besonders aussichtsreich angeführte Kontakt der Zusammensetzung: 80 SiO_2 + 15 Al_2O_3 + 5 Fe_2O_3 + 15 Äqu. % HF/ Al_2O_3 + Fe_2O_3 wird z.Zt. eingehend geprüft (Kat. Nr. 9394). Die Spaltaktivität beträgt in den ersten 5 Betriebstagen ca 100.

Bei einem Kontakt der Zusammensetzung 60 SiO_2 , 20 Al_2O_3 , 33 Fe_2O_3 + HF Äquivalent Fe würde ein starker Einfluß der Herstellungsweise festgestellt:

Kat. Nr.	HF Behandlung	Aktivität
9173	der Paste	
9395	der bei 110° getrockneten Paste	90 bis 100
9399	des auf 400° erhitzten Kontaktes	45 95 bis 125

Zum Vergleich sei angeführt, daß die im gleichen Zeitraum geprüften 6434-Partien Aktivitäten zwischen 85 und 130 aufwiesen.

6.) Prüfung eines W-freien Kontaktes der ANIC aus Livorno.

Der uns unter der Bezeichnung "Brük Sendung 3" übersandte Kontakt enthält kein W, jedoch verhältnismäßig viel Schwefel (5.7%). Wie bereits berichtet, hat der Kontakt eine hervorragende Spaltaktivität. Diese wurde zu mehreren Malen über 100 gefunden.

Das Verhalten dieses Kontaktes gegenüber Steinkohle-B-Mittelöl wird z.Zt. geprüft.

Über die Vergasung beim Fahren mit Erdöl-A-Mittelöl liegt noch kein endgültiges Ergebnis vor.

7.) Benzinierung von Mittelölen aus verschiedenen Hydrierwerken.

Wir erhielten anfang dieses Jahres Vorhydrierabstreifer aus Scholven, Gelsenberg, Wesseling, Leuna, Pölitz und Brük, die alle ausgezeichnet benzinierbar waren, mit Ausnahme des Brücker Produktes aus der letzten Fahrperiode.

Aus Pölitz erhielten wir Durchschnittsproben des täglichen Anfalles über einige Monate aus 8376 Vorhydrierkammern mit nachgeschaltetem 5058 sowie von der reinen 3376 Kammer. Ein Unterschied in der Benzinierbarkeit dieser Produkte war nicht festzustellen. (Näheres siehe Bericht von Dr. Günther 22 655 1 vom 20.6.44).

8.) Untersuchungen über den Einfluß der Siedekurve des Einspritzproduktes auf die Ergebnisse der 6434-Benzinierung.

Im Rahmen systematischer Untersuchungen über Vorhydrierung und Benzinierung wurde das Verhalten von Mittelölfractionen bei der Benzinierung untersucht.

Scholvener Verflüssigungsmittelöl (P 1271) wurde im 1 l-Ofen bei 250 at H_2 , 21,5 MV und Durchsatz 0,7 bis 0,8 über Kontakt 8376 aufhydriert und das B-Produkt bei 150° in Benzin und B-Mittelöl zerlegt. Das sehr gut raffinierte B-Mittelöl (300 kg) wurde in 6 etwa gewichtsgleiche Fraktionen zerlegt und die Fraktionen benzinieren. Die Ergebnisse dieser Versuche (Benzinierbarkeiten, Vergasungen, Siedekurven der Benzine, sonstige Eigenschaften der Benzine) die bisher erst zum Teil vorliegen, lassen vorläufig folgendes erkennen:

Für das Verhalten der Fraktionen 2-6 sind klare Abhängigkeit vom Siedeverhalten zu erkennen, während die unterste Fraktion (1) eine Sonderstellung einnimmt.

Besonders auffällig ist die Abhängigkeit der Siedekurve des 6434-Benzins vom Siedebereich der Ausgangsfraktion. Mit steigendem Siedebereich des Ausgangsproduktes nimmt der Gehalt des 6434-Benzins daraus an bis 100° siedenden Bestandteilen stark ab. Parallel damit jedoch weniger deutlich ist ein Abfall in der Höhe der Vergasung zu beobachten. Das aus Fraktion 1 hergestellte Benzin hat demgegenüber sehr geringen Gehalt an leichtsiedenden Bestandteilen. Dies dürfte vermutlich folgendermaßen zu erklären sein: Die Ausgangsprodukte bedi-cyclischen Naphthenen mit mehr oder weniger langen Seitenketten. Öffnung des Ringes (ohne Verkleinerung des Moleküls und praktisch ohne Vergasung) ist von einer Senkung des Siedepunktes begleitet.

Diese ist so groß, daß dabei aus Fraktion 1 (hochsiedende) Benzinteile (bis 150°) entstehen können, aus Fraktionen 2-6 aber nicht. Um bei den Fraktionen 2-6 Benzinbildung zu erreichen, ist noch eine weitere Spaltung dieser durch Öffnung der Ringe entstandener Produkte nötig.

Hinsichtlich der Benzinierbarkeit wurde bestätigt, daß die Schwerbenzinfractionen (aus denen nicht unmittelbar durch Ringöffnung Benzin entsteht) schlechter benzinierbar (B = 55) sind als die Mittelfractionen. Am besten benzinierbar sind die etwa zwischen 230 und 280° siedenden Anteile (Benzinierbarkeit ca 80). Auch die Fraktion 280 - 310° ist noch gut benzinierbar (B = ca 65).

9.) Stickstoffempfindlichkeit des 6434 Lu und des ANIC-Kontaktes aus Livorno.

Um über die Stickstoffempfindlichkeit des w-freien Kontaktes im Vergleich zum 6434 Lu Klarheit zu bekommen, wurde in zwei gleichlaufenden Versuchen mit Erdöl-A-Mittelöl nach jeweils 5 Tagen 0,1 % Anilin zugesetzt, bzw. nach der gleichen Zeit wieder weggelassen. Dabei wurde erneut festgestellt, daß der Anic-Kontakt gegenüber Stickstoffverbindungen empfindlicher ist. Die Spaltaktivität sinkt bei Zusatz des Anilins um etwa 15-20 Punkte stärker ab als beim 6434, jedoch erholte sich der Kontakt nach dem Weglassen des Anilins vollständig und hatte dieselbe Spaltaktivität wie bei Beginn des Versuches.

Eine Untersuchung, die feststellen soll, ob eine längere Wechselperiode bzw. ein längere Einwirkung der Stickstoff-Verbindung eine bleibende Schädigung des Kontaktes mit sich bringt, ist im Versuchsprogramm vorgesehen.

Der 6434-Kontakt Lu zeigt auch nach dreimaligem Wechsel keine Schädigung.

10.) Verarbeitung von S-Produkten aus Janinakohle.

Es war zu prüfen, ob bei einer Verarbeitung von Sumpfmittelöl aus Janina Kohle über 8376/6434 hinsichtlich Ausbeute und Produktqualität Unterschiede gegenüber der Verarbeitung von S-Mittelölen aus anderen Steinkohlen vorhanden sind. Wir erhielten von Herrn Dr. Hupfer je ein Sumpfmittelöl, das im 10 l Ofen bei 300 bzw. 700 at aus Janinakohle hergestellt worden ist. Vorläufige Versuchsergebnisse sind aus nachfolgender Tabelle ersichtlich:

Produkt	erhalten bei 600 at	erhalten bei 300 at
Vorhydrierung		
Durchsatz	1,0	0,8
Temperatur	21,5	21,0
Anfall:		
AP Mittgl81		
% - 150°	51	53
% - 180°	25	29
OZ vom Vorhydrier-Bi -150°	38	40
V/E	64/85	64/85
	2,4	2,0
Benzinierung		
Durchsatz	1,5	1,5
Temperatur MV	19,5	19,5
150° Benzin: % im Anfall	56	55
% -100° im Benzin	55	55
V/V + Bi	22	17
OZ Motor	72,5	74
+ 0,12 Blei	92	91
in Mischung mit Vorhy Bi: OZ Mot:	70	71
+ 0,12 Blei	90	87

Hinsichtlich des Klopfwertes des Fliegerbenzins scheint sich aus diesen Zahlen ein gewisser Vorteil von 300 at Sumpffphase gegenüber 600 at Sumpffphase zu ergeben. Die Vergasungswerte in der 6434 Stufe lagen bei unseren Vergleichsversuchen sowohl bei den 300 at wie bei den 600 at Mittelblei in normalen Grenzen.

11.) Zur Systematik des WS₂ als Katalysator.

Im Anschluß an die im letzten (39.) Tätigkeitsbericht erwähnten Versuche über die polymerisierende Wirkung des Katalysators 5058 mit Benzol und Cyclohexen wurden gemeinsam mit Dr. Boente die Versuche mit Cyclohexen und einem Cyclohexen-Tetralinmisch (2:3 molmäßig) fortgesetzt. Einige vorläufige Versuchsergebnisse sind aus folgender Zahlentafel zu ersehen:

Produkt	Cyclohexen				Cyclohexen + Tetralin (2:3 molmäßig)						
	Temp. mV	Einfüll-Produkt	12	14	16	Einfüll-Produkt	12	14	16	18	20
spez. Gew. /20°	0,807	0,774	0,768	0,752	0,900	0,854	0,846	0,828	0,769	0,723	
Anilinpkt. °C	-17,5	+ 29	32,5	35	-32,5	+28	35,5	37	44	50	
Siedebgg. °C	84	80	75	74	81	61	82	80	65	47	
% -80° C	-	26	41	84	-	-	-	-	-	-	
% -100° C	-	93	95	97	-	-	-	-	-	-	
Siedeendpkt.	97°	228	214	165	208	>360	>360	256	193	195	

Bei Cyclohexen steigt der Siedepunkt beim Überleiten über 5058 schon bei 12,0 mV von 97 auf 228° an, bei höherer Temperatur nimmt die polymerisierende Wirkung bereits ab.

Bei Gemisch Cyclohexen-Tetralin ist in dem Temperaturgebiet vor 14 mV (285°) die stärkste Kondensationswirkung beobachtet worden, der Siedepunkt des Gemisches ist von 208° auf weit über 360° gestiegen und der Gehalt an Niedrigsiedenden (% -100°) hat sich von 27% auf 14% vermindert.

Eine eingehende Untersuchung der Produkte wird von Dr. Boente ausgeführt.

12.) Verarbeitung von Steinkohleabstreiferschweröl Vakuumdestillat über festangeordneten Kontakt bei 600 at.

a) Dauerversuch.

Der Dauerversuch im Ofen 327 (Ofenblatt 5312) wurde bei Durchsatz 0,6 unter Rückführung der Schwerölannteile über 325° (2:1) weitere 31 Tage bis zur 5525 Betriebsstunden fortgesetzt. Die Temperatur war dabei unverändert 24-25 mV gestaffelt. Die Spaltaktivität des Kontaktes blieb ebenso wie die Hydrieraktivität während dieser letzten Betriebsperiode völlig konstant. Der Anfall enthielt 95% bis 360° und 72% bis 330°, der Anilinpunkt des B-Mittelöls lag bei 33° und ist nicht wieder gesunken. Das Fortlassen der Produktschwefelung (Zusatz von 0,4% CS₂) war in einer kurzen Betriebsperiode ohne Einfluß auf die Ergebnisse.

Das B-Mittelöl mit AP 33° ließ sich auch nach Redestillation auf EP 310° und Schwefelsäurewäsche nicht befriedigend benzinieren. Bei 22,5 mV wurde eine 150° Benzinkonzentration von 55% erzielt. Der 6434 Kontakt zeigte ein deutliches Abklingen.

Aus allen bisher durchgeführten Benzinierungsversuchen ergibt sich für die Verarbeitung von 600 at Spaltmittelöl aus Abstreiferschweröl folgendes:

- 1.) direkt, ohne Schwefelsäurewäsche benzinierbare Mittelöle werden nur aus den ersten Betriebsperioden (60 Tage) mit verhältnismäßig frischem 8376 Kontakt erhalten, wobei der Anilinpunkt des Mittelöls über 50° liegt und das Mittelöl bei maximal 325° abgeschnitten werden muß.
- 2.) Das Spaltmittelöl der nächsten Betriebsperioden (2 bis 3 Monate) dürfte nach Schwefelsäurewäsche noch ausreichende Benzinierbarkeit haben.
- 3.) Für den Dauerbetrieb ist ohne zwischengeschaltete 8376-Vorhydrierung eine ausreichende Benzinierbarkeit des Spaltmittelöls nicht zu erreichen. Bei Anwendung von 8376-Vorhydrierung werden jedoch gut benzinierbare Produkte erhalten, wenn
 - a) der Durchsatz in der 600 at-Spaltung wesentlich höher gewählt wird als 0,6 (z.B. 1,0 bis 1,2)
 - b) das Mittelöl wesentlich höher abgeschnitten wird. Ein Endpunkt von 350° erscheint noch tragbar.

c) die Betriebsdauer des 8376 Kontaktes in der 600 at Spaltstufe über ein halbes Jahr betragen und der Anilinpunkt des B-Mittelöls schon unter 40° gesunken ist. Da die Spaltaktivität des 8376 bei unserem Dauerversuch in den letzten zwei Monaten der bisher 7 monatigen Betriebsdauer nicht abgeklungen ist und da außerdem die Hydrieraktivität eines solchen Kontaktes durch vorübergehendes Fahren mit Mittelöl regeneriert ist, kann angenommen werden, daß die Lebensdauer des Kontaktes 8376 für Schwerölspaltung mehr als 1 Jahr betragen wird.

b) Prüfung und Regeneration der Kontaktaktivität.

Zur Prüfung der Kontaktaktivität wurde der Ofen 327 nach der 5525-ten Betriebsstunde auf Vorhydrierung von Steinkohleverflüssigungsmittelöl umgestellt und abwechselnd je einige Tage bei 600 und 250 at gefahren. Das Steinkohleverflüssigungsmittelöl wurde dabei anfänglich bei 600 at nur auf AP 29, bei 250 at nur auf AP +9 abhydriert. Die Hydrieraktivität des Kontaktes erholt sich jedoch besonders durch die Behandlung mit dem Mittelöl bei 600 at zusehends. Es wurde nach 20 Tagen bei 600 at AP 44 und bei 250 at AP 17 erreicht. Die Affinationswirkung des Kontaktes ist danach, wie erwartet, für normale Vorhydrierung unzureichend. Für die Schwerölspaltung ist jedoch durch die Behandlung mit Mittelöl eine wesentliche Regeneration, insbesondere der Hydrieraktivität, eingetreten. Nach abermaligen Umstellen des Ofens auf Vakuumdestillation aus Abstreiferschweröl wurde bei gleicher Spaltung wie vor der Regeneration im Mittelöl mit AP +48 erhalten (In den ersten Betriebstagen gibt der Kontakt ein Mittelöl mit AP 57, nach etwa 125 Betriebstagen AP 50). Diese Versuchsergebnisse eröffnen die Möglichkeit, bei der Schwerölspaltung den festangeordneten Kontakt auch technisch durch vorübergehendes Fahren mit Mittelöl zu regenerieren.

c) Versuche im 1,3 l Ofen.

Um ausreichende Mengen Produkt zur Prüfung der Weiterverarbeitung der Spaltmittelöle über 6434 und zur weiteren eingehenden Untersuchung von Fraktionen zur Verfügung zu haben, wurde Mitte Mai ein 1,3 l Ofen mit Kontakt 8376 und Abstreiferschweröl Vakuumdestillat bei 600 at und Durchsatz 0,6 angefahren. Der Ofen läuft bisher, abgesehen von einer Verstopfung in der Ausgangsleitung, störungsfrei und gibt zur Zeit bei 23,5 bis 24,5 mV gestaffelt ohne Rückführung ein fast farbloses Produkt mit 95 % bis 360° und 76 % bis 330° im Anfall.

Diese Zahlen stimmen mit den Ergebnissen des Ofens 327 in der Anfallperiode überein.

Die Vergasung wurde mit 4,1% auf Einspritzung (Einzelwert) auffallend niedrig bestimmt und wird noch genauer überprüft. Der Vergasungswert liegt an der unteren bei unseren früheren Versuchen festgestellten Grenze.

Mit den Anfallprodukten des Ofens 338 wird zunächst die Abhängigkeit der Benzinierbarkeit vom Siedepunkt des Mittelöls sowie die Anwendbarkeitsgrenzen der Schwefelsäurewäsche untersucht.

d) Spaltung des Schweröles (B-Produktes) > 360°

Beim Fahren mit Rückführung ist bisher in den meisten Fällen gegenüber der Fahrweise im geraden Durchgang im Abfallen der Spaltleistung beobachtet worden. Es war deshalb von besonderem Interesse, die Spaltung des Rückführproduktes für sich zu untersuchen.

Das im Ofen 327 erhaltene Schweröl über 360° wurde in weiterem Versuch bei 600 at und Durchsatz 0,6 über Katalysator 8576 verarbeitet. Die Temperatur wurde zwischen 22,5 und 24,5 mV gehalten. Bei einem 15 tägigen Versuch wurden folgende Ergebnisse erzielt. Zum Vergleich sind die Zahlen der Verarbeitung von Abstreiferschweröl im geraden Durchgang unter ähnlichen Versuchsbedingungen angeführt.

Produkt	Abstreifer- schweröl Vak. Destillat	B-Produkt 360° aus Abstr.-Schweröl		
		0,6	0,6	0,6
Durchsatz	0,8	0,6	0,6	0,6
Temperatur mV	23,0-24,0	22,5-23,5	23,0-24,0	23,5-24,5
Anfall:				
Farbe	gelb	gelb	gelb-grün	gelb
Spez. Gew. /70°	0,870	0,914	0,922	0,904
% - 325	58	45	-	79
- 330	66	51	-	82
- 350	87	79	75	91
- 360	93	87	84	95
AP Gesamt	60	61	59	60
AP Mittelöl	58	54	50	-

Aus den Zahlen, insbesondere der Spalten 1 und 3 ist deutlich die wesentlich schlechtere Spaltbarkeit des Rückführproduktes gegenüber Original-Abstreiferschweröl zu erkennen. Durch geringe Temperaturerhöhung (0,2 bis 0,3 mV) läßt sich jedoch die Spaltung des B-Schweröles ohne weiteres auf die gleiche Höhe bringen wie bei A-Schweröl. Die Aufhydrierung des Spaltmittelöls aus Rückführprodukt ist deutlich geringer als aus A-Produkt, woraus sich eine Anreicherung von Aromaten im Rückstand ergibt, die auch als Ursache der schwereren Spaltbarkeit anzusehen ist.

13. Verarbeitung von Druckdestillat aus Steinkohleabstreiferöl über festangeordneten Kontakt bei 600 at.

In Zusammenarbeit mit Herrn Dr. Rank werden zur Zeit die Möglichkeiten geprüft, die für die Schwerölverarbeitung über festangeordneten Kontakt vorgesehene Vakuumdestillation durch eine Druckdestillation zu ersetzen. Wir erhielten von Herrn Dr. Rank ein 85%iges Druckdestillat aus Abstreiferschweröl, mit welchem bereits ein kurzer Versuch durchgeführt ist. Die Verarbeitung von Druckdestillat scheint danach keine grundsätzlichen Schwierigkeiten zu bieten. Die folgenden Zahlen geben einen Vergleich der Verarbeitung von Vakuumdestillat und Druckdestillat im geraden Durchgang unter ähnlichen Versuchsbedingungen

Produkt	85%iges Vakuumdestillat	85%iges Druckdestillat
Durchsatz Temperatur	0,8 23,0 bis 24,0 mV	0,8 22,5 bis 24,5 mV
Anfall: Farbe	farblos bis gelb	farblos bis gelb
spez. Gewicht	0,870/70°	0,898/70°
% - 325	58	45
- 330	66	52
- 350	87	76
- 360	93	85
AP Gesamt	60	54
AP Mittelöl	58	49
% Coronen im Anfall	0,03	0,45

14. Verarbeitung von rumänischem Rohöl über Katalysator 8376 und Benzinierung der B-Produkte.

a) Krackprodukt aus Rohöldruckdestillat.

Das von Dr. Free erhaltene Krackprodukt aus druckdestilliertem rumänischem Rohöl wurde bei 250 at über Katalysator 8376 weiterverarbeitet. Es wurde ein weißes Produkt mit Anilinpunkt +80° erhalten, das sich über Katalysator 6434 bei 19,5 mV sehr gut benzinieren ließ (150° Benzinkonzentration 60%).

b) Druckdestillat aus Rohöl.

In einem weiteren Versuch wurde noch einmal das reine Druckdestillat aus rumänischem Rohöl über Katalysator 8376 bei 500 at verarbeitet. Bei Durchsatz 0,8 und gestaffelter Temperatur 23,0 bis 24,0 mV wurde ein reines bis hellgelbes Anfallprodukt von spez. Gewicht 0,790/70° und Anilinpunkt 80° erhalten. Laut Siedekurve sind im Anfall 55 % bis 325° und 65 % bis 360° siedende Anteile enthalten.

Das auf Endpunkt 340° redestillierte B-Produkt mit Anilinpunkt 70° ließ sich hervorragend über 6434 benzinieren. Bei 18,0 mV wurden 60 % siedegerechtes Fliegerbenzin erhalten.

Auch bei Durchsatz 1,5 in der ersten Stufe und 24 bis 25 mV wurde bei der Verarbeitung von Druckdestillat ein hellgelbes Produkt mit folgenden Eigenschaften erhalten:

spez. Gewicht/70°	0,795/70°
Anilinpunkt Gesamt	87
Mittelöl	71
% - 325	50
- 330	53
- 350	63
- 360	70

Die Benzinierung des B-Produktes dürfte keine Schwierigkeiten bereiten.

c) Rohölrückstände.

Im Anschluß an zwei Versuche zur Herstellung von Vaseline (Vgl. P. 18) aus entasphaltierter rumänischer Pakura sowie aus einem technischen Destillationsrückstand aus rumänischem Rohöl (Gura Oknizai) wurde versucht, die nichtentasphaltierten Produkte spaltend zu raffinieren. Es waren bei 600 at Temperaturen von 23,5 bzw. 14,5 mV erforderlichlich um helle Produkte zu erhalten. Die wichtigsten Ergebnisse zeigen folgende Zahlen:

Produkt	rumänische Pakura P 1391 Original	Destillationsrückstand P 1606 - Gura Oknizai
Druck atm	600	600
Temp. mV/gestaffelt	23,0 - 24,5	23,0 - 25,0
Durchsatz	0,4	0,4
Anfall: Farbe	hellgrau	weiß
spez. Gewicht	0,786	0,764
Siedebeginn °C	125	100
% bis 360°	79	87
% bis 330°	62	76
AP (180-360)	70	73

Nach diesen Versuchsergebnissen lassen sich diese rumänischen Erdölrückstände bei Durchsatz 0,4 auf gute Dieselöle verarbeiten.

15. Spaltende Verarbeitung von Braunkohlenteeren über Katalysator 8376 und Benzinierung der B-Produkte.

a) Brüxer Teer.

Eine Mischung von EGR-Teer, Dickteer und Schwelmittelöl aus Brüx wurde in 2 hintereinandergeschalteten Öfen im geraden Durchgang bei 22,5 bis 24,0 mV gestaffelt, Durchsatz 0,5 und 250 at über Katalysator 8376 verarbeitet. Es wurde ein grünliches Anfallprodukt von spez. Gewicht 0,844/20° erhalten, das 93 % bis 360° und 80 % bis 325° enthält; Anilinpunkt vom Mittelöl von 45. Bereits nach 6 Tagen waren Schlange und Ofeneingang durch Festabscheidungen verstopft. Die Versuche sollen wieder aufgenommen werden, sobald sich ein aussichtsreicher Weg zur Ascheabscheidung vor dem Ofen als gangbar erweist.

Ein weiterer Versuch bei 600 at im 200 ccm Ofen ergab bei Durchsatz 0,8 und 22,5 bis 23,5 mV ein farbloses bzw. gründlichweißes Produkt vom spez. Gewicht 0,810/70°, mit Mittelölanilinpunkt 62° und 88 % bis 360° und 70 % bis 325° siedender Anteile. Der Versuch lief 9 Tage anstandslos und mußte dann infolge einer Störung abgebrochen werden.

b) Deubener Teer.

Mit $> 330^{\circ}$ getropfem Deubener Teer läuft zur Zeit ein Versuch im Zwoifensystem mit Durchsatz 0,6, bei gestaffelter Temperatur 22,5 bis 24,5 mV. In einem vorgeschalteten Heiztopf, der versuchsweise auf verschiedene Temperaturen erhitzt wird, werden 10 % des Einspritzproduktes vor dem Ofen abgezogen. Bei einer Heiztopf-Temperatur von 22,5 mV wurde eine Ascheanreicherung von 0,003 im Originalteer auf 0,009 im Heiztopfrückstand festgestellt. Die Temperatur des Heiztopfes ist inzwischen auf 23,5 mV erhöht worden. Das im geraden Durchgang erhaltene Anfallprodukt hat folgende Eigenschaften.

Farbe:	weiß bis hellgelb
spez. Gewicht/20°	0,780 bis 0,800
%-325	55
360	72
AP Mittelöl	59
V/E	
V/V + Mi 325°	9,6 %
V/V + Mi 350°	12,8 %
	11,8 %

16. Syntheseversuche, ausgehend von CO + H₂.

Infolge einer Störung am Kohlenoxyd-Kompressor konnten während der Berichtszeit nur wenige Versuche ausgeführt werden. Die Vergleichsversuche mit Methanol- und Isobutylkontakten aus Leuna wurden fortgesetzt. Die mit diesen Kontakten erhaltenen Ergebnisse sind mit den von Herrn Dr. v. Fünfer hergestellten Kontakten jetzt auch erreicht worden.

Weitere Versuche mit alkalisierten Kupfer-Chrom-, Silber-Chrom- und Kobalt-Chrom-Kontakten, sowie mit geschmolzenem Bleichromat haben geringere Leistungen ergeben; die nähere Untersuchung der Produkte steht noch aus.

17. Versuche zur Entfernung von Arsen aus Brüxer Schwelprodukten.

A. P 1397 A-Mittelöl aus Brüxer Teer wurde bei Temperaturen zwischen 300 und 450° mit Durchsatz 2,0 drucklos über Eisendrehspäne geleitet. Die größte bisher beobachtete Arsenbindung durch das Eisen beträgt 60 % vom Arsengehalt des Einspritzproduktes. Das A-Mittelöl erfährt bei dieser Behandlung nur eine minimale Aufspaltung. Die Versuche erscheinen daher aussichtsreich und werden fortgesetzt.

B. Einstündiges, einfaches, druckloses Kochen des Brüxer A-Mittelöles mit 0,2 Gew.-% Karbonyleisen hat bisher keine Verminderung des Arsengehaltes im Öl gebracht, dagegen wurden beträchtliche Mengen des Karbonyleisens durch die Phenole gelöst. Die Anwendung von Karbonyleisen zur Entarsenierung dürfte danach nur unter Druck bei höherer Temperatur anwendbar sein.

C. Da bei der Vorhydrierung von Brüxer Schwelmittelöl bei einem früheren Versuch Schädigung des Kontaktes 8376 schon nach kurzer Betriebszeit festgestellt worden war und da andererseits bei einem weiteren Versuch ein 8376 Kontakt, der bei der Herstellung 2 % As zugesetzt war, hervorragende Aktivität bei der Prüfung mit stein- die Kohleverflüssigungs-Mittelöl gezeigt hatte, wurde ein Versuch über die Verarbeitung von Brüxer Schwelmittelöl über den arsenhaltigen Kontakt angesetzt. Die Abnahme der Hydrierung war in einem 22 t-igen Versuch mit etwa 2 Anilinpunkten sehr gering. Schlange und Ofeneingang waren aber nach dieser Zeit durch Abscheidungen von Staub, der zur Zeit untersucht wird, verstopft.

18. a) Versuche zur Herstellung von Vaseline.

Die Versuche zur Herstellung von Vaseline durch hydrierende Raffination verschiedener paraffinreicher Ausgangsprodukte wurden gemeinsam mit Dr. Eisehut fortgesetzt.

Aus entsphalteter rumänischer Fakra, F 1391, wurde bei 600 at Druck, 21,5 mV = 417° und Durchsatz 0,8 mit Gas x 3 ein weißes Produkt erhalten, woraus nach Abtrennen von 10 % Vorlauf und Reinigen des Anfalls mit Ferrara eine Vaseline gewonnen werden kann, die durch aus den Anforderungen entspricht, die man nach dem DAB an ein derartiges Produkt stellen muß.

Über den Versuch bei 250 at, 21,5 mV, Durchsatz 0,4 und Gas x 6, bei dem dem Anschein nach ebenfalls ein brauchbares weißes Produkt anfällt, liegen noch keine endgültigen Resultate der Untersuchungen von Dr. Eisehut vor.

Die nicht entsphaltete rumänische Fakra ließ sich auch bei verschiedenen Durchsätzen und Temperaturen von 22 - 23 mV nicht zu vaselinartigen Produkten raffinieren. Der Versuch wurde abschließend auf Spaltung gefahren (Vgl. Punkt 14c dieses Berichtes.)

Ein noch ungünstigeres Ergebnis brachte der Versuch aus einem 23 %igen Erdöl-Rückstand aus Gara-Okmizai (Rumänien) Original vom 17.4.1944 durch hydrierende Raffination zu einem vaselinartigen Produkt zu gelangen.

Dagegen ließ sich das Propaguraffinat des gleichen Produktes leicht bei 600 at, 20,5 bzw. 21,0 mV, Durchsatz 0,4 und Gas x 6 zu einem Vaseline-Produkt verarbeiten.

Einer Mitteilung Dr. v. Czetsch vom Biolabor, Opatowitz, zufolge unterschied sich eine der dortin zur Untersuchung geschickten Proben - außer im Schmelzpunkt - nicht von bester amerikanischer Vaseline. Diese Probe bestand aus einer Mischung des hydrieranfalls von entsphalteter rumänischer Fakra und des Produktes aus Gara Okmizai nach Abtrennen eines gewissen Vorlaufs.

Der Anfall war stets braun bis schwarz.

000089

b) Raffination von Paraffinen.

Für Dr. Pfirrmann wurde Extrahartwachs aus Schaffgotsch bei 250 at, 21,0 mV, Durchsatz 0,8 hydrierend raffiniert. Der Anfall wurde durch Filtrieren über Terrana weiter gereinigt.

19. Analytisches.

Für die Spaltversuche in der Kammer 504 war es nötig, sehr schnell die Phenolwerte der Produkte zu bekommen. Nach der bisher üblichen gravimetrischen Phenolbestimmung können die Auswagen erst nach 24 Stunden gemacht werden. Die Zeit zum Abdampfen der letzten anhaftenden Ätherwerte konnte dadurch wesentlich verkürzt werden, daß die Proben nach Eindampfen der Hauptmenge des Äthers etwa 1/2 Stunde in einem evakuierten Exsikator über A-Kohle gehalten wurden. Für Proben mit Phenolgehalt unter 0,1 % wurden mit dieser Schnellmethode nach 2 Stunden exakte Werte erhalten.

20. Verzeichnis der Zusammenstellungen.

Datum	Nr.	Titel
15.6.44	Me 22 6281	Kontaktprüfungen für die Weißerdebetriebe Lu und P8.
1.6.44	Tro 22 5631	Notiz über die Verarbeitung von mitteldeutschen Teeren und Brüxer Teer über festangeordnete Kontakt 8576.
12.6.44	Tro 22 6071	Spaltende Verarbeitung von rumänischer Pakura über Katalysator 8376 bei 250 und 600 at.
1.6.44	Gth 22 5621	Notiz über die Vorhydrierung und Benzinierung von Brüxer Schwelersmittelöl.
8.6.44	Gth 22 600 1	Notiz über die Benzinierung von a-Mittelöl aus Turaczowka Rohöl (Galizien).
12.6.44	Gth 22 6171	Vorhydrierung und Benzinierung verschiedener Produkte von Sudetenländischen Treibstoffwerken AG, Brüx.
20.6.44	Gth 22 6551	Benzinierung von B-Produkten aus den Hydrierwerken.
16.5.44	Gth 22 5311	Durchführung von Partieprüfungen 5058, 8376 und 6434 bei Hochdruckversuchen Ludwigshafen.
17.5.44	Gth 22 5361	Wolframfreie Spaltkontakte des Typs HF-behandelter $\text{SiO}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3 - \text{Fe}_2\text{O}_3$ Oxyd-Hydratgemische.

41. Tätigkeitsbericht Juli - August 1944.
=====

- 1.) Partieprüfungen für die Weißerdebetriebe Lu und Pöhlitz.
- 2.) Prüfung ausgebauter und regenerierter Kontakte aus den Hydrierwerken.
- 3.) Neue Hydrierkontakte.
- 4.) Neue Benzinierungskontakte.
- 5.) Systematische Versuche mit Vorhydrierkontakten.
- 6.) Zur Umstellung ~~von Benzinstärkesäure~~ von Siedeende 150 auf 180°C.
- 7.) Verarbeitung von S-Mittelöl aus Deubener Teer über 8376/6434.
- 8.) Benzinierung von 7360-B-M'Öl v. Ka 504 aus Deubener Teer.
- 9.) Verarbeitung von Deubener Teer über 8376 bei 250 atü.
- 10.) Verarbeitung von ~~von~~ Inkohleabstreiferschweröl-Destillaten über 8376 bei 600 atü.
- 11.) Aufhydrierung von Weichparaffin.
- 12.) Herstellung von Vaseline aus Gura-Omnisai-Propanraffinat.
- 13.) Entmethylierung von Xylol.
- 14.) CO/H₂-Synthese.
- 15.) Versuche in Drehautoklaven.
- 16.) Verzeichnis der Zusammenstellung.

gez. Peters
" Graßl
" Günther
" Meße
" Ebner
" Trofimow

22787a

000091

1.) Partieprüfungen für die Weißerdefabriken Lu und Pölitz.

a) 5058
=====

Kontakt, Fäbber	Ofen / Blatt	A.P. B-Nr	Urteil	Bemerkung
3553 - 3632	14 / 5878	55	hervorragend	Wiederholung v. Of. 22/5846
3673 - 3712	1 / 5884	51,5	hervorragend	
3713 - 3752	1 / 5900	47,5	gut	
3753 - 3792	529 / 5923	48,5	sehr gut	vorläufiges Ergeb- nis, wird nochmals wiederholt
b) 8376 =====				
3206 - 3245	18 / 5872	50,5	hervorragend	
3246 - 3285	14 / 5902	47,5	gut	
3286 - 3325	15 / 5905	49,5	sehr gut	
3326 - 3365	329 / 5930	49,0	sehr gut	
3366 - 3395	1 / 5927	50,0	hervorragend	

c) 6434

Paß Nr.	Ofen	Blatt	Temp. mV	% Bi -150°	Spaltaktivität	Urteil / Bemerkung
Lu 8967-9006	2	5895	18,5	75	108	hervorragend
9007-9046	9	5934	18,5	64	92	
Ausbau Wesseling Frobe II	2	5912	20,5	56	39	Diese Kontakte weisen 40 bis 50% der Spaltaktivität von gutem neuen Kontakt auf
" III	10	5913	21,0	53	31	
" IV	11	5926	20,5	51	35	
" V	5	5915	21,0	53	31	
Ausbau Gelsenberg Ka 301, Of. 1	12	5920	19,0	64	77	gut

2.) Prüfung ausgeputzter und regenerierter 8376-Katalysatoren.

J.Nr. / Herkunft	Ofen	Blatt	A.P. M'01	A.P. M'01 vor Regeneration	Bemerkung
2326 Ausbau Brün Ka 9 Of. 4 regen.	16	5885	36,5	35	
2327 " " Ka 7 Of. 4 regen.	14	5890	32,5	16	
2328 " " Ka 8 Of. 2 regen.	18	5891	49,5	46	
Kat. 5058 Ausbau Gelsenbg. Ka 306, Of. 1	19	5921		43	
" " " " " Of. 2	22	5922			Beurteilung s.a. Ber. Nr. 22 7291.

3.) Neue Vorhydrierkatalysatoren.

Der Versuch, den normalen Träger des Kat. 8376 durch eine Mischung $Al_2O_3 + Ga_2O_3$ im Verhältnis 1:1 zu ersetzen, ergab einen Kontakt, der das Steinkohleverflüssigungsmittelöl P 1271 nur zu einem Produkt mit einem A.P.-Mittelöl von - 14 aufhydrierte.

Ein Kat. 8376, der durch Lösen bzw. Suspendieren des WO_3 und des $NiCO_3$ in H_2F_2 , anschließendes Tränken der Tonerde und Bildung der Sulfide durch Behandeln mit H_2S hergestellt war, ergab mit P 1271 einen Mittelöl-Anilinpunkt 49. Der Kontakt verhält sich also ebenso wie guter 8376 normaler Herstellung. Ferner wurde geprüft, ob die Metallsulfidbildung bei der normalen Herstellungsweise des Kat. 8376 eine Änderung erfährt, wenn statt des reinen Schwefelwasserstoffes ein Gemisch $CO + H_2S$ verwendet wird. Der so hergestellte Kontakt 8376 brachte aber mit P 1271 nur Mittelöl-Anilinpunkt 43.

Die Versuche, sulfosalzbildende Metalle als Komponente des Vorhydrierkontaktes zu verwenden, wurden fortgesetzt. Der Ersatz von Wolfram oder Nickel durch Zinn bzw. Eisen ergab verhältnismäßig inaktive Kontakte wie folgende Tabelle zeigt:

Kat.Nr./ J.Nr.	Zusammen- setzung	Anfall					Bemer- kung
		Sp.Gew.	A.P. >150°	Siedebe- ginn/Siede- ende	% -150°	% -180°	
9410/ 2062	8500 + SnS_2 + NiS	0,950	-19	95 / 318	3	4	Sn statt W
9419/ 2325	8500 + FeS + NiS (Fe + Ni aus Carbonylver- bindungen)	0,912	-4	130 / 317	4	11	Fe statt W
9420/ 2063	8500 + WS_2 + SnS_2	0,932	-13	130 / 322	3	8	Sn statt Ni

4.) Neue Benzinierungskontakte.

- a) Neuartige Herstellung von 6434-Kontakten über Suspensionen bzw. Lösungen von WO_3 oder $(NH_4)_2WO_4$ in H_2S_2 ergibt ebenso gute Kontakte wie die normale 6434-Herstellung über Gelbsalztränkung.
- b) Die Versuche mit wolframfreien $SiO_2/Al_2O_3/Fe_3O_4/HP$ -Kontakten wurden fortgesetzt. Im wesentlichen konnten die bisherigen Ergebnisse bestätigt werden.
- c) Die 6434-analoger Kontakt mit Tonerde und Mg-Silikat (1:3) als Träger erweist sich wesentlich schlechter als normaler 6434.
- d) Ein bei der Herstellung in CO/H_2S statt in H_2/H_2S zersetzter 6434 Kontakt zeigte die hervorragende Spaltaktivität 119.

5.) Systematische Versuche mit Vorhydrierkontakten.

- a) Die bereits im Juni abgeschlossenen Versuche über die Temperaturabhängigkeit der Hydrierreaktionen am Kontakt 6718 wurden ausgewertet. Die Zusammenstellung ist bereits in Verteilung.
- b) Die Versuche über die Druckabhängigkeit der Hydrierreaktionen am Kontakt 8376 wurden ausgewertet (227491). Danach ist schon bei H_2 -Drucken von weniger als 200 at mit Kontaktschädigungen zu rechnen.
- c) Versuche über den Einfluß von Durchsatz und Gasmenge auf die Hydrierung am Kontakt 8376 sind in Arbeit. Der Einfluß des Durchsatzes wird im Gebiet 0,4 - 2,0, der Einfluß der Gasmenge im Gebiet 0,25 - 10,0 ohm Gas/kg Öl untersucht.

6.) Zur Umstellung der Benzinproduktion von Siedeende 150° auf 180°.

Zur Feststellung der Folgen, die die Umstellung der Benzinproduktion von Siedeende 150° auf 180° auf die produzierte Menge, Ausbeute und die Benzinqualität hat, wurden Versuche mit Kontakt 6 und Steinkohlevorhydrierungsabstreifer angefahren. Aus älteren Versuchen mit verschiedenen Rohstoffen feststellbare Gesetzmäßigkeiten wurden in zwei Zusammenstellungen niedergelegt.

7.) Verarbeitung von S-Mittelöl aus Deubener Teer über 8376/6434.

Sumpfmittelöl aus Deubener Teer vom Ofen 411 wurde bei 22, 21 und 20 mV im 1 Ltr.-Ofen vorhydriert. Die B-Produkte enthielten kein Benzin -150°C. Sie wurden nach Wasserwäsche zur Entfernung gelösten Ammoniaks über 6434 im 50 ccm-Ofen benzinisiert. Die Benzinierbarkeiten betragen 94, 150 und 100; die Öle sind also alle drei ausgezeichnet benzinierbar. Nähere Versuchsergebnisse stehen noch aus.

8.) Benzinierung von 7360-B-Mittelöl von Kammer 504 aus Deubener Teer.

Das Kammerprodukt mit Siedegrenzen 200-340° und AP. 43,5 ließ sich nur mit sehr schlechter Leistung benzinieren (39 % Benzin -150° bei 22,5 mV = Benzinierbarkeit 13). Nach Raffination mit H₂SO₄ und Redestillation auf 5 % Rückstand bzw. auf 325°C werden Produkte mit Benzinierbarkeiten zwischen 40 und 50 (eben noch genügend, Steinkohlenteer hat Benzinierbarkeit 65-80) erhalten. Nähere Ergebnisse stehen noch aus. Es ist anzunehmen, daß die Verarbeitung derartiger Produkte über 6434 großtechnisch nicht mit sehr langen Lebensdauern des 6434-Kontaktes durchzuführen ist.

9.) Verarbeitung von Deubener Teer über Katalysator 8376 bei 250 at.

Die Ascheabscheidung in einem der Aufheizschlange vorgeschalteten Heiztopf war bei den bisherigen Versuchen unbefriedigend. Bei 22,5 mV wurde eine maximale Anreicherung der Asche von 0,003 im Originalteer auf 0,009 im Heiztopfabschlamm erzielt. Bei einer Heiztopftemperatur von 22,5 mV enthielt der Abschlamm maximal 0,02 Asche, bei einer Heiztopftemperatur von 24,5, bei der bereits mit weitgehender Verdampfung des Teeres im Heiztopf zu rechnen ist, wurde der Aschegehalt des Abschlammes mit 0,005 nur wenig weniger als im Originalteer gefunden. Der Versuch muß wegen Verstopfung des Ofeneinganges durch Ascheabscheidung abgebrochen werden.

Bei einem neu an erfahrenen Versuch sollten die optimalen Bedingungen zur Ascheabscheidung hergestellt werden. Ergebnisse liegen noch nicht vor.

Nachdem bei vorübergehenden Versuchen aus über 330° getopptem Deubener Teer über Kat. 8376 bei 250 at, abgesehen von den Ascheschwierigkeiten, mit guter Leistung hervorragend benzinierbare Mittelöle bis 330° erhalten worden sind, wird bei dem neuen Versuch mit Rückführung über 350° auf Mittelöl mit Endpunkt 350° gefahren. In den ersten 8 Tagen (bis zur Unterbrechung des Versuches am 14.8.) wurde im Zweicofensystem bei Durchsatz 0,6 und 23-25 mV gestaffelter Temperatur ein hellgelbes Anfallprodukt vom Sp. 0,784 mit 63 % bis 360, 53% bis 350 und 76 bis 330° erhalten. Mittelölanilinpunkt: 69.

10.) Verarbeitung von Steinkohleabstreifer-Schweröl-Destillation über Kat. 8376 bei 600 at.

a) Der Dauerversuch in Ofen 327 wurde nach vorübergehendem Betrieb mit Steinkohleverflüssigungsmittelöl wieder auf Abstreifer-schweröl-Vakuumdestillat umgestellt und lief dann bei Durchsatz 0,6 weitere 6 Wochen bis zur 7090. Betriebsstunde bis auf eine schnell behobene Druckdifferenz in der Ausgangsleitung - störungsfrei. Die Spaltaktivität des Kontaktes blieb bis zur Unterbrechung des Versuches infolge Luftangriff am 14.8. praktisch unverändert. Es wurden im Mittel 91 % Mittelöl bis 360 und 66 % Mittelöl bis 330° im Anfall erhalten. Die Hydrieraktivität des durch Fahren mit Mittelöl regenerierten Kontaktes ließ etwas schneller nach als bei frischem Kontakt. Der Anilinpunkt des B-Mittelöls waren nach der Regenerationsperiode

nach Tagen	0	7	14	21	28	32	41
AP.	48	44	45	44	42	40	37

Da der Versuch nicht ordnungsgemäß abgestellt werden konnte, war der Kontakt beim Ausbau mit Schweröl durchtränkt und mußte mit Benzol aus dem Ofen gespült werden. Vorläufig war nur festzustellen, daß noch verhältnismäßig viele gut erhaltene Pillen vorhanden waren. Die nähere Untersuchung des ausgebauten Kontaktes wird nach Extraktion mit Benzol durchgeführt.

b) Der Versuch im 1,5 ltr.-Ofen gab bei Durchsatz 0,5 ohne Schwefelung des Produktes weitere 6 Wochen lang konstante Werte: 95 % bis 360°, 75 % bis 330° und Anilinpunkt 54 des Mittelöls. Vom dem Sammelprodukt sind bei dem Kriegerangriff am 14.8. 300 Liter verlorengegangen.

c) Ein neuer Versuch mit 85 % Druckdestillat aus Abstreifer-schweröl war 33 Tage bis zum 14.8. ohne wesentliche Störung in Betrieb. Bei 600 at, Durchsatz 0,6, 23,5 bis 24,5 mV. gestaffelter Temperatur enthielt der Anfall 93 % bis 360° und 67 % bis 330°. Der Anilinpunkt des Mittelöls ging von anfänglich 55 auf 53 zurück. Die Farbe des Produktes war infolge Ceronenabscheidung gelb. Der Kontaktausbau zeigte am Ofeneingang etwas Staub. Der Kontakt war gut erhalten, die Pillen waren größtenteils noch glänzend und fest wie bei neuem Kontakt.

11.) Aufhydrierung von Weichparaffin.

Von dem in Espenhain lagernden Weichparaffin ging uns nach Untersuchung durch Herrn Dr. Schiffmann (s.a. Bericht Nr. 226311 vom 20.6.) ein FCS (I.G.-Nr. 1) zu. Durch Versuch sollte die Vermutung bestätigt werden, daß das bei der hydrierenden Raffination anfallende Produkt als Ausgangsmaterial zur Schmierölherstellung und evtl. zur Paraffinoxidation brauchbar sei.

Da das Weichparaffin, P 1606, Espenhain an sich schon ein geringes spezifisches Gewicht (0,794) hat, war vorauszusehen, daß schon milde Hydrierbedingungen zur Herstellung eines weißen Produktes notwendig sein würden, wenn man eine übermäßige Spaltung zu Mittelöl verarbeiten will. Um 10 kg für die Schmieröl-Versuche geeignetes Ausgangsprodukt herzustellen, wurde vier Tage bei 250 at, 17,5 mV, Dr C, 8 gefahren. Es fiel ein rein weißes Produkt mit spez. Gewicht 0,770 an. Untersuchungsergebnisse aus Oppau liegen noch nicht vor.

Es wurde daraufhin die Temperatur noch weiter gesenkt und selbst bei 17,5 mV noch ein weißes Produkt erhalten. Allerdings hatte die Temperatursenkung kaum Einfluß auf das spezifische Gewicht. Erst bei 16,5 mV wurde das Anfallprodukt bräunlich, sodaß anzunehmen ist, daß eine Temperatur von 17,5 - 18,0 mV für die hydrierende Raffination des Weichparaffins Espenhain genügen müßte.

12.) Versuche zur Herstellung von Vaseline.

Im vorigen Berichtsabschnitt wurde Vaseline aus entasphaltierten rumänischen Erdöl-Rückständen durch hydrierende Raffination bei 600 at, 20,5 mV und Durchsatz 0,4 hergestellt. Wie bereits mitgeteilt, fielen die Untersuchungsergebnisse des Biolabors Oppau sehr günstig aus. Es sollte deshalb eine größere Menge Vaseline hergestellt werden, um diese von der dermatologischen und der Augenklinik der Universität Heidelberg auf deren spezielle Anforderungen, die dort an ein derartiges Produkt gestellt werden müssen, prüfen zu lassen. (s.a. Bericht Dr. Eisenhut Nr. 227331). Die bemängelte Lichtempfindlichkeit der Vaseline - Verfärbung des Produktes bis zu einem gelblich-bräunlichen Ton - wird von Dr. Eisenhut auf katalytische Wirkung noch anhaftender Schwefelverbindungen zurückgeführt. Es wird deshalb versucht, das Produkt sofort nach Austritt aus dem Ofen durch eine Natronlaugewäsche zu führen, um dadurch die letzten Spuren Schwefel herauszuholen. Die Versuche konnten bisher infolge äußerer Einflüsse nicht abgeschlossen werden.

13.) Entschwefelung von Kohle.

Es wurde erneut der Versuch unternommen, die bei früherer Gelegenheit bei 250 atm mit einem Tororid und Al-Silizid erzielten hervorragenden Entschwefelungsergebnisse bzw. Schwefelabgaben zu reproduzieren. Die Versuche wurden mit den 3 Isomeren Äthylol durchgeführt. Die Untersuchungsergebnisse liegen noch nicht vollständig vor.

14.) Co/H₂-Synthese.

Die Vergleichsversuche mit den mit und ohne hergestellten Kontakten und den Original-Kontakten aus Isolat, Iolkontakten aus Leuna mußten insb. technische Störungen vorbeugend eingestellt werden.

15.) Versuche in Drehkohlen.

In Zusammenhang mit der Verarbeitung von mitteldeutschen Braunkohlenteeren bei DMG-Bedingungen wurden einige Kontaktversuche zur Entschwefelung der Teere durchgeführt. Bei 50 bis 100 atm Höchstdruck und 375 bis 460°C wurden Kohlen aus Daubener Schmelze bzw. handelt. Die Kontakte wurden je 1/2 % Garconyleisen, Bayernmasse bzw. A 8375 zugeweiht. Die Entschwefelung ging in den günstigsten Fällen bis zu etwa 70 - 80 % die Bayernmasse war etwas vorteilhafter als Garconyleisen. Im günstigsten war 1. 8375 bis 15500 war bei dieser Behandlung noch keine merkliche Degradation eingetreten.

Versuche zur Entfernung des Arsens bei Brauer Teerprodukten ergaben, daß schon bei milden Bedingungen (ca. 320°C) und ohne jeden Zusatz von Kontakt oder Kohle eine gewisse Arsenabgabe erzielt werden kann. Das Arsen geht hierbei in den flüchtigen Rückstand, während das Öl praktisch arsenfrei erhalten wird. Ein Einfluß des Druckes auf die Entarsenierung konnte nicht festgestellt werden.

Vergleichsversuche mit Anreiböl von Pölitz und Destillatöl aus Pölitzer Abschläm gaben bei schlesischer Kohle Unterschiede im Kainkohleabbau, Asphalt und Spaltung. Das Destillat aus Abschläm gab geringeren Abbau, etwas besseren Asphalt und wenig günstigere Spaltung als das Anreiböl. Die Teere mit Destillatöl aus Abschläm waren etwa wie mit einem Abstreiferschwefel aus schlesischer Kohle.

Styrolrückstände bzw. ein Gemisch aus Styrolrückstand + Äthylbenzolrückstand ist als Anreiböl für Steinkohlehydrierung besonders hinsichtlich Spaltung und Vergasung deutlich günstiger als normales Anreiböl.

Die drei elektrisch beheizten 1 Ltr.-Bomben wurden angefahren und mit einer größeren Temperaturmeßgenauigkeit (Widerstandsthermometer) versehen. Es wurde eine Reihe systematischer Versuche mit russischem Rohöl bzw. Abstreiferaschweißl durchgeführt, um die Temperatur-, Druck- und Zeitabhängigkeit bei dieser neuen Apparatur zu studieren.

16.) Verzeichnis der Zusammenstellungen:

- | | | | |
|---------|---------------|---------|---|
| 14.7.44 | Ps, Rk, Trof. | 22 6661 | Verarbeitung von Steinkohleabstreifer-Schweißl über fest angeordneten Kontakt 8376 bei 600 at. Vergleich Vakuumdestillat, Druckdestillat. |
| 1.8.44 | Gth, St, Ps | 22 7281 | Zur Frage der Herstellung der Benzolproduktion von Endpunkt 150 auf Endpunkt 180°. |
| 7.8.44 | Ps, Gth. | 22 7291 | Kontaktproben Gelsenberg. |
| 12.8.44 | Gth. | 22 7491 | Die Druckabhängigkeit der bei der Hydrierung von Steinkohleerflüssigungsmittelöl über Kat. 8376 vor sich gehenden Reaktionen im Bereich 150 bis 250 at H ₂ . |
| 14.8.44 | Gth. | 22 7441 | Vorhydrierung und Benzolierung von Sumpfpunkten aus Janina-Kohle K 265. |
| 17.8.44 | Trof. | 22 7501 | Spaltende Verarbeitung von Zulkwitzer Teer P-1380 bei 250 at über Kat. 1376. |

000100

Bag 2071

Item 14

Low Temperature Hydrogena-
tion of Methanol Raffinate
from Böhlen Schwelzer in
Rotary Bomb

Sachverständigen - Bericht

HOCHDRUCKVERSUCHE
Lu 558

*f. Böhler 14
Schmelze
Rauh Pk*

1. Juni 1938 Gr/Fe

000101

Tieftemperaturhydrierung eines Methanolraffinats
aus Böhlerer Schmelze in der Drehbombe (P 1238)

Böhlerer Schmelze wurde durch Destillation im Vakuum -120° von seinen leichten Anteilen befreit (ca. 17-18%) und der Rückstand durch Behandeln mit derselben Gewichtsmenge Methanol bei $45-50^{\circ}$ in einen H_2 -reichen und H_2 -armen Anteil zerlegt ¹⁾. Aus 100 Teilen Rückstand 120° wurden etwa 2/3 Raffinat (H_2 -reich) und 1/3 Extrakt (H_2 -arm) erhalten. Im wasserstoffreichen Teil ist Paraffin, im H_2 -armen Teil Asphalt und Phenole stark angereichert. Der wasserstoffreiche Anteil, der ca. 55 % vom Originalteer ausmacht, wurde mit 5058 der T.E.-Hydrierung unterworfen.

Im Vergleich zu Böhlerer Teer wurden dabei folgende Daten erhalten:

Produkt	Methanol Raffinat		Originalteer	
	55 Temperatur M.V.	Umgerechnet auf 100 Tl. Originalteer	100 20	100 19
% Benzin	4,0	2,2	11,6	10
% Gasöl	43,0	23,7	60,0	57
% Hartparaffin	24,5	13,5	16,0	16,3
% Weichparaffin	9,7	5,3	4,3	6,6
% Schmieröl	18,7	10,3	7,8	15,3
V. I.	+30	+30	+32	+19
Stöckpunkt $^{\circ}C$	-1	-1	-3	-1

1) Von Dr. Kuntfort ausgeführt.

Lösungsmittel-Zerlegung von Braunkohlenschwelteer Böhlen
 (>120° Vak., 82,2 Gewichts-% vom Gesamtteer.)

Versuche mit Methanol.

Bedingungen:

100 Gewichtsteile Teer
 100 " " Methanol
 Temperatur 45-50°C.

	<u>Gesamtprodukt</u> Ru >120° i. Vak.	<u>Wasserstofffrei-</u> <u>cher Anteil (aus</u> <u>unterer Schicht)</u>	<u>Wasserstoffar-</u> <u>mer Anteil (aus</u> <u>oberer Schicht)</u>
Gewichts-%	100	66,8	33,2
spez. Gewicht/50°C	0,936	0,904	1,002
Asphaltgehalt	1,8(S) ?	1,0(S)	6,2(S)
Paraffingehalt	15,2	21,0	4,6
Stockpunkt °C	+36,4	+41,0	+28,6
<u>Siedekurve: 100 gr</u>			
Beginn °C	260	267	237
% - 250°	-	-	0,9
% - 275°	1,3	1,3	7,3
% - 300°	9,7	6,7	23,2
% - 325°	22,8	17,9	38,9
% - 350°	37,4	35,7	55,1
Rückstand	62,4	64,0	44,0
Verlust	0,2	0,3	0,2
<u>Elementar-</u> <u>Analyse:</u>			
% C	83,82	84,75	81,78
% H	10,62	11,42	8,88
% O	3,66	2,21	6,69
% N	0,53	0,48	0,68
% S	1,37	1,14	1,97
gr H/100 g C	12,67	13,47	10,86
H ₂ disp.	11,89	12,94	9,50

gez. Montfort

Produkt	Methanol-Raffinat		Original - Schwelteer		
	55	-	100	-	-
% v. Gesamtteer	-	19	-	20	19
Temperatur M.V.	-	200	-	200	-
Höchstdruck	-	-	-	-	-
<u>Anfall:</u>					
spez. Gewicht/50°	0,904	0,835	0,920	0,826	0,838
% Asphalt	1,0	-	1,14	-	-
<u>Zerlegung:</u>					
Benzin	0	3,7	0	11,6	7,9
Mittelöl	17,9	28,8	43,3	47,9	45,9
Schweröl	82,1	67,0	52,6	40,1	45,7
M. Öl: sp. Gew./20°	-	0,850	0,904/15°	0,848	0,854
Anilinpunkt °C	-	+52,5	+24 (entphen)	+42	+44
Phenole	-	1,0	17,9	-	-
Schweröl sp. Gew./50°	-	0,842	0,936	0,840	0,850
<u>Aufarbeitung auf Schmieröl:</u>					
% Vorlauf	-	14,1	-	12,0	-7,5
% Hartparaffin (+5°)	} 21,0	24,5	12,2	16,0	16,3
% Weichparaffin		9,7		4,3	6,6
% Schmieröl	-	18,7	-	7,8	15,3
<u>Eigenschaften des Schmieröls:</u>					
Farbe	-	blaugrün	-	blaugrün	blaugrün
spez. Gewicht/20°	-	0,920	-	0,920	0,928
Anilinpunkt °C	-	+74,5	-	+74	+68,5
Flammpunkt °C	-	ca. 200	-	ca. 215	ca. 200
Viskosität bei 38°	-	10,70	-	10,91	11,29
" " 50°	-	ca. 5,7	-	ca. 5,8	ca. 5,9
" " 99°	-	1,6	-	1,61	1,60
Viskositäts-Index	-	+30	-	+32	+19
Stockpunkt °C	-	-1	-	-3	-1
<u>Elementaranalyse</u>					
v. Einspritzprodukt					
C	84,75	-	83,3	-	-
H	11,42	-	10,7	-	-
O	2,21	-	3,6	-	-
N	0,48	-	0,6	-	-
S	1,14	-	1,7	-	-
H/100 g C	13,47	-	12,8	-	-
H disponibel	12,94	-	11,9	-	-
Versuchs-Nr. und Datum	-	BB 1/602 15.2.38	-	BB 1/462 23.10.36	BB 1/601 13.2.38

Zusammenfassung:

Bei der T.T.-Hydrierung gibt das wasserstoffreiche Methanolraffinat im Vergleich zum Böhleener Originalteer bei 1 MV tieferer Temperatur etwa 20 % mehr Schmieröl von gleichem Viskositäts-Index. Die Paraffinmenge ist etwa 10 % geringer als beim Gesamtteer, was darauf zurückzuführen ist, daß bei der Zerlegung mit Methanol etwas Paraffin in den Extrakt gelangt. Das aus dem Methanolraffinat anfallende Gasöl dürfte mindestens um 5 Octenzahlen besser liegen als das Gasöl aus dem Gesamtteer.

Der Vakuumverlauf, ca. 18 % vom Gesamtteer, könnte direkt über verdünnten Katalysator, und der wasserstoffarme Extrakt über die Sumpfphase auf Benzin verarbeitet werden.

gez. Graßl,
Simon.

000105

Bag 2071

Item 15

Hydrogenation of
Kropp Bituminous Tar at
600 Atmospheres

Hand - Desc.

HOCHDRUCKVERSUCHE
La 558

000106

11. Januar 1938 Mo/Si/Fe

1/207

15

→ y. Bonatti
Pucher
Witt
Rk Rk

Hydrierung von Steinkohlenurteer Krupp
bei 600 Atm.

Steinkohlenurteer aus Fettkohle der Firma Krupp, der im Juli 1937 zu Versuchen geliefert war, wurde bei 300 Atm. über Katalysator 5058 hydriert. Die Ergebnisse dieses Versuches sind in einem früheren Bericht (Dr. Simon vom 27. 9. 1937) enthalten. Der vorliegende Bericht gibt einen Vergleich dieser Versuche mit neuen Versuchen, bei denen bei 600 Atm. Druck ein Urteer gefahren wurde, den wir am 26. Oktober 1937 von Krupp erhielten.

Der bei den 600 Atm.-Versuchen verwendete Urteer hatte folgende Eigenschaften:

Gesamtteer:

spezifisches Gewicht	1,061/20°
H ₂ O	1,5 %
Festes	0,2 %
s - Asphalt	3,2 %
Asche im Ganzen	0,03 %
Paraffin	0,07 %
Siedekurve: Beginn	157° C
-200°	4,4 %
-250°	15,1 %
-300°	29,3 %
-325°	37 %
-350°	45 %

13/40

Benzin - 185° 6,3 %

spezifisches Gewicht	0,845
Anilinpunkt	-15°
Siedekurve: Beginn	121°
-150°	44°
-180°	92°
Endpunkt	198°

Mittelöl 185 - 325°

spezifisches Gewicht	0,982
Anilinpunkt (entph.)	-18°
Phenole	15,4°

~~1,087/14 12,03/14~~
~~1,770 1,141 0,0375~~

Elementaranalyse des Gesamtvers.

C 88,39 %	N 0,33 %
H 9,04 %	S 0,22 %
O 2,02 %	
gH/100 g C 10,22	
H ₂ disp. 9,85	

Rückstand 325°

spezifisches Gewicht	1,099/80°
----------------------	-----------

Elementaranalyse:

C 89,46 %	O 2,83 %	gH/100 g C	7,47
H 6,68 %	N 0,24 %	g H disp.	6,96
	S 0,79 %		

Vakuumk. 11 mm:

169 - 200°	11,3 %	spez. Gew.	1,053/20°	A.P.	-14
225°	28 %	"	1,068/40°	"	-20,5
275°	55 %	"	1,089/60°	"	-11
325°	78 %	"	1,103/100°	"	+1

Der Urteer wurde durch Filtration vom Festen befreit und im 250 cc Ofen über festangeordnetem Katalysator 5058 hydräert.

Die Bedingungen waren :

Druck 600 Atm.,

Temperatur 375° - 405° gestaffelt (20 - 22 M.V.)

S-Zusatz zuvor 3 %, dann 1 % CS_2

Durchsatz zuvor 0,5, dann 0,6 kg/Ltr.Kat. u. Std.

Der Verlauf des Versuchs ist aus dem anhängenden Kurvenblatt ersichtlich. Die genauen Ergebnisse zeigen die Tabellen 1 u. 2.

Der Teer konnte bei 600 Atm. 840 Stunden lang ohne Abklingen gefahren werden. Dabei fielen 9 % eines stark untersiedegerechten Benzins mit einer Oktanzahl 68 an und 61 % eines Dieselöles mit der Cetenzahl 46. Die Leistung an Benzin + Dieselöl betrug 0,33 - 0,35 kg/Ltr. Kat. und Stunde; die Vergasung auf Benzin + Dieselöl bezogen 2 - 3 %. Bei Zurücknahme des Schwefelzusatzes auf 1 % und Steigerung des Durchsatzes auf 0,6 änderten sich die Eigenschaften des Anfalls nicht wesentlich, die Cetenzahl war mit 41 etwas niedriger. Die Viskosität der Dieselöle war in beiden Fällen ausreichend ($1,22^{\circ}$ - $1,27^{\circ}E/20^{\circ}$), der Stockpunkt sehr gut ($> -50^{\circ}$).

Bei Vergleich mit den früheren Versuchen bei 300 Atm. muß berücksichtigt werden, daß der damalige Urteer etwas abweichende Eigenschaften von der neuen Sendung hatte, wie die Gegenüberstellung zeigt:

	Versuch bei 600 Atm	Versuch bei 300 Atm
<u>Gesamteer</u>		
spezifisches Gewicht	1,061	1,060
Wasser	1,5	1,2
Festes	0,2	0,3
s-Asphalt	3,2	5,4
Siedebeginn	157°	120°
% - 350°	44	50
<u>Mittelöl -325°</u>		
Phenole	15 %	27 %
Anilinpunkt entph.	-18	-5
<u>Elementaranalyse</u> <i>vers. Teer</i>		
C	88,39	86,6
H	9,04	7,77
N	0,33	0,44
S	0,22	0,52
O	2,02	4,62
H disp.	9,85	8,16

Bei 300 Atm. konnte nur bei 0,3 Durchsatz ein gutes Dieselöl erhalten werden. Bei Durchsatz 0,6 fiel kein ausreichend gutes Dieselöl an. (Anilinpunkt 10°, Cetenzahl 20). Bei Durchsatz 0,3 dagegen wurde ein Dieselöl erhalten, das sich von dem bei 600 Atm. gewonnenen Öl wenig unterscheidet (Cetenzahl 41 bei 300 Atm., 46 bei 600 Atm.) Die Vergasung betrug bei 300 Atm. 6 % gegenüber 2 % bei 600 Atm. Auch die Leistung war bei 600 Atm.

mit 0,34/Ltr. Kat. und Stunde besser als bei 300 Atm. (0,25).

Zusammenfassung:

Eine zweite Faßprobe Steinkohlenurteer der Firma Krupp (Oktober 1937) wurde bei 600 Atm. über Katalysator 5058 mit Durchsatz 0,5 - 0,6 kg/Ltr. Kat. und Stunde in einem Versuch von 840 Betriebsstunden mit konstanter Leistung von 0,33 - 0,35 kg / Ltr. Kat. und Stunde hydriert. Der Anfall bestand zu 7 - 9 % aus stark untersiedegerechtem Benzin mit Oktanzahl 68 - 69 und zu ~~nur~~ 50 - 60 % aus Dieselöl mit Cetenzahl max. 46, Viskosität $1,22^{\circ E/20^{\circ}}$, Stockpunkt unter -50° , Die Vergasung, bezogen auf Benzin + Dieselöl + Vergasung, betrug 2 % (gegen 6 % bei 300 Atm.). Bei 300 Atm. erhält man bei gleichem Durchsatz wie bei 600 Atm. ein Dieselöl mit ungenügender Cetenzahl (20). Um bei 300 Atm. ein ausreichend gutes Dieselöl zu erhalten, darf man nicht über 0,3 Durchsatz hinausgehen.

Gemeinsam mit den Herren
Dr. Berger,
Dr. Montfort.

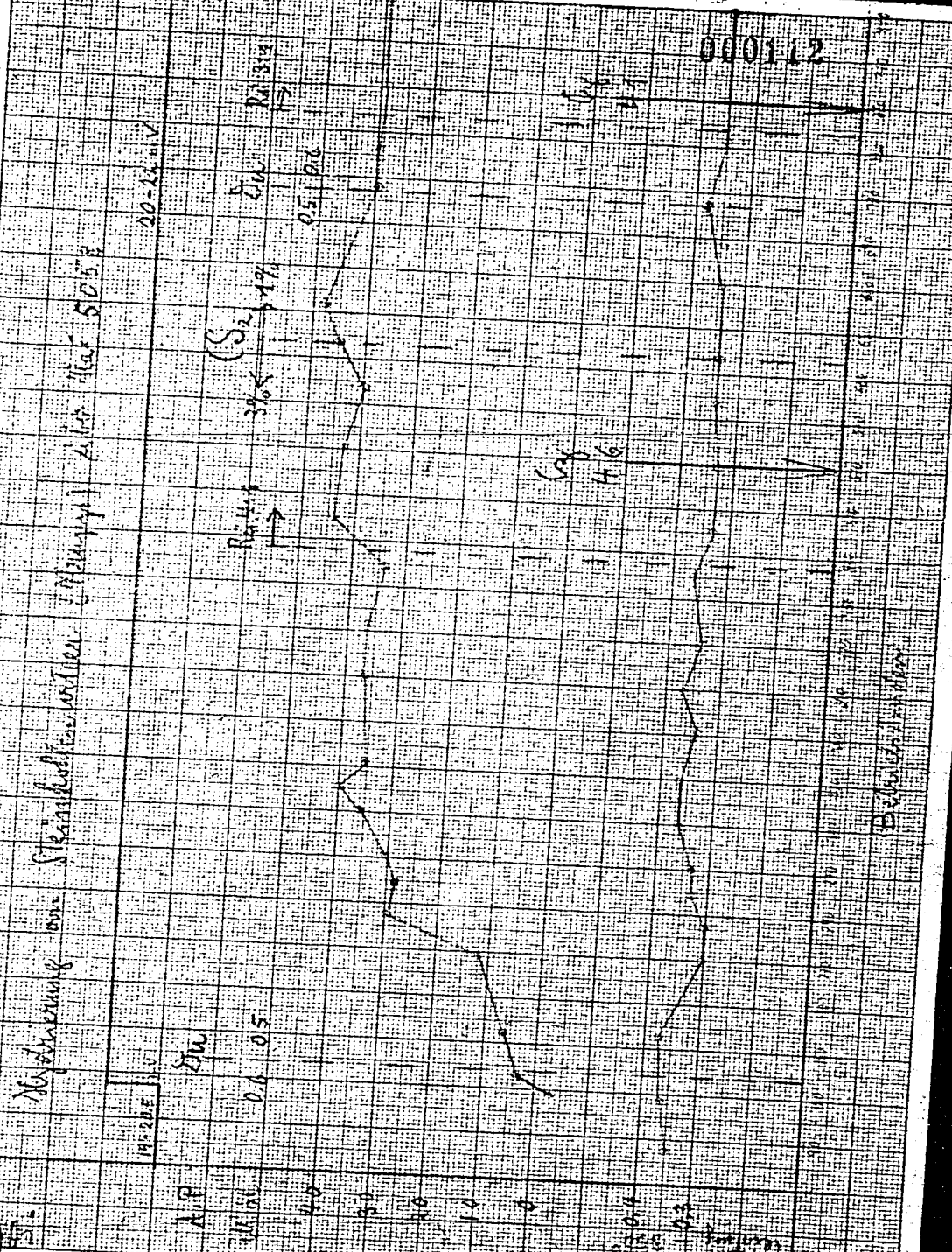
gez. Mohr,
" Simon.

Anlage: 1 Kurvenblatt
2 Tabellen.

Druck Atm. Temperatur °C	600 375-405° gestaff. 20-22 M.V.	600 375 - 405°	300 355-390 (19-20 M.V.)
S-Zusatz, bez. auf Einspritz-Produkt	3%	1%	3%
Durchsatz	0,5	0,6	0,3
Rückführung > 350°	4 : 1	3 : 1	(gerader Durchgang)
Leistung bis 350°	0,33	0,34	0,25
Vergasung	2%	2-3%	6%
spez. Gewicht Anfall	0,921	0,933	0,897
Benzin $\frac{\%}{-180^\circ}$ vom Anfall	9	7	17
Anilinpunkt/Spec. Gewicht	28/0,799	28/0,802	26/0,897
Siedebeginn	1000	1000	1000
% - 1000	1	1	1
% - 1500	78	77	95
Endpunkt	192°	190°	197°
Oktanzahl Research	68,0	69,3	71,5
Mittelöl $\frac{\%}{-180-350^\circ}$ vom Anfall	61	52	73
Anilinpunkt/Spec. Gewicht	43/0,907	39/0,916	40/0,908
Viskosität $\frac{cP}{20^\circ}$	1,22	1,27	1,35
Stockpunkt °C	>-50	>-50	-32
Siedebeginn °C	198	200	213
- 250°	33	31	30
- 325°	88	84	85
Endpunkt	360	360	360
Cetanzahl	46	41	41
Fractionen 200-230°	35°/0,870	30°/0,873	-
A.P./Spec. Gewicht	40°/0,893	34°/0,899	-
Gewicht 280-310°	46°/0,920	41°/0,927	-
<i>% langs. KW</i> Rückstand > 350°			
A.P./Spec. Gewicht	64°/0,949	63°/0,955	40°/0,962
s - Asphalt	0,2	0	0,2
Phenole im Anfall	0,5%	0,5%	1,5%
Ofen	327	327	18
Untersuchung am	29.11.37	9.12.37	3.-9.8.37
Betriebsstunden	540	760	
Ofen-Blatt	(1608)	(1608)	

Amper

000102



Abnahme von Standardabweichung (Messung) über 505

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein.

10.11.55 7-4-11.12.57 7.11.55 20.11.59

01.327

Druck - Derj.

HOCHDRUCKVERSUCHE
S1 Lu 558

000113

27. September 1937. Ob.

T-T-Hydrierung von Steinkohlenurteer Krupp.

f. Dornau
Re. P.
at. Vell.
Rh. P. K.

Wir erhielten von der Firma Krupp im Juli ds. Js. ca. 190 kg Steinkohlenurteer aus Fettkohle folgender Beschaffenheit:

<u>Gesamtteer:</u>	spez. Gewicht:	1,060/20°
	Wasser:	1,2 %
	Festes:	0,3 %
	s-Asphalt	5,4 %
	Siedekurve: Beginn:	120°
	- 200°	5,6 %
	- 250°	21,2 %
	- 300°	32,9 %
	- 325°	40,4 %
	- 350°	50,0 %

<u>Mittelöl -325°</u>	Phenole	27,2 %
	A.P. entphen.	-5,0°

<u>Rückstand >325°</u>	spez. Gewicht	1,095/100°
	s-Asphalt	17,7 %

Elementaranalyse v. Rückst. >350°
C: 88,79 %
H: 6,64 %
O: 3,41 %
N: 0,53 %
S: 0,63 %
H. Dip. 8,83

Elementaranalyse: (Gesamtprodukt)	C =	86,65	
	H =	7,77	
	N =	0,44	8,98 g H/100 g C
	S =	0,52	H. Dip. 2,25 8,16
	O =	4,62	

Der Urteer wurde durch Filtration vom Festen befreit und über Kontakt 5058 hydriert. Die Bedingungen waren:

Druck 300 atm
 Temperatur gestaffelt von 355-390° (19-21 MW)
 S-Zusatz 0,3 % CS₂ (bez. auf Einspritzprodukt)
 Durchsatz: 1 - 450 Betr. Stunden 0,3 kg/ltr Kat.u. Std.
 451 - 640 " " " 0,6 " "

M. 7/37

Die Versuchsergebnisse waren bei:

	<u>0,3 Durchsatz</u>	<u>0,6 Durchsatz</u>
<u>Anfall:</u>		
spez. Gewicht/15°	0,897	
% - 180°	17	0,944
% - 350°	90	6
Phenolgehalt		67
Leistung -350°	1,5 %	7,5 %
A.P. Mittelöl	0,25	0,38
	40°	10°
Vergasung auf Öl - 350° + Verg.	6 %	6 %

Aus der Periode mit 0,3 Durchsatz liegt eine genauere Produktuntersuchung vor:

Gesamtprodukt:

spez. Gewicht	0,897
Elementaranalyse:	
C =	87,22 %
H =	12,10 %
O =	0,59 %
N =	0,07 %
S =	0,028 %
g H/100C	13,87
H disp.	12,01 73,77

Benzin = 17% des Gesamt-Produktes

spez. Gewicht	0,803
Siedebeginn	95°
- 100°	2,5 %
Verg.	197° / 98,7 %

Zusammensetzung:

Paraffine	21,5 %
Naphtene	56 %
Aromaten	21 %
Ungesättigte	1,5 %
O.Z. (Res.)	71,5

Mittelöl: = 73 % des Gesamtproduktes

spez. Gewicht	0,908/15°
A.P.	40°
Cetanzahl	41
Viskosität	1,35°E/20°
Stockpunkt	- 32°

Siedekurve: Beginn 213°

-225°	5,5 %
-250°	30,0 %
-300°	70 %
-325°	85 %

Endpunkt 360°/98,7 %

Rückstand 350° = 10 % des Gesamtproduktes

spez. Gewicht 0,962/40°

n-Asphalt 0,2 %

37,78 % C
 11,72 % H
 0,92 % O
 0,05 % N
 0,287 % S

Zusammenfassung:

12,72 34/100 g C
 12,57 4 diso

Steinkohlenurteer aus Fettkohle der Firma Krupp wurde bei 300 atm über Kontakt 5058 mit Durchsatz 0,3 kg/ltr Kat. und Std. hydriert. Dabei bestand der Anfall zu 17% aus stark unter-siedegerechten, aromatenreichem Benzin mit O.Z. 71,5 und zu 73 % aus Dieselöl mit Cetenzahl 41, Viskosität 1,35°E/20°, Stockpunkt - 32°. Phenole und Asphalt waren fast vollständig verschwunden. Die Vergasung auf Benzin + Dieselöl bezogen betrug 26 %. Bei Durchsatz 0,6 konnte ebenfalls ohne Abklingen gefahren werden. Es wurde dabei jedoch kein ausreichend gutes Dieselöl mehr erhalten.

gez. Simon
 Berger
 Montfort

000116

Bag 2071

Item 16

Tar samples from
Schwel Plant at Hirschfelde

Hochdruck - Vers

o s c h r i f t / E.

Hochdruckversuche
Lu. 558

000117

16

J. Annatog
Klein

Aktiengesellschaft Sächsische Werke
A S W Hauptverwaltung Dresden

Dresden, den 3.5.1937
A 24,
Bismarckplatz 2

Unsere Zeichen: Dr. J/Fk.
BC 5369.

An die I.G. Farbenindustrie A.G.
Ludwigshafen a. Rhein.

Ihre Zeichen: Hochdruckversuche Hg/Lu. 558, Ihre Nachr. v. 28.4.37.
Betrifft: Schwelanlage Hirschfelde, Untersuchung von Teerproben.

Auf Ihr Schreiben vom 28.4.37 teilen wir Ihnen folgendes mit:
Weder in der Borsig-Versuchsanlage in Edderitz noch in der Lurgi-Versuchsanlage in Hedderheim ist es möglich, das Leichtöl (Gasbenzin) zu gewinnen. Es kann lediglich die gewinnbare Menge analytisch festgestellt werden. Beim Rheinmetall-Borsig-Verfahren ist die gewinnbare Menge an Gasbenzin verhältnismässig gering und nur mit etwa 3%, bezogen auf den Gesamtteer, anzusetzen. Nur diese Menge Gasbenzin fehlt bei der Ihnen zugegangenen Probe von 100 kg Hirschfelder Teer.

Im Gegensatz hierzu macht das Leichtöl (Gasbenzin) beim Lurgi-Verfahren über 10% aus, wobei unter Gasbenzin von uns nur diejenigen Benzine gemeint sind, die nach Abscheidung des Mittelöles noch im Gas enthalten sind und die durch besondere Ölwäsche aus dem Gas ausgewaschen werden. Gewisse Benzinmengen (bis 180°C siedend) sind bereits in den Mittelölen enthalten.

Eine alle Fraktionen enthaltende Probe von Hirschfelder Lurig-Teer können wir Ihnen leider nicht schicken, da einmal die Gasbenzinfraction, wie erwähnt, nicht zu gewinnen war, andererseits aber auch der mit etwa 5% anfallende Vorkühlerteer (1. Fraktion) nicht mehr verfügbar ist. Wir können Ihnen daher nur eine anteilige Mischung von EGR-Teer (ca. 50%) und Mittelöl (ca. 35%) zur Verfügung stellen, falls Ihnen hiermit gedient ist.

Heil Hitler!
Aktiengesellschaft Sächsische Werke
gez. Unterschriften.

Nr. 38497

000118

Bag 2071

Item 17

H₂-Partial Pressure in
T-T Hydrogenation of
Brown Coal Tar with Gas
Recirculation

Hochdruck - Dem.

1/2071

17

000119

f. Boveri

an die

Ammoniakwerk Merseburg G.m.b.H.
zu Händen d.Hr.S.Hochschwander,

Leuna Werke

Krs.Merseburg.

Hochdruckversuche
2/Lu 558

18. März 1937. Wch.

Bezugnehmend auf die Besprechung am 9. ds. Mts. in Ludwigshafen haben wir (vgl. Anlage) das ungefähre H_2 -Partialdruck bei der Tieftemperatur-Hydrierung von Schwefel berechnet und geprüft, wie ein Wasserstoffteildruck von 250 Atm. erhalten werden kann. Weiterhin wurden überschlägig die Kosten für die Einstellung von 250 Atm. H_2 -Teildruck geschätzt.

Sie bitten Sie, das Ergebnis zu prüfen und uns bei Gelegenheit mitzuteilen, ob die gemachten Voraussetzungen für die projektierte Anlage zutreffen.-

I. G. FARBEKINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT.

Anlage.

f. J. B. Boveri

A. W. B. W.

15. März 1937. Ob.

F. Donath

He - Partialdruck bei der T T - Hydrierung
von Braunkohlenteer mit Gaskreislauf.

Zusammenfassung:

Bei der T T-Hydrierung von Braunkohlenschwelteer ist bei 300 atm Gesamtdruck bei 97,1 % H₂ im Frischgas (ferner 1,1 % H₂, 0,3 % CO, 1,5 % CH₄) entweder eine Kreislaufgaswäsche erforderlich oder es muß ein kleiner Teil des Kreislaufgases (ca 3%) entspannt werden, um am Abstreifer-Ausgang 250 atm H₂ Teildruck zu halten. Eine überschlägige Rechnung zeigt, daß die Kreislaufgaswäsche (z.B. durch Hickpumpen vom entspannten Abstreifer) um ca 0,35 Mk/Tonne Teer billiger ist.

Ohne jede Wäsche oder Entspannung kann man mit einem Frischgas von 98,5 % H₂ (0,5 % H₂, 1% CH₄) arbeiten. Dieses Gas darf um 0,55 Mk/t Teer $\frac{55}{455}$ = etwa 0,10 Pf/obm Frischgas teurer sein als das 97,1 %-ige ohne daß Mehrkosten gegenüber dem Fahren mit 97,1 %-igem Gas und Ölwäsche entstehen.

Grundlagen:

1 000 kg Teer mit 5058 hydriert geben
950 kg Abstreifer Spez.Gew, 0,820 = 1,16 cbm Abstr.
H₂ - Verbrauch chemisch 420 cbm
(incl.Lösung ca 440 cbm)
Frischgas 98,5 % H₂ ; 0,5 % CH₄ 1 %
97,1 % H₂ ; 1,1 % H₂ ; 0,3 % Co (Eibt) 1,5 % CH₄
-Verbrauch (incl.Lösung) ca 455 cbm.
Vergasung 0,5 % = 5 kg CH₄ = 8 cbm CH₄/t Teer.
H₂S - Bildung : 1,5 %/ Teer = 15 kg = 10,5 cbm H₂S

M 2899

Löslichkeiten: (ltr/ltr atm)

H ₂	0,086
N ₂	0,12
CH ₄	0,34
H ₂ S	2,8

Anfallende Gase:

Aus Frischgas:

" Teer:

Gesamt:

2,3	4,5	
5 cbm H ₂	8 cbm CH ₄	
-	8 " "	10,5 cbm H ₂ S
2,3	12,5	
5 cbm H ₂	16 cbm CH ₄	10,5 cbm "

Berechnung:

		Löslich ltr/ltr atm.	Zur Lösung in 1,16 cbm Ab- streifer er- forderl. Par- tialdruck.	Ebenso, aber Umpumpen von 50 % des Ab- streifers = 1,74 cbm Abstreifer.
H ₂	2,3 5 cbm	0,12	36	16
CH ₄	12,5 16 "	0,34	41	32
H ₂ S	10,5 10,5 "	2,8	3	3
Gesamt			80	51
H ₂ - Partialdruck bei 300 atm Ge- samt-Druck			220	249
				247

Beim Fahren ohne Waschung stellt sich bei 300 atm Gesamtdruck mit einem Frischgas von 97,1 % H₂ ein H₂ - Partialdruck am Abstreifer-Ausgang von 220 atm ein. Wird die Hälfte des anfallenden Abstreiferprodukts (0,58 cbm/t Teer) nach Entspannung zur Gaswaschung z. B. in den Kühler wieder zurückgedrückt, so stellt sich ein ausreichender H₂ - Partialdruck von 247 atm ein. Im Zurückgepumpten Abstreifer lösen sich 12,5 cbm H₂ (= 13 cbm Frischgas)

Erhöht man die Reinheit des Frischgases auf 98,5 % H₂ (0,5 % N₂, 1,5 % CH₄) so wird durch die Lösung der Verunreinigungen im Abstreiferprodukt allein ein H₂ - Partialdruck von 249 atm gehalten.

Bei 97,1 % H₂ im Frischgas kann man ohne Kreislaufgaswaschung 250 atm H₂ - Partialdruck auch dadurch erhalten, daß man je Tonne Teer 55 cbm Kreislaufgas (mit 83 % H₂ = 46 cbm H₂ = 47 cbm Frischgas) *entspannt*.

Es stehen sich also bei 97,1 % - igem Frischgas folgende zwei Fälle gegenüber:

	I Kreislaufgasreinigung: Wäsche mit Abstreifer- Produkt		II Entspannung von Kreislaufgas
Je t Teer Mehrverzehr			
Rückpumpen v. Abstr.-Produkt		0,58 cbm	-
Verlust an Frischgas		13 "	-
Energieverbrauch:	<u>ohne</u>	<u>mit</u>	47 cbm
	Entspannungsmaschine		
	4 kWh	10 kWh	
Kosten bei 1,5 Pfg./kWh	6 Pfg.	15 Pfg.	
Kosten f. H ₂ à 2 Pfg./cbm (Spitze)	26 "	26 "	94 Pfg.
Anlagekosten:			
für 400 000 t Teer/Jahr		200 000 Mk.	
(= 25,3 t Teer bzw. 15 cbm Waschl./Std.)		4 Mk/Std	
Entspannungsmaschine			
Pumpen etc. rob. gesch.			
12,9 % Amortisation			
Bedienung 1 Mann		1,5 "	
je Schicht	(incl. Zuschl.)	5,5 Mk/Std.	
Für 1 t Teer Mehrkosten Löhne u. Amort.		22 Pfg.	
Gesamte Mehrkosten Mk/t Teer	0,54 -	0,63	0,94
Mehrkosten II gegen I	-	-	0,31 - 0,40

gez. Donath

12.3.57

T T 11 f. 14 Teel

Abstr. Ringans	Ringans		Open Ringans	Open Ringans	Open Ringans	Open Ringans	Open Ringans
	Abstr.	Ringans					
H2	1666	1667	83,3	250	250	248	218
N2	146	177	7,3	192	192	216	189
enx	174	192	8,7	292	292	272	298
H2S	1114	0,7	0,7	2	2	32	39
	2000	100		300	300	300	100
				2450	2450	2048	2048

In 1,16 by	Abstr.		Ringans	Open Ringans	Open Ringans	Open Ringans	Open Ringans
	Abstr.	Ringans					
008 H2	246	257	16,6	79,4	79,4	70,8	70,8
012 N2	26	3,0	1,4	75,3	75,3	7,1	7,1
034 enx	118	40,8	17,5	5,5	5,5	6,4	6,4
08 H2S	10	7,10	13,2	17,2	17,2	17,1	17,1
	492	199	7,8	10,5	10,5	10,8	10,8

000123

Bag 2071

000124

Item 18

TTH Products from

Böhlen Tar

12. März 1937/0

1/2071

18

f. Donath
H. K. K. K. K.
Becher B

Untersuchung von TTH-Produkten aus
Böhlener Teer, die für Entparaffinierungs-
versuche der Kellog vorgesehen
sind.

Es wurden zwei Proben aus dem 100 Liter-Ofen der Klein-
apparatur Lu und eine aus der Kammer 2 Leuna untersucht.

Anlage 1 enthält die Einzelheiten über die Zerlegung
der Produkte in Paraffin, Schmierölvorlauf und Schmieröl.

Anlage 2 enthält die Vakuumkurve des Schmierölvorlaufs
und des Schmieröls, dazu die Viskositäten der Fraktionen und die
V.-I.-Werte der durch stufenweises Toppen des Gesamtschmieröls
hergestellten Öle mit höherer Viskosität.

Untersuchungsergebnis :

Auf TTH-Abstreiferschweröl bezogen enthalten die drei
Produkte die gleiche Menge Gesamt-Rohparaffin (46-47 %) .

Der V.I. der einen Probe ist etwa 70, während er bei den
beiden anderen Proben bei etwa 40 liegt. Mit steigender Visko-
sität erhöht sich der V.I. bei der erstgenannten Probe auf ca. 80,
bei der zweiten bleibt er unverändert, während er bei der dritten
um 5-10 Einheiten sinkt. Die VI-Änderung mit steigender Visko-
sität ist also in allen Fällen gering.

gez: Schiffmann
Christmann

M. 2. 1937

Produkt	Anfall v. Ofen 703 13.10.36 bc		Anfall v. Ofen 703 17.10.-2.11.36		Rückstand > 3250 Ka 2 Leuna, Kessel wagen 529244
spez. Gew. /50°	0,816		0,830		-
Schweröl	38,9 %		43,1 %		100 %
davon spez. Gew. b. 50°	0,824		0,834		0,840
Entparaffiniert mit Butylalko- holbenzin					
		auf Schwer öl bezogen		a. Schwer öl bezogen	
Rohparaffin b. +5°	14 %	36%	14,1%	32,8%	35 %
Schmelzpunkt	54°		53,5°		53°
Rohparaff. b. -20°	4,2 %	10,8%	5,8 %	13,4%	12 %
Schmelzpunkt	35,5°		34°		35°
Schmierölver- lauf	14,1 %	36,2%	11,8 %	27,4 %	23,9 %
Schmieröl	6,6 %	17,0 %	11,4 %	26,4 %	29,1 %
spez. Gewicht	0,885		0,901		
A.P.	102,5°		91°		0,903
Visk. b. 38°C	9,20°E		9,88° E		88,5°
" " 50 "	5,2 "		5,5 "		9,99°E
" " 99 "	1,61 "		1,59 "		5,5 "
V.-I.	+ 67		+ 43		1,59 "
Stockpunkt	-9°		-8°		+ 41
Flammpunkt ca.	220°		200°		-3°
					200°

Produkt : Anfall v. Ofen 703 13.10.36 bc Anfall v. Ofen 703 17.X.-2.11.36 Rückstand > 325°, K2 Leuna, Kesselwagen 529244

Untersuchung des Vorlaufs :

Visk. b. 20°C 3,80°E
 Stockpunkt -6°
 Vakuum-Destillation (b. 12 mm Hg) - - - 2,70°E -2°

		Viskos. b. 20°C		Viskos. b. 20°C
-180°C	-	- °E		
-200	27 %	2,17 "	23,8 %	1,59° E
-220	27,6 "	3,09 "	26,8 "	2,20 "
-240	26,7 "	5,72 "	24,8 "	3,28 "
-260	15,0 "	10,67 "	14,7 "	5,66 "
Rückstand	3,4 "	-	-	-
			9,2 "	-

Zerlegung des Schmieröls :

Vak.-Destillation (b. 12 mm Hg)

Frakt.	Temp.	%	Visk. b. 50°C	%	Visk. b. 50°C	%	Visk. b. 50°C
I	-240°C	-	- °E	-	- °E	9,8 %	ca. 2,30°E
II	-260 "	15,3 %	ca. 3,3 "	18,7 "	ca. 2,6 "	20,2 "	3,0 "
III	-280 "	43,7 "	4,2 "	34,3 "	3,9 "	37,0 "	5,0 "
IV	-300 "	26,6 "	6,3 "	28,9 "	7,3 "	17,0 "	12,0 "
V	-320 "	12,0 "	7,5 "	12,3 "	14,8 "	9,5 "	17,8 "
VI	Rückst.	2,1 "	-	5,8 "	-	6,6 "	-

Fraktion I-VI incl.	Visk. bei 38° 50 99 V.I.				Visk. bei 38 50 99 V.I.				Visk. bei 38 50 99 V.I.				
II-VI	9,2	5,2	1,61	+67	9,88	5,5	1,59	+43	9,99	5,5	1,59	+41	
III-VI	10,4	5,8	1,87	+72	12,99	6,7	1,70	+43	11,86	6,0	1,64	+31	
IV-VI	13,2	7,0	1,79	+72	21,26	10,8	1,97	+41	18,43	9,0	1,85	+34	
V-VI	15,3	8,0	1,91	+81	40,49	19,0	2,49	+40	37,05	17,8	2,37	+38	

000128

Bag 2071

Item 19

Propane and Dichloroethane
De-paraffination

8. März 1937/0

1/2071
19

Vergleich der Entparaffinierung von
Rückstand > 325° mit Propan gegenüber
Dichloräthan in einer Stufe.

f. J. J. J.

Da bei uns in Lu z.Zt. noch keine Resultate vorliegen für die Entfernung von Hartparaffin und Weichparaffin in getrennten Stufen, dagegen eine Reihe von Versuchen zur Entfernung des gesamten Paraffins in einer einzigen Stufe, und da andererseits auch ein Versuch zur Entfernung des Gesamtparaffins mit Hilfe von Dichloräthan in dem Versuchsbericht von Herrn Dr. Werner v. 1.3.37 beschrieben ist, kann augenblicklich nur ein Vergleich dieser beiden Methoden ein Bild geben, ob das eine oder andere Verfahren günstiger zu beurteilen ist.

a) Versuche mit Dichloräthan (Dr. Werner)

Bei den Versuchen mit Dichloräthan wurde das Rückstandsöl im Verhältnis 1:5 Vol. Teilen Dichloräthan = 1 : 63, Gew. Teilen verdünnt, diese Lösung von + 45° auf -20° abgekühlt (Kühlgeschwindigkeit ist nicht angegeben), dann das Ganze bei -18° durch Filterpressen mit langsam ansteigendem Druck (Enddruck ca. 6,9 atm) filtriert. Zum Schluss wurde 15 Minuten mit 20 l Dichloräthan = ca. 75% auf das erhaltene Paraffin bezogen) gewaschen, dann 15 Minuten mit Druckluft geblasen.

Die gesamte Filtrierzeit incl. Waschen u. Aufheizzeit betrug für 638 l Lösung = 106 Liter Öl-Rückstand = ca. 90 kg Rückstandsöl 7 Stunden 45 Minuten, was bei der angewandten Filteroberfläche von 7,25 m² eine Filtrierleistung von 1,72 kg Öl Rückstand pro Stunde und m² Filteroberfläche ergibt.

Der Stockpunkt des Filteröls war gut -10,5° C. Das Paraffin hatte Schmelzpunkt 51,2° C und einen Ölgehalt von 11,44 %. Die Filtrierleistung ist jedoch ausserordentlich gering.

b) Versuche mit Propan

Unsere vorläufig nur im Kleinen mit einem drehbaren Filterapparat unternommenen Versuche wurden wie folgt durchgeführt :

600 g Rückstandsöl wurden im allgemeinen mit der 9 bis 12fachen Vol.-Menge flüss. Propan zunächst auf 40-45° erwärmt und unter Rühren in Lösung gebracht. Dann wurde durch Entspannen von Propan und unter dauerndem Ersatz des verdampften Propan durch Frischpropan die Temperatur allmählich gleichmässig gesenkt, wobei eine Kühlgeschwindigkeit von 0,8° bis 1,4° pro Minute eingehalten wurde. Der Druck war schliesslich auf 0,2 bis 0,1 atü gefallen, was einer Temperatur von -40 bis -41°C entspricht. Es muss dafür Sorge getragen werden, dass zum Schluss des Versuchs der genannte Apparat die gleiche Temperatur angenommen hat, damit beim Drehen des Apparats, d.h. also beim Filtrieren keine Erwärmung eintreten kann. Es werden nur dann klare Filtrate erhalten, wenn der Filterdruck kleiner ist als 0,2 atü.

Nach dem Filtrieren wurde der Filtrierückstand bei der gleichen Temperatur mit Frischpropan (500 g) gewaschen, um möglichst alles Öl vom Paraffin wegzulösen.

Bei verschiedenen Versuchen wurden hintereinander Leistungen erzielt, die zwischen 120 kg u. 150 kg pro m²/h Filteroberfläche schwanken, d.h. also sehr hohe Filtrierleistungen. Das Öl hatte einen Stockpunkt von -2,5 bis -7,5°C. Paraffin hatte einen Schmelzpunkt von 48,5-51,5°C mit einem Ölgehalt von 10-16 %.

Der relativ hohe Ölgehalt im Paraffin ist dadurch zu erklären, dass die Schichtdicke des Paraffinkuchens auf dem Filter in der angewendeten Klein-Apparatur ca. 15 cm beträgt. Das völlige Auswaschen eines so hohen Filterkuchens gelingt bekanntermassen nur mit sehr grosser Menge an Waschmittel (Propan). Da grösstechnisch ein Drehfilter verwendet wird, bei dem man durch entsprechende Umlaufgeschwindigkeit die Schichtdicke so gering einstellen kann, dass durch ^{das} Waschung Öl weit besser entfernt werden kann, ist zu erwarten, dass das Paraffin, das die techn. Anlage erzeugt, höheren Erstarrungspunkt und weniger Öl aufweist.

Vergleich Dichlor-Verfahren/Propan-Verfahren.

	Bericht Dr. Werner v. 1.3.37	Eigene Versuche
Verdünnungsverhältnis		
Vol.	5:1	9 bis 12
Gew.	6:1	4,5 bis 6
Kühlgeschwindigkeit	?	0,8/1.4°C /Minute
Filtriertemperatur	-18- -20° C	-40° C
Filtrierleistung auf m ² Oberfläche /h	1,72 kg RU pro m ² /h	120 - 150 kg
% Paraffin	ca. 40 (theor. ⁴¹⁻⁴² 42)	ca. 46 (theor. 41-42)
% Öl	60	55
Schmelzpunkt Paraffin	+ 51,2	+ 50 bis 51,5
Stockpunkt Öl	- 10,5	- 2 bis -7,5
Öl im Paraffin	11,4 %	10 - 16 %
Paraffin i. Öl	2,2 %	-

Die noch etwas schwankenden Werte der herauskommenden Produkte beim Propan-Verfahren hängen von den nie ganz gleichen Versuchsbedingungen ab. Bei Verbesserung u. Vervollkommenung des Filtrierapparates ist zu erwarten, dass auch in dem kleinen Kippfilterapparat mindestens dieselben Werte, wahrscheinlich sogar bessere zu erzielen sind als beim Dichloräthan-Verfahren.

Weiterhin ist zu erwarten, dass bei einem Verdünnungsverhältnis 8:1 = 4 Gew. Teile : 1 die völlige Entparaffinierung in einem einzigen Arbeitsgang mit der gleich hohen Filtrierleistung gelingen wird.

Da die Leistung beim Propan-Verfahren bei gewichtsmässig gleicher Verdünnung gegenüber dem Dichloräthan-Verfahren etwa 65 bis 85mal grösser ist, wenn in beiden Fällen in einer Stufe gearbeitet wird, glauben wir mit Bestimmtheit, dass ähnliche Verhältnisse auch beim Arbeiten in 2 Stufen, wobei in Summe mit geringerer Verdünnung gearbeitet werden kann, zu erwarten sind.

Die hierzu notwendigen 2 Stufen-Versuche werden anschliessend an unsere Einstufen-Versuche durchgeführt, sobald hier eindeutig geklärt ist, mit welchem geringsten Verdünnungsverhältnis noch brauchbare Resultate herauskommen.

Diese Versuche dienen gleichzeitig als Unterlagen für die Arbeitsweise, die wir in Lu mit dem techn. Filter (Drehfilter) durchführen werden, sobald die Anlage fertiggestellt ist.

Wir möchten nun vorschlagen, dass Leuna einen aliquoten Teil unserer hiesigen halbtechn. Anlage (ca. 1 t Rückstand/Tag) nach dem Dichlor-Verfahren verarbeitet, sodass beide Verfahren in der gleichen Grösse verglichen werden können. Für diese Grösse (ca. 1 t/Tag) wird sich auch in Leuna eine Destillation aus der Kleinapparatur freimachen lassen (evtl. bei Herrn Dr. Kaufmann), während für den Gesamtanfall der Kammer II = 50 t tato Rückstand eine Destillation wohl kaum frei zu machen ist.

Sollte von anderer Seite auf der Verarbeitung des Gesamtanfalls bestanden werden, so halten wir nach dem günstigen Stand unserer Kleinversuche die Errichtung einer Propananlage in Leuna für richtig.

Vergleich der Filter-Leistungen beim n-Paraffinieren mit Propan in einer Stufe im Filterkippparat (Filteroberfläche $1/40 \text{ m}^2$) gegenüber dem Dichloräthan Ein- und Zweistufen Filtrier-Verfahren bzw. 1. Stufe Filtrier, zweite Stufe Schlenkerverfahren.

Ein scharfer Vergleich kann aus dem Bericht von Herrn Dr. Werner vom 1.3.37 nur bei dem jeweiligen Einstufen-Verfahren gezogen werden.

Bei den 2 anderen Dichloräthan Stufen-Verfahren ist die ^{Verfahren} ~~Er-~~ ^{leistung} ~~re-~~ ^{leistung} der Filtrierleistung nur z. Teil möglich, da keine Angaben über die Gesamtfilteroberfläche gegeben sind.

Die Leistung beim Schlenkern beträgt $110 \text{ l/h} = \text{ca. } 25 \text{ kg}$ Rückstand, ist also etwa die gleiche wie die bei der halbtechnischen Propanentparaffinierung vorgesehene Leistung.

(Tabelle s. S. 5)

Tabello

	Einstufige Entparaffinierung Propan-Verfahren		Zweistufige Entparaffinierung Filterpressen-Verfahren Dichloräthan		Filterpressen-Verfahren Dichloräthan		Schlender an de Lave	
Verd. Verhältnis	5:1 Gew.	8:1 Gew.	2:1 Vol = 3:1 Gew.	5:1 Vol = 4,3:1 Gew.	2:1	3:1		
Kühlgeschwindigkeit Ölzeiten	10/Min	1/40m	?	?	?	?		
Filteroberfl.	1/40 m ²	7,25 m ²	?	?	?	?		
Filtertemp.	-40°C	-18°C	?	?	?	?	0,13°/Min.	
Durchsatz	0,53 kg	0,42 kg	638 l = 106 l Öl Ölverbrauch	1310 l = 435 l Öl Ölverbrauch	+ 10°	- 22		
Filterzeit	6 Min.	6 Min.	7 Std. 15 Min.	15 Std. 45 Min.	1115 l = 315 kg	110 l/h = 24 kg/h		
Auswaschzeit	3 "	2,15 "	15 "	15 "	10 Std. 15 Min.			
Ausblassezeit	9 "	8,15 "	15 "	15 "	15 "			
Ges. Filterdauer	140 kg	124 kg	14 Std.	10 Std. 25 Min.	10 Std. 45 "			
Leistung m ² /h	0,26 kg	0,235	1,72 kg	5,8 kg	4,2			
Oberfläche	0,28 kg	0,193	75 kg ?	280 l = ca. 250 kg	208 kg	8,7% 5,1 "		
Anfall: entparaff. Öl Paraffin			39,8	188	97	13,8		
Untersuchung:	-500	-200		360	305			
Stackp. d. Öl	?	?	+ 16,5°C	+ 13,5°C	+ 160°	-14		
Paraffingeh.			17,7 %	1,35%	15,7%	0,79%	geht in 2to Schl	
Erstarr. Punkt Paraffin	+49,5°C	+50,6	+ 55,4	+ 42,6	55,3	+ 26		
Ölgehalt % Öl	25%	54	5,4%	21%	5,4%	63		
% Paraffin	54	46	70	72% = 50% v. Ausg.	69	37		
			30% v. Ausg.	25 = 47,5) Gang	31			

End - Aufteilung

beim 2stufigen Dichlor-
Äthan Filtrier-Verfahren
gemäss Bericht Dr. Werner

Ein :		380 kg	
Paraffin I :	108 kg	Erst.P.	+ 55,4
II :	60 kg		+ 42,6
	170 kg	= 50 %	} vom Rückstand → 320°
Öl II :	172 kg	= 50 %	
	342 kg		
Verlust :	40 kg		

Stockpunkt -135° C .

*gez: Wischke
Fischer*

000135

Bag 2071

Item 20

Hydrogenation of Brown-
Coal Schwel Tar from Böhlen

Hydrat. Verf.

Hochdruckversuche
Lu 558/K1

000136

1. März 1937/0

Hydrisierung von Braunkohlenschwefel Böhlen
zu Schmieröl.

2. Teil (Schluss) 1)

Der Versuch wurde zunächst mit dem vorhydrierten Anfall vom 100 Liter-Ofen mit Durchsatz 1,0 fortgesetzt; da der Kontakt dabei aber zu stark hydrierte und spaltete, wurde wieder auf Durchsatz 1,5 vorgefahren.

Der Kontakt hatte nun insgesamt 1230 Betriebsstunden = 50 Tage in Stufe II gearbeitet, wobei der Durchsatz von 1,0 auf 1,5 und die Temperatur von 18,1 auf 19,3 mV gesteigert wurde, um die Schmierölqualität unverändert zu erhalten.

Nachdem wieder einmal (zum 4. mal) der Ofen wegen Druckdifferenz (durch abgesetzte Asche) entschlammt worden war, wurde er mit nicht vorhydriertem Teer P 1238 ohne Zusatz von CS_2 wieder angefahren. Als nach 8 Tagen wieder eine starke Druckdifferenz kam, wurde der Ofen abgestellt. Der Kontakt war beim Ausbau in sehr gutem Zustand, enthielt nur nahe dem Eingang viel Asche (Fe, Zn). Er wurde nach Absieben der Asche wieder eingebaut; 6,5 % waren als zerbrochene Pillen und etwas Staub verloren gegangen und wurden durch frischen Kontakt (am Ende des Ofens) ersetzt.

Der Ofen wurde nun wieder wie vorher angefahren und lief mit Durchsatz 0,5 bei 19,5 MV noch 25 Tage ohne Abklingen. Nach insgesamt 84 Betriebstagen wurde der Versuch als beendet abgebrochen. Der Kontakt war auch jetzt noch in gutem Zustand; die Pillen hatten mit 326 kg/cm^2 noch 85 % ihrer ursprünglichen Festigkeit.

Der Versuchsverlauf des 2. Teiles ist in Kurvenblatt 1, die Abklingungskurve in Blatt 2 aufgezeichnet; nach dieser Kurve musste die Temperatur beim Fahren als Stufe II mit Durchsatz 1,0-1,5 von 18,1 zuerst rasch, dann asymptotisch immer langsamer bis ca. 19,5 erhöht werden; beim anschließenden Fahren des Teers in 1 Stufe

- 1) Ofen 410 29.8.-2.11.36;
1. Teil s. Zusammenstellung 104961 vom 16.9.36.

MNTI

mit Durchsatz 0,5 war eine weitere Steigerung über 19,6 mV nicht mehr nötig.

Die Schmieröl-Ausbeuten stimmen (s.Tab.1) entsprechend der Kurve von Blatt 3 gut mit den Werten überein, die mit anderen Öfen und Kontakten erhalten wurden (vgl.z.B. Zusammenstellung 107991 vom 9.11.36). Ein systematischer Unterschied zwischen den Ausbeuten beim Fahren in 2 Stufen oder in 1 Stufe ist danach nicht vorhanden. Es wurden also etwa 13,0 % auf Anfall mit V.I. 50 erhalten. Die Paraffin-Ausbeuten gehen mit steigendem V.I. eine Kleinigkeit zurück. Die Vergasung wurde für Stufe II zu 0,9 % , beim Fahren in Stufe 1 zu 1,5 % bestimmt (s.Blatt 2). Ofen 408 mit 0,74 l. 5058 wurde in gleicher Weise mit Böhlerser Teer bei 180 atm H_2 (entsprechend Leuna) gefahren. Infolge eines Kurzschlusses in einem Heizmantel ging die Temperatur kurze Zeit im unteren Teil auf 50 mV , in der Mitte noch auf 30 mV = 550°C hoch. Der Ofen überstand dies ohne Schaden; die unteren Teile des Kontaktes reagierten danach allerdings nicht mehr, jedoch wurde bei Steigerung der Temperatur auf 20,7 im Mittel (höchstes Element auf 22 mV = 408° C) ein Wert erhalten, dessen Punkte trotz der hohen Temperatur auf den Kurven liegen.

Die Gasöle (s.Tab.2) haben Cetanzahlen 58-63 und ausreichende Viskosität; die nicht entparaffinierten Mittelöle -325° für sich wie in Mischung mit dem entparaffinierten Schmieröl-Vorlauf haben mit ca. -14° einen kaum noch ausreichenden Stockpunkt. Es wird also vielleicht nötig sein, den Endpunkt des Mittelöls, das nicht entparaffiniert wird, etwas herunterzusetzen.

Zusammenfassung:

In 6 l-Ofen mit Gaskreislauf wurde über 5058 Böhlerser Teer, und zwar zunächst im 100 l-Ofen vorhydrierter (mit 3510 oder 5058) , in der zweiten Stufe dann in einer Stufe zu Schmieröl hydriert. Die Ergebnisse stimmen gut mit den in anderen (kleineren) Öfen erhaltenen Werten überein, wonach im Labor ca. 13 % Schmieröl mit V.I. 50 u. Viskosität 4,5 - 5,0° E bei 50° und 20 % Paraffin (mit etwa 15 % Öl) aus dem hydrierten Ka Anfall isoliert werden konnten.

Unterschiede zwischen den Fahrweisen in 2 Stufen und in 1 Stufe konnten nicht festgestellt werden.

000138

-3-

Die Kontakttemperatur musste anfänglich rasch, dann langsamer erhöht werden; nach ca. 50 Tagen hielt sie sich weitere 30 Tage unverändert auf $19,5 \text{ mV} = 365^\circ \text{C}$.

Mit einem geschädigten Kontakt wurden bei max. $22 \text{ mV} = 408^\circ \text{C}$ Werte erhalten, die noch gut mit denen von niedrigeren Temperaturen übereinstimmen.

Die Gasöle müssen zur Erreichung eines guten Stockpunktes mindestens oberhalb 325° entparaffiniert werden.

gez: Klinkhardt

Der Versuch wurde
gemeinsam mit

Dr. Donath
" Becker
" Schiffmann

ausgeführt.

Untersuchungen

Quant-Druck 250 atm GassÖl 2 m³ / kg.

Fahrweise:	Stufe II				I Stufe					
Datum 1936:	Anfall 15.9.	23.9.	P	1.10.	3.10.	11.9.	20.10.	2.11.	8.10.	
Betriebsstunden aus	932	1103	1238	1296	1368	110	324	616	434	
H ₂ -Druck	250	250	filtr.	250	230	200	200	200	180	
Temperatur (Ofen)	19,9	19,0		19,7	19,7	19,8	19,5	19,5	20,7 ¹⁾	
Durchsatz	703	1,5	1,5	0,6	0,5	0,6	0,5	0,5	0,6	
% CS ₂	25,9	2,0	2,0	0	0	0	0	0	1,0	
1936)										
Anfall										
spez. Gew./50°	0,858	0,816	0,820	0,932	0,820	0,826	0,820	0,820	0,818	
% Mittelöl (+ Benzol)	48,5	60,6	59,0	39,5	60,0	55,7	58,5	56,4	58,5	
spez. Gewicht	0,878	0,834	0,844	0,937	0,842	0,846	0,843	0,844	0,840	
Anilinpunkt	360	570	560	+160	56,50	540	550	530	53,50	
Rückst. 325°										
spez. Gew./50°	0,868	0,816	0,832	60,2	0,832	0,832	0,820	0,830	0,828	
% Vorlauf (Spindelöl)	5,0	16,8	12,9	17,5	11,4	12,6	16,6	11,6	11,6	
% Paraffin hart	14,7	9,3	12,7	9,3	15,0	15,3	12,5	13,0	12,8	
weich	8,7	7,5	6,4	9,3	6,3	5,6	7,0	9,4	6,8	
% Schmieröl	22,7	6,0 ²⁾	9,0 ³⁾	24,4	7,3	10,4	4,7	8,8	9,6	
									3,6	
Schmieröl										
spez. Gew./20°	0,940	0,864	0,894	0,976	0,886	0,890	0,874	0,892	0,894	
Anilinpunkt	61,5°	107,5°	98,0°	150°	102,0°	96°	109°	96,5°	95,5°	
Visk. °E b. 38°	16,3	7,08	10,7	25,4	9,03	8,09	7,61	9,0	9,91	
" 50°	7,8	4,3	6,0	-	5	4,8	4,5	-	5,5	
" 99°	1,70	1,55	1,64	1,85	1,61	1,58	1,60	1,6	1,61	
V.-I.	-6	83	50	-40	70	77	96	66	53	
Flammpunkt	190°	246°	215°	178	215°	215°	225°	-	210°	
Stockpunkt	-	-5	-7	0	-	-	-1	-	-4	

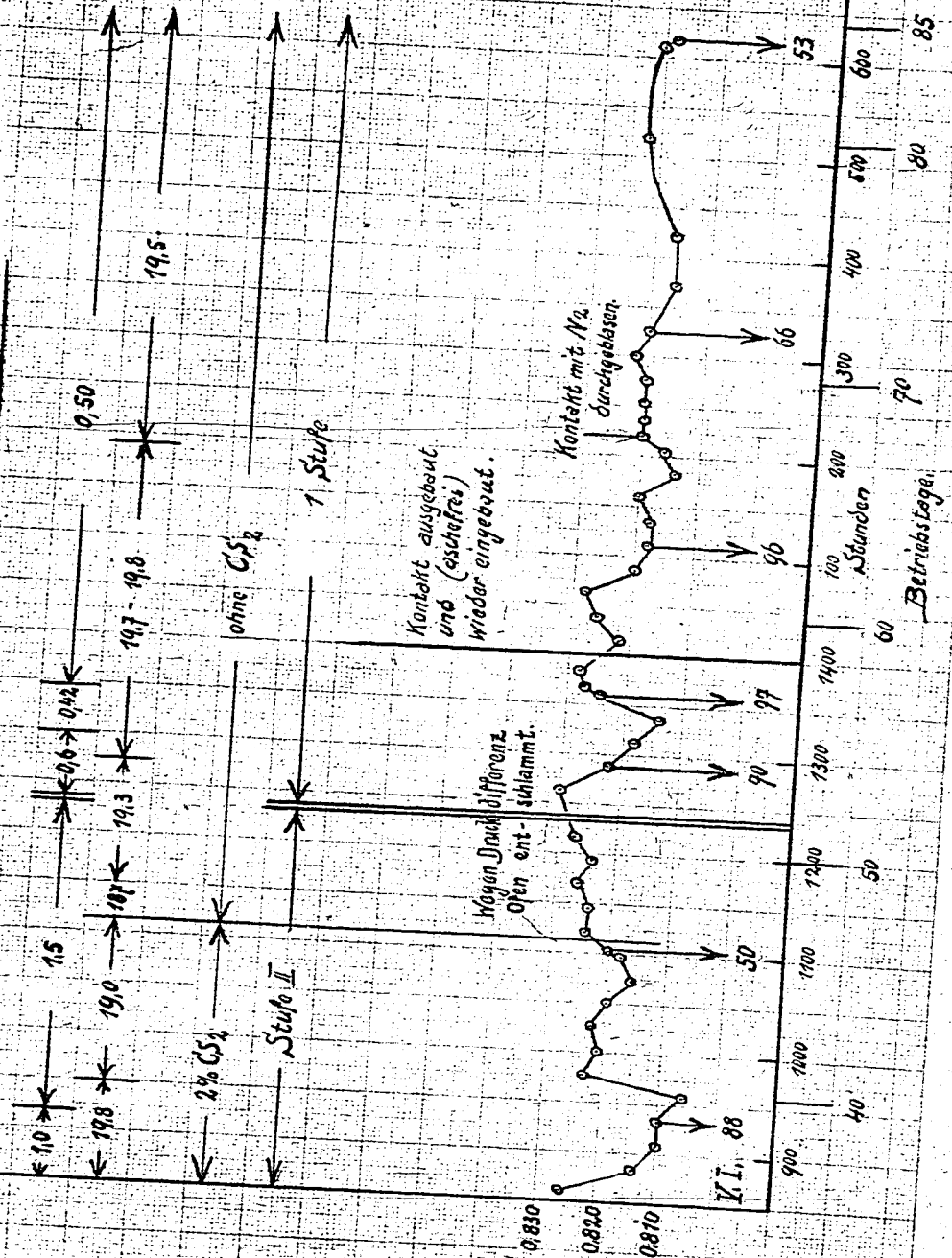
- 1) max. 28 mV; der Ofen (408) war vorher infolge eines Kurzschlusses kurze Zeit unten auf 50, in der Mitte auf 30 mV!
- 2) oder 7,4 % mit 1,43°E bei 99°
- 3) oder 13-14 % mit 1,59°E bei 99°

Elementar-Analysen :

	C	H	O	N	S	H disp.
23.9.36 (Stufe II)						
V.I. 50 Anfall	86,29	13,53	-	0,25	0,023	15,62
Gasöl	86,51	13,29	0,17	0,02	0,019	15,33
Schmieröl-Vorlauf	86,37	13,33	0,27	0,02	0,01	15,39
Hartparaffin (Smp. 55°)	85,02	14,70	-	0,32	0,01	17,21
Weichparaffin (Smp. 39°)	85,43	14,36	-	0,33	Spuren	16,75
Roh-Schmieröl	86,43	12,33	1,22	0,01	0,01	14,09
11.10.36 1 (Stufe)						
V.I. 96 Anfall	86,06	13,52	0,38	0,02	0,022	15,65
Schmieröl-Vorlauf	86,34	13,60	0,01	0,02	0,030	15,74
Roh-Schmieröl	86,05	13,71	0,21	0,01	0,022	15,90

000142

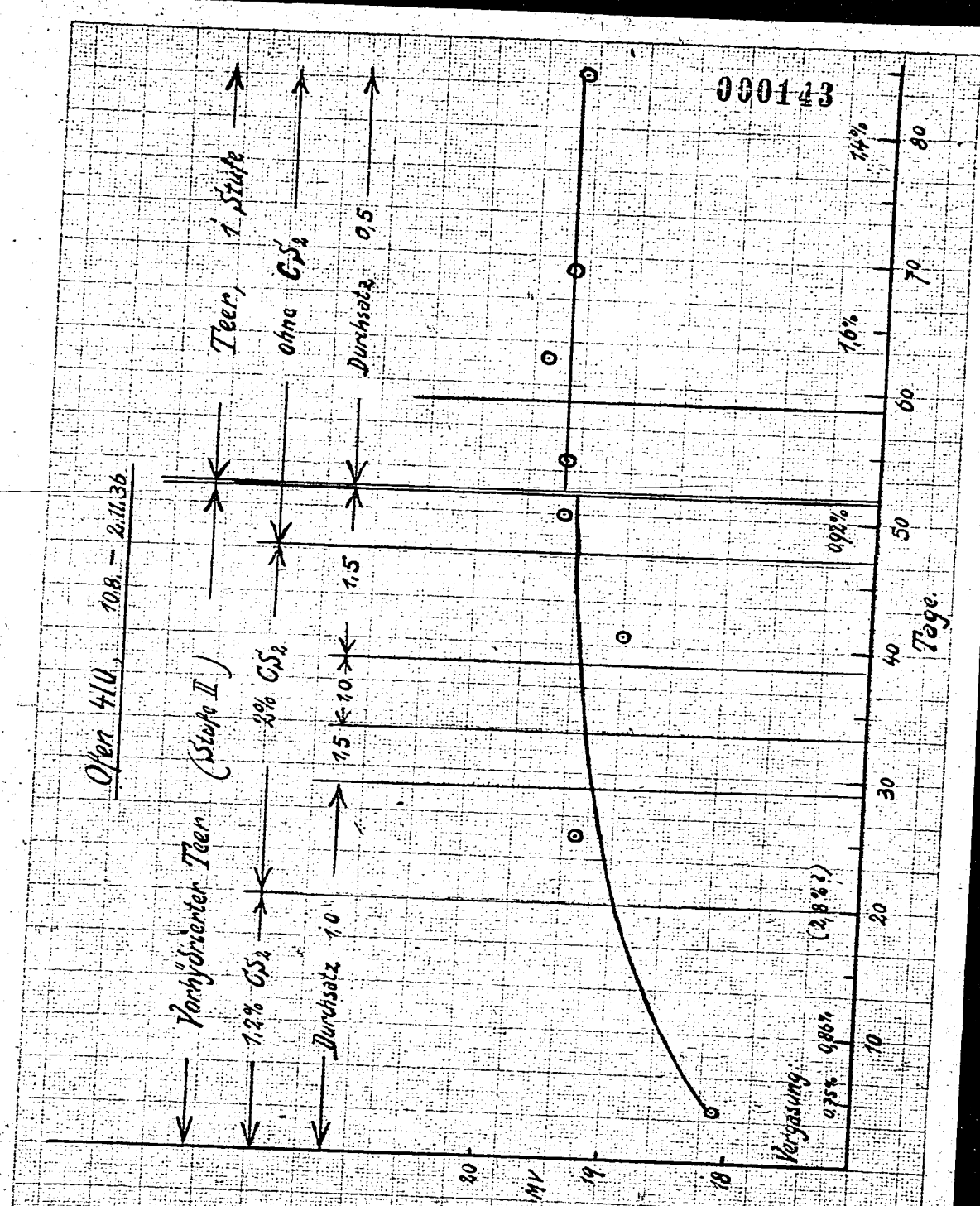
Hydrierung von Böhlerer Teer (P. 1238)
über 5058 als Stufe II und I. Stufe.



I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein.

Versuchsverlauf

Blatt 1

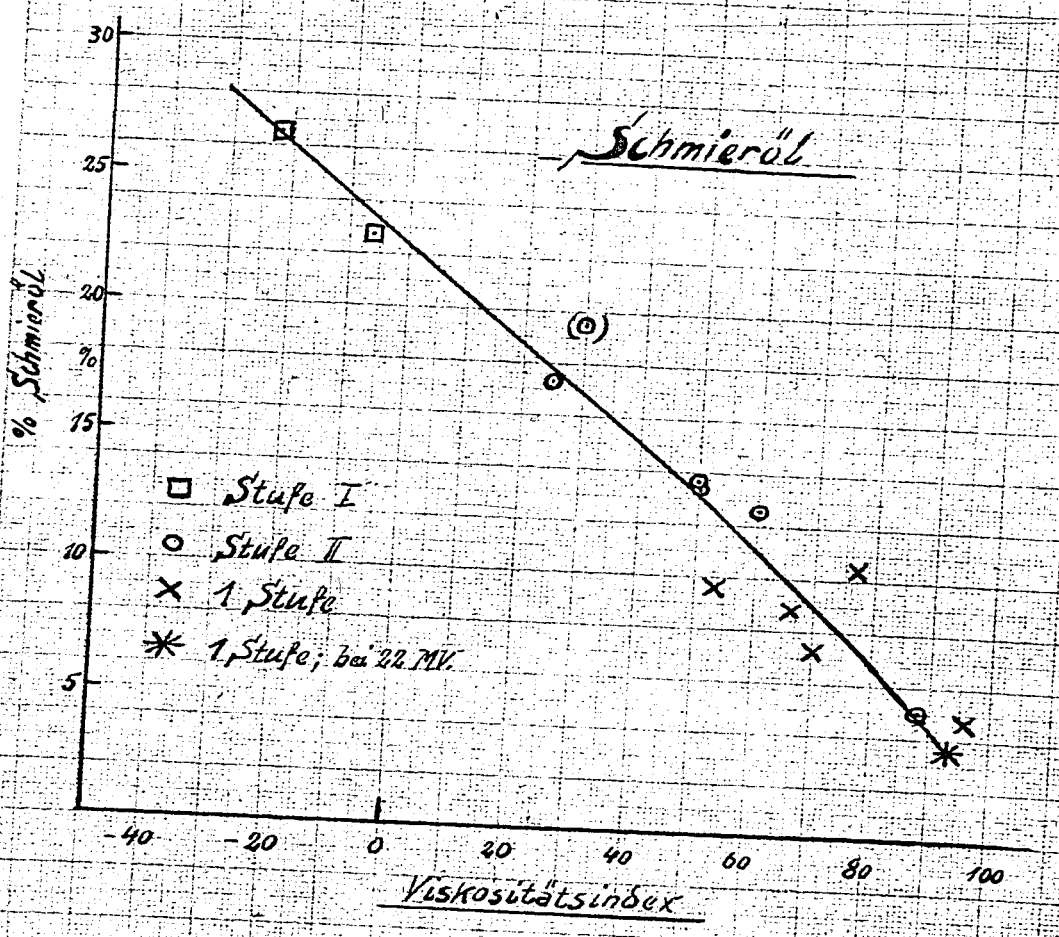
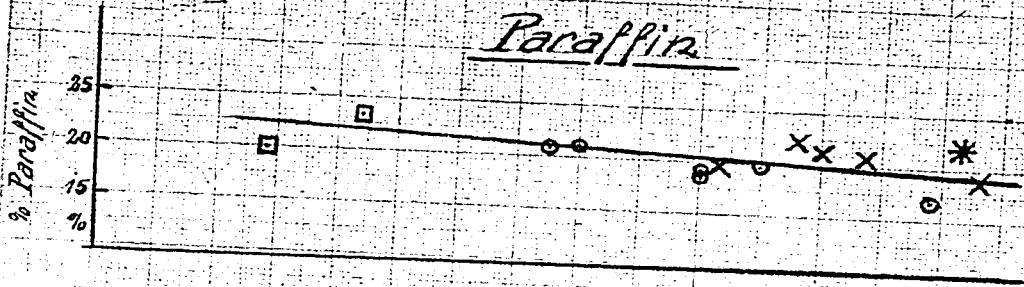


I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
 12, Ludwigshafen a. Rhein.

Abklingungskurve.

Blatt 2

000144



000145

Bag 2071

Item 21

Tests of TTH

Lubricants from Böhlen

Teer

18 - Dem.
Schdruckversuche
Lu 582/Sfn

000146

1/2071

21

26. Februar 1937/0

f. Donath
Kli. K.
Be. B.
Schiffmann

Untersuchung von TFB-Schmierölen
aus Söhlener Teer.

Der Anfall des Ofens 410 v. 4.9.-16.9.1936 war von Fr. Eisenhut technisch aufgearbeitet worden (s. Zusammenstellung v. 23.1.37, Nr. 110771).

I. Untersuchung der Schmieröle selbst.

Die einzelnen Daten sind in Anlage 1 zusammengestellt.

Ergebnis: Sämtliche Tests kennzeichnen sowohl die Spindelöle (Visk. bei 20°: 4,4°E, 6,1°E bzw. 6,7°E) als auch die Maschinenöle (Visk. bei 50°: 4,8°E, 6,1°E bzw. 7,4°E) als Öle guter Qualität. Der V.-I. ist ca. 50. Die Öle emulgieren nicht, wenn man sie nach dem Test prüft, der in den "Richtlinien für den Einkauf und die Prüfung von Schmiermitteln" (Ausgabe 1933) beschrieben ist.

Da die Spindelöle die Viskosität von Transformatorenölen haben, wurde auch die Verteerungszahl mit Sauerstoff bestimmt. Als Maximum ist der Wert 0,1 zugelassen, während die geprüften Öle 0,18 u. 0,20 hatten. Hier würde also noch eine Nachbehandlung notwendig sein.

II. Viskositäts- und V.-I. Verbesserung der Schmieröle durch Zusatz von synth. Zylinderöl u. Oppanol

Anlage 2 enthält die Einzelheiten.

Das Ergebnis zeigt folgende Tabelle:

durch Zusatz von	Viskositäts- erhöhung b. 50° C	wird erzielt V.-I. Verbes- serung	V.-I. der Mischung
15 % Zylinderöl	um 2-3° E	um 22 Einhei- ten	ca. 75
25 % "	" 4-6 "	" 32 "	" 85
1 % Oppanol	" 3 "	" 39 "	" 90
2 % "	" 6-9 "	" 55 "	" 107

So lassen sich also Öle mit Viskosität und V.-I. guter Autoöle stellen. Die praktische Eignung müsste noch durch Motorversuche geprüft werden.

M 229h

gez: Schiffmann

Daten von TTH-Schmierölen aus Böhlemer Teer (Spindelöle u. Maschinenöle)

zu Lillienau 21.6.38

Sl. No. :	1	2	3	4	5	6	7
		Spindel- Sädestil- lat	Rückst. Sädestil- öl	Spindel- Sädestil- lat	Rückst. Schmier- öl	Spindel- Sädestil- lat	Rückst.- schmier- öl
vom Gesamtschmier- öl	100%	13%	87%	30%	70%	38%	62%
Viskosität b. 20°C	-	4,43	-	6,11	-	6,72	-
" bei 38°C	6,59	-	8,41	-	11,09	-	14,19
" " 50 "	4,0	1,80	4,8	2,08	6,1	2,19	7,4
" " 99 "	1,47	-	1,54	-	1,65	-	1,77
V.-I.	+ 48	-	+ 50	-	+ 53	-	+ 54
Farbe	gelb	hell- gelb	gelb	gelb	gelb	gelb	dunkel- gelb
spez. Gew.	0,890	0,876	0,892	0,880	0,894	0,882	0,898
Anilinpunkt	94,5°	84°	96°	86°	97,5°	87,5°	98,5°
Flammpunkt	198°	174°	214°	180°	218°	182°	224°
Stockpunkt	-4°	-2°	-7°	-3°	-7°	-6°	-10°
Conradson- Kokstest	unter 0,1 %	-	unter 0,1 %	-	unter 0,1 %	-	unter 0,1 %
mittl. Molgew.	355	294	362	299	379	323	396
% C	86,33	-	86,46	-	-	-	86,67
% H	13,18	-	13,23	-	-	-	13,22
% S	0,038	0,019	0,029	0,017	0,032	0,019	0,020
Jodzahl	3,66	2,90	3,20	4,58	4,15	3,67	2,74
Säurezahl	0,03	0,056	0,06	0,04	0,03	0,056	0,06
Verseifungs- zahl	0,28	0,28	0,21	0,42	0,33	0,28	0,49
Slighttest (Oxydationstest)	17,5	23,1	14,0	13,4	10,2	20,4	12,1
Verteerungszahl mit Sauerstoff	-	0,20	-	-	-	0,18	-
Emulgierbarkeit ^{x)}	nicht emulgie rend	nicht emulgie rend	-	-	-	-	-

x) nach den "Richtlinien" 1933, S. 100

Viskositäts- und V.-I.-Verbesserung der TH-Schmieröle
durch Zusatz von :

- a) synthet.Zylinderöl (Viskos. 9,0°E b.99°)
 b) Oppanol Nr. 6 (Molgew. ca. 12 000)

Aus Anlage 1	ohne Zusatz	nach Zusatz von				
		synthet.Zylinderöl		Oppanol		
		15 %	25 %	1 %	2 %	
01 Nr.3	Visk.b.38°	8,41°E	13,25	17,7	13,69	19,40
	" 50 "	4,8 "	7,0	9,0	7,5	10,4
	" 90 "	1,54	1,80	2,02	1,91	2,35
	V.-I.	+ 50	74	83	94	109
01 Nr.5	Visk.b.38°	11,09°E	16,61	21,10		26,66
	" 50°	6,1	9,0	11,0		15,0
	" 99	1,65	1,95	2,19		2,71
	V.-I.	+ 53	77	86		108
01 Nr.7	Visk.b.38°	14,19°E	20,39	26,38	20,62	32,27
	" 50°	7,4	10,2	14,0	10,5	17,0
	" 99	1,77	2,08	2,38	2,18	2,92
	V.-I.	+ 54	74	83	87	104

000149

Bag 2071

Item 22

Conference on Zeitz
Plant

1/20 71
Besprechung in Lu am 25.1.1937
Anlage in Zeitz.

Anwesend: Dr. Pier, Wiesel, Becker, Donath, Montfort,
Schiffmann, Schmitt, Schneider, Simon
Dr. Hochschwender, Becker, Dipl. Ing. Felbert, Dipl. Ing. Bern-
bach

Die Auflage von Zeitz lautet auf 200 000 t Fortispro-
dukte aus Teer. Spätere Erweiterung auf 300 000 t ist vorzusehen.
Zum 1.4.38 sind zunächst 50 000 Jato-Benzin zu erzeugen. Auf Teer
bezogen ist zu erzeugen: ca. 15 % Benzin mit O.Z. 63 ohne Zusatz
15 % Paraffin
15 % Schmieröl
45 % Dieselöl.

Die Auflage enthält den Passus, dass Änderungen entsprechend den
technischen Möglichkeiten zugelassen sind. Teerlieferanten sind
noch nicht festgelegt.

Nach Pir. Krauch ist ein späterer Ausbau auf 420 000 t vorzusehen.
Umfassende Versuche liegen in Ludwigshafen mit Böhlemer Teer vor.
Teere aus anderen Kohlen, die in Geissen oder Ludwigshafen herge-
stellt sind, geben etwa die gleiche Schmierölausbeute wie Böhlemer
Teer jedoch mehr, meist 50 % mehr Paraffin. Die Unterschiede in
der Paraffinausbeute sind auf verschiedene Durchführung (zu hohe
Temperatur) des Schwelverfahrens zurückzuführen. An der Besichtigung
der ASW in Böhlen nimmt Dr. Hochschwender teil.

Benzin aus Böhlemer Teer (TTH Verfahren) hat O.Z. 6566 spez.
Gewicht 0,730-0,735. Für Magdeburg schätzt Dr. Hochschwender O.Z. 63,
spez. Gewicht 0,730 für das Mischbenzin aus der ~~Kammer~~ 5058 Kammer
(Durchsatz 0,85, Konzentration 40 %, O.Z. 58-59) und der 6434-
(O.Z. 70). Im Grossversuch von Lu wurde in der 5058 Kammer bei
Durchsatz 1,0, Konzentration 40-50%, O.Z. 59-60 erhalten und für
das Mischbenzin 5058+6434 die O.Z. 65,5.
In Magdeburg sind die Phenole im Benzin durchgeschlagen, der Foktor-
test positiv. Dr. Pier bemerkt, dass die Phenolkonzentration eine
Frage der W_{S_2} Konzentration ist und dass die Phenole durch Vor-
schalten von 5058 reduziert werden konnten. Für das TTH Verfahren
erübrigen sich diese Überlegungen, da das Anfallprodukt bereits
weitgehend phenolfrei ist.

Die Kontakte, die bisher in Magdeburg für A + S Mittelble verwendet werden, könnten erst nach besonderer Prüfung für das TH-Verfahren verwendet werden. Am einfachsten ist wohl eine Verschiebung zu anderen Werken (Steinkohleanlagen).

Von den 300 t bisher bei der Brabag bestellten und eingebauten K 5058 sind 185 t verwendet worden, sodass also 115 t frischer Kontakt noch verfügbar ist. Für 200 000 t in Zeitz werden bei Leistung 0,35-0,4 etwa 180 t 5058 benötigt.

Für die erste Produktion von 50 000 Jato Benzin wurden nachstehende 2 Fahrweisen erörtert. Rückführung in den ersten Ofen geht wegen Ausflockens nicht.

Teer	K 5058	Teer	K ₁ 5058
Abstr. Rest. 1		Destill. 1	
Benz. M-81	Rückstand 325°	Benzin	M-81+Rückst. 325°
OZ59		O.Z. 59	
unter-			K ₂ 5058 oder 6434
siede-			Destill. 2
gerecht			M-81+Rückst. 325°
	K ₂ 6434		
	Destillation 2		
			K ₃ 5058 oder 6434
		Benzin	Destill. 3
	M-81		M-81
			Rückst. 325°
Benzin			
O.Z.70		Benzin	
		O.Z.53	
		oder 58	

Destillation 1 u. 3 konnte zusammengefasst werden

Destillation 1 + 2 kann zusammengefasst werden.

Beim späteren Ausbau auf 200 000 t ist zu entparaffinieren.

Dr. Wissel berichtet über 3 verschiedene Verfahren, die 2. ist geprüft worden

- 1.) a) Entfernung des Hartparaffins durch Zentrifugieren
b) Weichentparaffinierung mit Propan
- 2.) Hart- u. Weichentparaffinierung durch Dichloräthan in 2 Stufen unter Verwendung von Filterpresse und Zentrifuge.
- 3.) a) Hartentparaffinierung durch Verdünnung mit einer Benzinfraction in einer Filterpresse.
b) Weichentparaffinierung durch Propan.

Bei Leistung 0,35-0,40 werden 3 Öfen = 3 Kammern mit 3 Öfen verwendet. Wird eine größere Leistung erzielt, so kann dies beim nächsten Ausbau mitberücksichtigt werden. Es soll auch vorgesehen werden, dass 4 Öfen in einer Kammer eingebaut werden.

Der H₂-Verbrauch für die erste Produktion von 50 000 t Benzin aus 100 000 t Teer beträgt etwa

6300 m ³	von der C-Phase
<u>2600 "</u>	" " " C-Phase
6800 m ³	,

wenn das Mittelöl der Gasphase benziniert wird und der Rückstand > 325° anderweitig verwandt wird.

Für 300 000 t Benzin, Dieselöl, Paraffin u. Schmieröl werden
gebraucht 21 000 m³ H₂

" 420 000 "

u. Schmieröl werden
gebraucht 30 000 cbm H₂.

Die Generatoren leisten 20 000 cbm, ihre maximale Wirtschaftlichkeit liegt bei 2/3 der Leistung. Für den letzten Ausbau werden 3 Generatoren à 20 000 cbm vorgesehen, davon 1 in Reserve.

000153

Bag 2071

Item 23

TT Process in Counter-
current Ovens

12071 23
T. T. - Verfahren im Gegenstrom - Ofen.

f. Amato
Kli. K.
W. G.

Um festzustellen, ob das Fahren im Gegenstrom bei der Schmierölherstellung aus Braunkohlen-Schwelteer irgend welche Vorteile bringt, wurde ein 230 ccm -Ofen als Gegenstromofen eingerichtet. Wie die Skizze zeigt, war über dem Kontaktraum ein Aufsatz angeordnet, der als Rückfluszkühler wirken sollte. Der Gaseingang befand sich direkt unterhalb des Kontaktraumes und der Ausgang am oberen Ende des Aufsatzes, während der Teer direkt über dem Kontakt in den Ofen eintrat und unten aus einem Abschlammsack abgezogen wurde. Gas und Teer wurden getrennt vorgeheizt, der Teer auf 16 mV (304°) und der Wasserstoff auf 18 mV (338°). Die übrigen Versuchsbedingungen waren etwa die gleichen, wie bei dem bisher angewandten Gleichstrom-Verfahren:

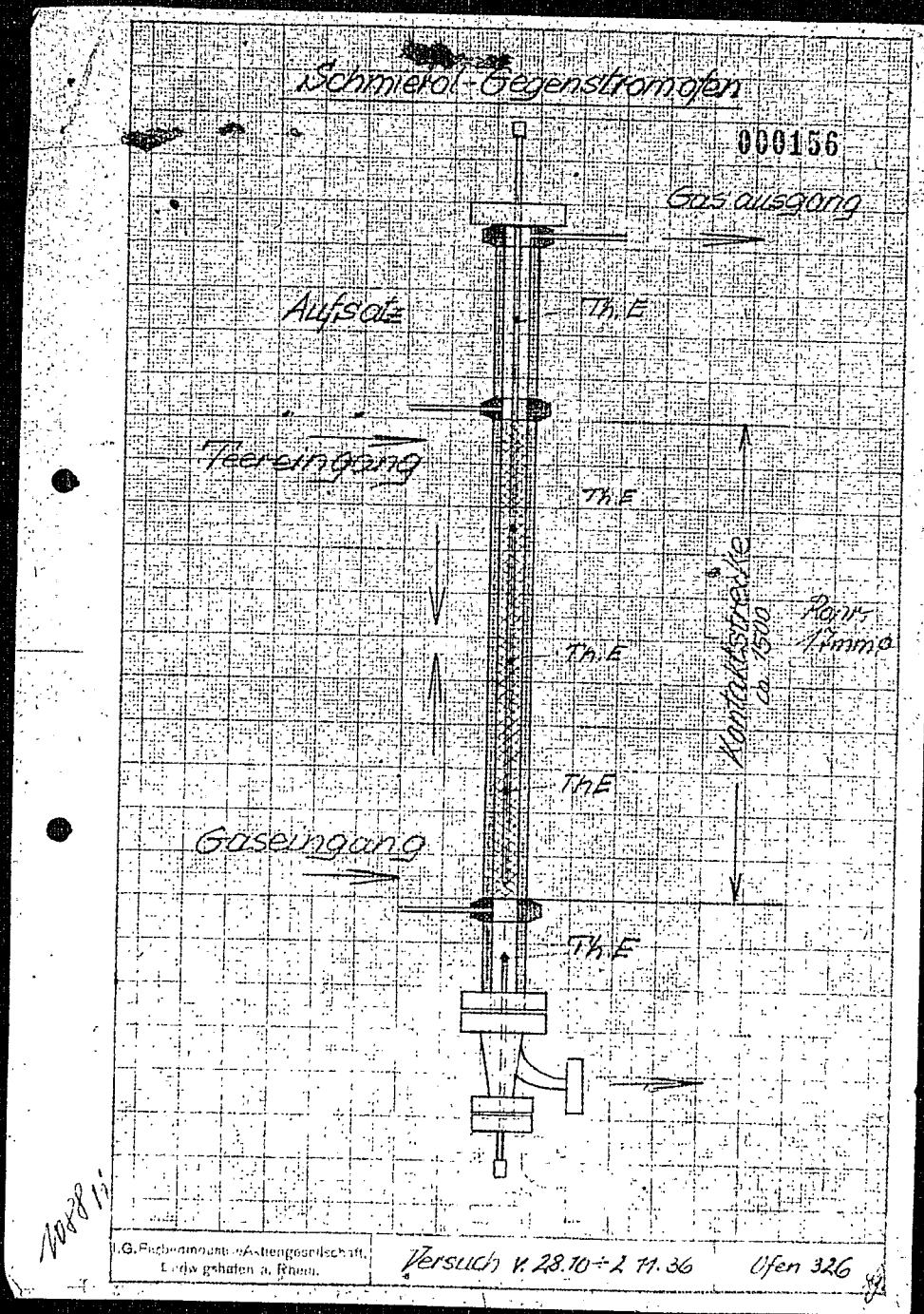
Durchsatz 0,43 ; Temperatur 17 - 18 mV; Druck 250 atm
Um unten das Produkt abzuziehen zu können, wurde ein Teil der Gasmenge mit abgezogen (ca 50 ltr = 0,5 m³/kg Einspritzung)
Bei diesen Bedingungen fiel beim Fahren von Böhlener Teer im Ausgang unten ein Produkt an, das zwar mit einem Spindelgewicht von 0,825/50° den Anforderungen genügte, aber der Farbe nach noch nicht ausreichend raffiniert war, ferner am Gassausgang oben ca 20% des Einspritzproduktes, das trotz des Aufsatzes herüberdestilliert war. Dieses Produkt hatte schwarzbraune Farbe, ein spez. Gewicht von 0,848/20° und wurde dem Einspritzprodukt wieder zugegeben. Um ein einwandfreies Produkt zu erhalten, mußte die Temperatur im Ofen auf 17,5 - 18,5 mV erhöht werden. Ein starkes Überdestillieren wurde hierbei dadurch verhindert,

108811

daß die Temperatur im Aufsatz auf max 13 mV - 252,0°C gehalten wurde. Trotzdem fielen unten am Teerausgang nur etwa 50 % der Menge in Form eines Produktes von gelblich-weißer Farbe und mit spez. Gewicht 0,825/50° an. während am Gasausgang oben ebenfalls 50% des Einspritzproduktes als hochsiedendes braunes Mittelöl mit 0,870/20° erschien. Da mithin durch das Fahren im Gegenstrom keine Verbesserung gegenüber dem Fahren im Gleichstrom erreicht werden konnte - im Gegenteil beim Gegenstromofen ein schlechtes Gasöl anfiel - wurde der Versuch nach ca 130 Stunden abgestellt.

gez. Simon
Berger

halten
% der
und mit
eben-
mas
hren im
leich -
romofen
a 130



000157

Bag 2071

Item 24

Experiments with Catalytic
Cracking of Petroleum
at 50 Atm.

Hochdruckversuche
Lu 558

000158

24

11. Sept. 1917

No No

Rte Ro

Fro H

Kontaktversuche zur Erdöl-Spaltung bei 50 at
Zusammenfassung.

- 1.) Mittelöl aus Reitbrook-Öl-Druckdestillat wurde bei 50 at mit Durchsatz 0,5 in 24-Stunden-Perioden über verschiedene Kontakte bei Temperaturen von 24-27 HV im geraden Durchgang verarbeitet. Es wurden Tonerde- und Silikat-Kontakte verwandt mit Zusätzen von HF, Fe, Cr, Mo, W und Ni.
- 2.) Silicat-Kontakte zeigten innerhalb der einzelnen Periode stärkeres Abklingen als Tonerdekontakte. Ausserdem liess die Aktivität von Silicatkontakten von Periode zu Periode stark nach, während Tonerdekontakte nach 6 Perioden noch keinen merklichen Aktivitätsverlust zeigten.
- 3.) Bei den einzelnen Versuchen wurden 5-40 % Benzol -180°C im Anfall erhalten. Mit steigender Benzol-Konzentration steigt die Vergasung schwach an. Der B-Mittelöl-Anmehlpunkt liegt bei allen Versuchen tiefer als der AP des Ausgangsproduktes, und zwar um so tiefer, je höher die Benzinkonzentration ist.
- 4.) Die Benzine von Silikat-Kontakten haben höhere Jodzahlen als die von Tonerdekontakten. Die niedrigsten Jodzahlen gaben molybdänhaltige Tonerdekontakte.
- 5.) Der beste der geprüften Kontakte war 7846. Er gab bei 30 % Vergasung 30 % Benzol -180°C. Das Benzol hat 30 % -100, 20-25 % Aromaten, Jodzahl 1 bis 7 und OZ 61 nach Motormethode. Koksbildung betrug 0,5 % auf eingesetztes Öl oder 1,5 % auf Benzol + Vergasung + Koks.

Gemeinsam mit:

Dr. Peters
" Grassl
" Rotter
" Trofimow
" Fürst
" v. Püner

gez. Günther

Kontakt-Versuche zur Erdöl-Spaltung bei 50 at.

1. Zweck der Versuche.

Es sollte festgestellt werden, mit welcher Ausbeute und Raumleistung sich Erdöle bzw. Erdöldruckdestillate bei 50 at über festangeordneten Kontakt in einer oder mehreren Stufen zu Benzin verarbeiten lassen, und welche Qualität die dabei erhaltenen Benzine haben. Die im folgenden beschriebenen Versuche dienen der Auffindung eines geeigneten Kontaktes.

2. Art der Versuche.

Als Ausgangsprodukt für die Versuche wurde Mittelöl aus Reitbrook-Rohöl-Druckdestillat gewählt, als Kontakte Silicate oder aktive Tonerde mit Zusätzen von HF, Chrom, Wolfram, Nickel, Molybdän und Eisen. Die Versuche wurden in 200 cc-Öfen nur im geraden Durchgang bei 460-510°C durchgeführt. Nach je 24 Stunden wurde bei 50 at mit Stickstoff-Luft-Gemisch regeneriert.

Einige Versuche wurden auch mit dem entspr. Schweröl durchgeführt. Bei allen Schwerölversuchen trat (bei 460°) nach weniger als 24 Stunden Verstopfung des Vorheizers ein.

Ein Versuch mit dem bisher besten Kontakt 7846 und Reitbrook-Original-Mittelöl läuft zur Zeit noch (30. Betriebstag)

3. Ergebnisse der Kontaktversuche mit Druckdest.-Mittelöl.
Vgl. Tabellen I und II.

Es wurde sowohl Silicat- als auch Tonerde-Kontakte mit guter Spalt-Aktivität gefunden. Wie nicht anders zu erwarten, klingt diese im Verlaufe des Betriebes mehr oder weniger ab. Dies Abklingen ist bei Silicatkontakten stärker als bei Tonerdekontakten, sodass im diskontinuierlichen Betrieb (mit Regeneration) z.B. bei einem Tonerdekontakt Perioden von 10 Tagen, bei Silicatkontakten aber nur solche von einem Tag gefahren werden konnten.

Darüber hinaus zeigte sich, dass regenerierter Tonerdekontakt meist frischem gleichwertig war, während alle Silicatkontakte (bis auf einen) von Periode zu Periode inaktiver wurden. Die erwähnte Ausnahme war Kontakt 7501 (Terrana HF + 1% MoO₃), bei dem in 4 Perioden kein grösserer Aktivitätsverlust festzustellen war.

Betreffend den Verlauf der Reaktion konnten folgende Gesetzmäßigkeiten aufgedeckt werden:

- a) Mit zunehmender Spaltung (charakterisiert z.B. durch $\frac{1}{2}$ -180 im Anfall) steigt die Gasbildung etwas stärker als die Benzinbildung, d.h. mit zunehmender Spaltung steigt die Vergasung auf Benzin + Vergasung schwach an; sie beträgt bei 5 % Spaltung ca. 27 %, bei 30 % Spaltung ca 35 %. Im Rahmen der geprüften Kontakte war dieser Effekt nicht erkennbar von der Kontaktwahl abhängig, da alle (mit den verschiedensten Kontakten erhaltenen) Werte annähernd auf einer Kurve liegen. (Kurvenblatt 1).
- b) Mit zunehmender Spaltung sinkt der AP. des B-Mittelöls. Er liegt bei 5 % Spaltung bei 52°C, bei 30 % Spaltung bei 29°C. D.h., dass bei dem Verfahren entweder bevorzugt die wasserstoffreicheren Anteil des Ausgangsproduktes gespalten werden oder Teile des Mittelöls dehydriert werden. Auf jeden Fall sind mit Rückführung des B-Mittelöls wesentlich schlechtere Ergebnisse zu erwarten als im geraden Durchgang. Auch diesen Effekt war im Rahmen der geprüften Kontakte (ebenso wie der unter a)) nicht von der Kontaktwahl abhängig. (Kurvenblatt 2).
- c) Mit Silikatkontakten wurden wesentlich höhere Jodzahlen im Benzin als mit Tonerdekontakten erhalten (48 gegenüber 24 im Mittel). Die niedrigsten Jodzahlen wurden mit Molybdän-haltigen Tonerdekontakten erhalten (2-17, im Mittel 8). Von den geprüften Kontakten waren hinsichtlich Spaltung die besten:

a) bei 24 MV	1. 7846 Tonerde-Mo-Ni	22%-180
	2. 7360 Tonerde-Mo	14%-180
	3. 8314 Tonerde-Fe	14%-180
b) bei 25 MV	1. 7846	28%-180
	2. 8338 Ton-HF-H ₃ PO ₄ -Cr.	24%-180
	3. 8314	19%-180
c) bei 26 MV (nur 2 geprüft)	1. 7846	28%-180
	2. 8314	28%-180

Die Eigenschaften des erhaltenen Benzins sind bei Kontakt 7846 und 30 % Spaltung etwa:

spez. Gewicht/AP	0,735/42
Siedebeginn	40°C
- 70°C	10 %
- 100°C	30 %
- 150°C	80 %
Siedeende	170°C
Jodsahl	1 bis 7
OZ.-Motor	6?
% Aromaten	20 bis 25

Koksabscheidung am Kontakt:

Auf dem Kontakt 78.46 setzten sich bei 30 % Spaltung in 24 Std. etwa 8 % (bezogen auf Kontaktgewicht) Kohlenstoff-Verbindungen ab, die nicht benzollöslich waren (90% C-10 % H). Das sind etwa 0,5% auf eingesetztes Öl oder 1,5% auf Benzin + Vergasung + Koks oder 5 % vom vergasten Öl. C-Verluste durch Koksbindung können also gegenüber Vergasungsverlusten weitgehend vernachlässigt werden.

Tabelle I: Niederdruckspaltung mit Tonerdekontakten, 24 Std-Perioden.

Kontakt	Bei 24 MV										Bei erhöhter Temperatur									
	Nr.	Zusammensetzung	Ofenhl	Perio.	spez. Gew. 180	%bis 180	V/E	V/B-100	Ap B-100	J-Z/T BI	J-Z/T (MV)	spez. Gew. 180	%bis 180	V/B-100	V/V	Ap. B-100	J.Z. BI	Bemerkungen		
8248	Akt. Ton + 10 HF	4190	1	858	14	-	-	42	31	25	862	14	10,3	45	43	-				
				2	-	-	-	-	25	862	13	-	-	43	13					
				3	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-			
6915	akt. Ton + 10 Cr ₂ O ₃	4207	1	844	8	-	-	52	11	25	842	10	-	-	48	5				
			2	852	6	-	-	55	-	25	850	8	2,8	27	49	-				
			3	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-			
			4	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-			
7399	58% Al ₂ O ₃ 42% Cr ₂ O ₃ = 2:1 Mol (Standard DR.269)	4184	1	842	5	-	-	-	-	25	840	13	4,4	27	47	12				
			2	848	5	-	-	50	-	25	848	8	-	-	50	-				
			3	852	7	1,6	22	51	14	25	828	25	6,9	23	42	20				
			4	-	-	-	-	-	-	25	830	26	-	-	40	-				
			5	-	-	-	-	-	-	25	836	18	-	-	44	38				
8338	akt. Ton + 10 HF + 3H ₃ PO ₄ + 10 Cr ₂ O ₃	4155	1	-	-	-	-	-	-	25	832	21	6,3	25	42	8				
			2	-	-	-	-	-	25	840	15	-	-	46	13					
			3	-	-	-	-	-	-	25	838	17	-	-	45	7				
			4	-	-	-	-	-	-	25/26	840	14	-	-	43	9				
			5	-	-	-	-	-	-	25/26	836	19	-	-	40	-				
			6	-	-	-	-	-	-	25	824	20	12,6	33	34	5	72 Std.			
7846	akt. Ton + 10 MoO ₃ + 3Al ₂ O ₃	4153	1	830	22	6,6	25	40	6	25	824	28	-	-	32	2	72 Std.			
			2	-	-	-	-	-	25	824	26	7,3	24	34	6	24 Std.				
			3	-	-	-	-	-	25	824	26	7,3	24	34	6					
			4	-	-	-	-	-	25/26	835	24	8,8	29	33	17					
			5	-	-	-	-	-	25/26	830	25	-	-	33	3					
			6	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-				
8214	akt. Ton + 10% Fe ₂ O ₃ als Sulfat.	4214	1	842	13	-	-	48	22	25	848	19	-	-	42	19	24% Prom.			
			2	847	8	4,7	40	48	22	25/26	849	26	12,6	35	36	27				
			3	849	14	-	-	46	-	25/26	824	29	-	-	36	27				
			4	-	-	-	-	-	-	25/27	832	38	25,8	43	16	-				
			5	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-				
			6	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-				
			7	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-				

0001

0001

24% Prom.
BI OK Not: 72

Tabelle II. Niederdruckspaltung mit Silikat-Kontakten 24 Std-Periode

Kontakt	Nr.	Zusammenstellung	Ofenbl.Perio			Bei 24 HV			Bei erhöhter Temperatur			Bemerkungen					
			1	2	3	spez. Gew. 180	V/E	AP/B-100 B-M01	J.2 Di	T (Mv)	spez. Gew. 180		V/E	AP/B-100 B-M01	J.2 Di		
6108	Terrana	4204	1	860	8	-	-	47	-	25	860	10	4,8	35	47	24	
			2							25	864	8	-	-	46	-	
			3														
6109	Terrana, HP-beh.	4203	1	840	15	-	-	44	17								
			2	848	11	-	-	45	-								
			3	964	8	-	-	45	-								
7872	Tonsil	4210	1	856	8	-	-	49	-								
			2	865	6	1,7	24	49	-								
			3														
8350	6109+10% Cr ₂ O ₃	4170	1	-	-	-	-	-	-	25	863	8	-	-	47	-	
			2	850	9	-	-	50	-								
			3	850	11	4,6	32	48	9								
6434	6109+10% W ₂ O ₃	4197	1	850	11	-	-	49	28								
			2	852	10	1,2	12	50	-								
			3														
7501	6109+1% MoO ₃	4191	1	846	17	-	-	47	57	25	860	13	-	-	-	-	
			2	846	12	4,8	29	49	5								
			3														
			4														
6752	Al-Silikat, Free	4176	1	840	13	4,0	26	48	91	25	852	13	-	-	45	96	
			2	842	11	-	-	47	43								
			3	862	8	-	-	46	-								
7960	Mg-Silikat, Schnei-der	4166	1	863	7	-	-	46	-								
			2	860	3	-	-	51	-								
			3	860	8	3,2	31	80	-								
7948	Cr-Silikat	4165	1	846	-	-	-	-	-								
			2	850	5	-	-	51	-								
			3	852	8	-	-	49	-								
			4	864	6	-	-	48	-								

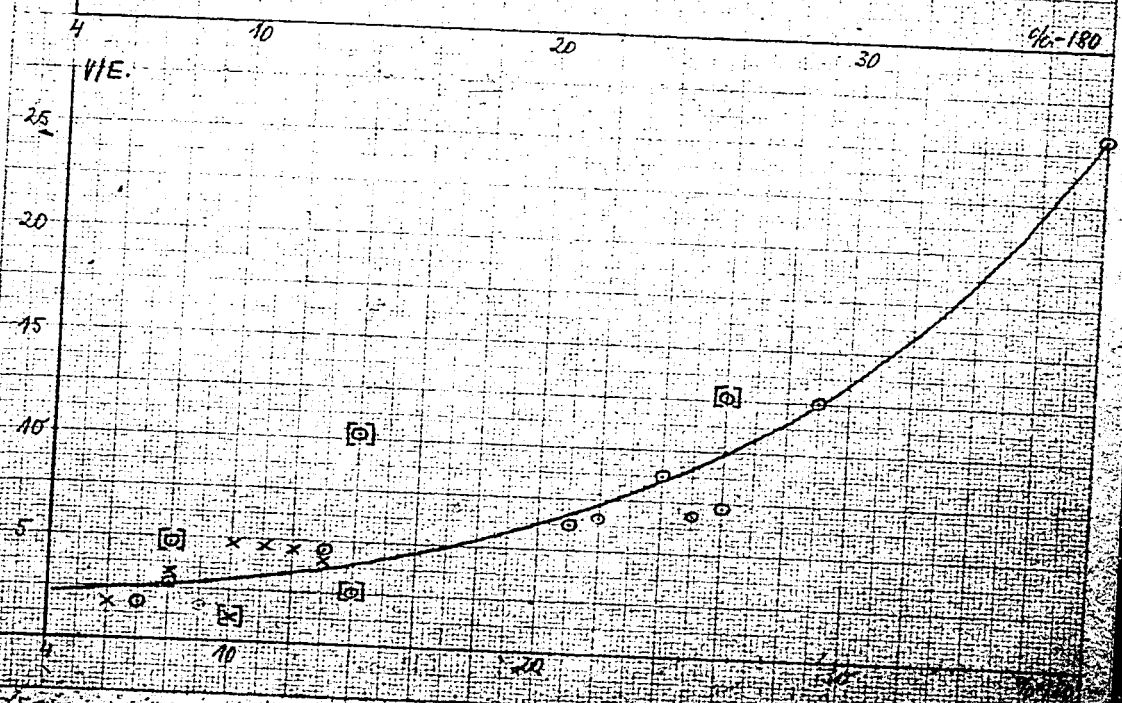
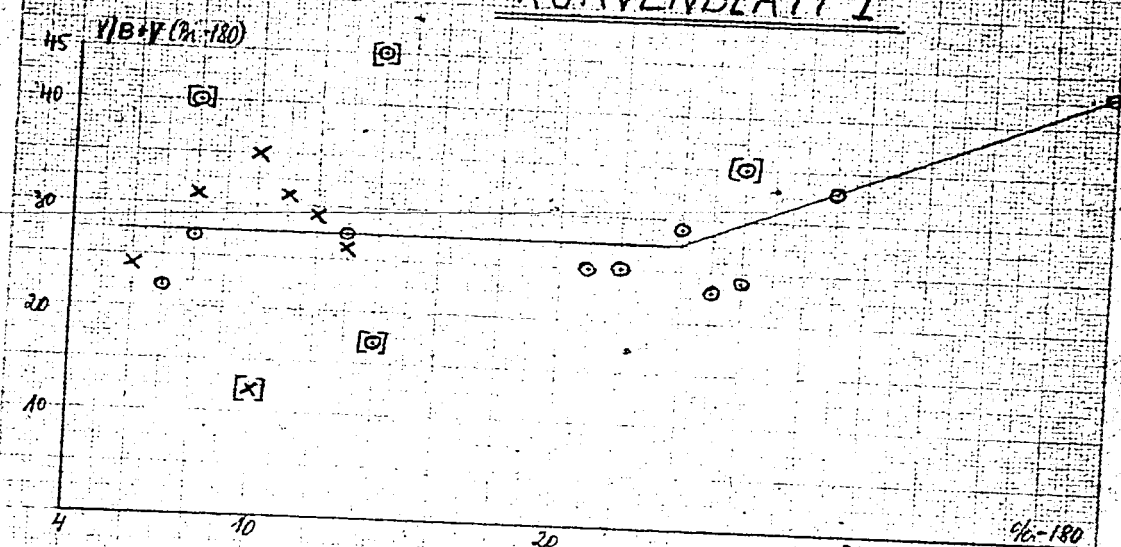
000163

K O D A H

Abhängigkeit der Höhe der Vergasung vom Grad der Spaltung bei der 50 at - Endol - Mittelol - Spaltung

x = Selecat-Kontakte o = Tonerde-Kontakte
E] am behrll. Grunden in zuverlässige Weise

KURVENBLATT I



G. Eisenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein.

Bl. 10.9.42

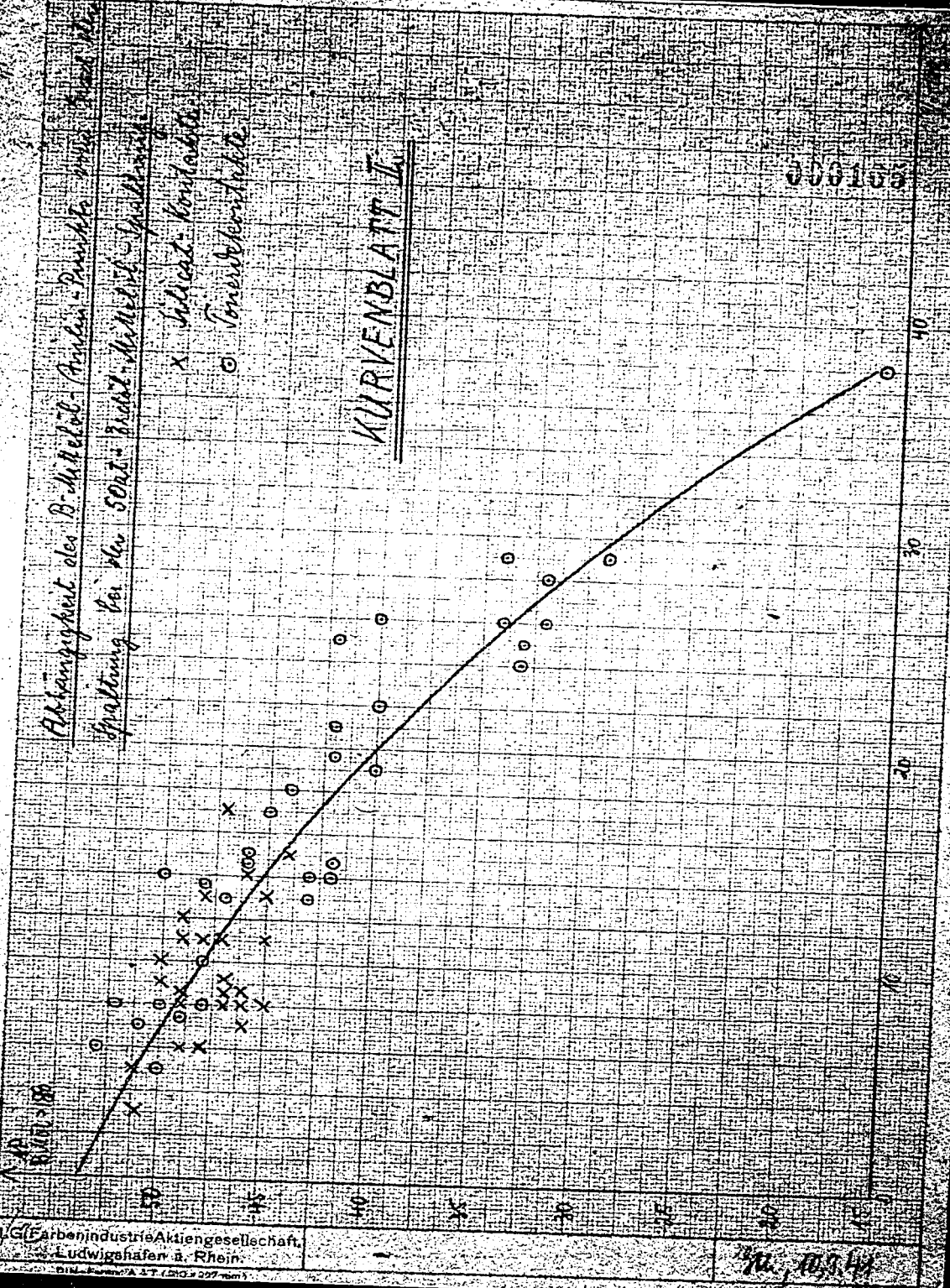
DIN Formblatt 1 (210 x 297 mm)

000155

Abhängigkeit des B-Mittelwert-Anders-Punkte
Spaltung bei den 5000-Breit-Mittelwert

x Silber-Kontakte
o Tonwert-Kontakte

KURVENBLATT I.



IG Farbenindustrie Aktiengesellschaft,
Ludwigshafen a. Rhein.

1929. 10. 14

000166

Bag 2071

Item 25

Quality Comparison of
Cracking and Benzination
of Bituminous Middle
Oil

Hochdruckversuche
Lu 558

2071

25

28. Januar 1942 Rtz/K1

f. H. H. H.

000167

Qualitätsvergleich von Crack- und Hydrierbenzinen
aus Steinkohle-B-Mittelöl.

Zusammenfassung.

Aus 8376-Vorhydrierungsmittelöl aus Oberschlesischer Kohle wurden zum genauen Qualitätsvergleich folgende Benzinen hergestellt:

Mit Terrana und mit synthetischem Al-Silikat hergestellte Krackbenzine sowie die gleichen Proben unter Anhydrierung der Ungesättigten.

Mit Terranakontakten hergestellte 600 Atm- und 250 Atm-Hydrierbenzine.

DHD-Benzin mit 30 % Aromaten aus 250 Atm-Hydrierbenzin. Von diesen Proben wurden Oktanzahlen von 20°-Fraktionen sowie vom Gesamtrestbenzin und von den Fraktionen bis und über 100° des Restbenzins gemessen und die Restbenzinoctanzahlen der 20°-Fraktionen berechnet. Das Überladeverhalten der Benzine wurde in Oppau bestimmt. Die folgende Tabelle enthält einige charakterisierende Zahlen:

φ 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, 10, 11, 12, 13, 14, 15, 16, 17, 18, 19, 20, 21, 22, 23, 24, 25, 26, 27, 28, 29, 30, 31, 32, 33, 34, 35, 36, 37, 38, 39, 40, 41, 42, 43, 44, 45, 46, 47, 48, 49, 50, 51, 52, 53, 54, 55, 56, 57, 58, 59, 60, 61, 62, 63, 64, 65, 66, 67, 68, 69, 70, 71, 72, 73, 74, 75, 76, 77, 78, 79, 80, 81, 82, 83, 84, 85, 86, 87, 88, 89, 90, 91, 92, 93, 94, 95, 96, 97, 98, 99, 100.

1999/10

	Katalytisches Kracken				Benzinierung		Benzinierung + DHD
	Terrana		Synth.-Al-Silikat		250 Atm	600 Atm	
		Nach Aufhydr. d. Ungesättigten		Nach Aufhydr. d. Ungesättigten			
Benzin Endpunkt °C	158	153	157	157	152	144	165
Benzin % - 100°	58	58	51	41	44,5	53,5	57
Benzin Vol. % Arom.	20,5	15,5	21,5	21,5	5	7	31
OZ Motor-Methode							
M.M. + 0,12 Pb	77	77,4	79,5	77	74,1	76,3	80,2
75-100° M.M.	91,1	93,2	94	93,5	91	90,6	95
120-140° M.M.	78	77,6	77,5	76	77,2	77,8	76,3
	75	74,7	76,8	74	68	68,5	87,4
Restbenzin % - 100°							
OZ M.M.	64,5	66	63	59	43	57,5	81
M.M. + 0,12 Pb	75,4	76,3	74,5	75	73,7	73,5	75,8
- 100° M.M.	92,5	-	93	92	-	-	-
>100° M.M.	79,9	79	-	79	77,4	79,1	79
	65,2	67	66,5	61,4	68	67,1	67
Überladeverhalten (Minimum)	zwischen B ₄ und C ₃			Im Min. wie C ₃	wie B ₄	etwas besser als B ₄	wie C ₃
% Vergasung (Koks + Vergas.) auf Benzin + Vergas. ¹⁾	30	-	27	-	17	15	22
% Benzin bezogen a. flüss. Endprodukt	~30	-	~45	-	100	100	100

Bei den Krackbenzinen bleiben infolge des hohen Aromatengehaltes der oberen Fraktionen die Fraktionsoktanzahlen zwischen 100 und 135° (Terrana) bzw. 85 und 150° (Al-Silikat) praktisch konstant, während die Bleizahlen in diesen Gebieten nur wenig abfallen. Bei Aufhydrierung der Ungesättigten tritt bei dem Terranabenzin eine geringe OZ

1) Die tatsächlich gefundenen Werte weichen z.T. von den hier angegebenen ab. Über die Wahl der letzteren vgl. die Bemerkungen auf S. 12

Verbesserung vor allem in den unteren Fraktionen ein, bei dem Benzin vom synthetischen Krackkontakt eine geringe Verschlechterung. Auffällig ist, daß im 1. Fall die Überladekurve praktisch nicht geändert, im 2. Fall dagegen trotz der erniedrigten Oktanzahl deutlich verbessert wird, sodaß man im Minimum die C_3 -Kurve erreicht.

Die Hydrierbenzine waren untereinander (250- und 600 Atm-Benzin) sehr ähnlich und in den unteren Fraktionen bis 85° praktisch identisch mit den Krackbenzinen. In oberen Fraktionen fallen die Oktanzahlen infolge des Fehlens der Aromaten stetig ab.

Das auf 35 % Aromaten dehydrierte 6434-Benzin war unter 100° 1-2 Oktanzahl-Einheiten schlechter, während in den Fraktionen über 100° die Oktanzahlen außerordentlich steil ansteigen.

Die Restbenzinoktanzahlen sind, bezogen auf gleiche Siedekurve, bei den Hydrierbenzinen etwa 1-2 Einheiten besser als bei den Krackbenzinen, bei dem DHD-Benzin in der Fraktion über 100° , möglicherweise aber auch in der bis 100° , etwas schlechter als bei den Krackbenzinen. Da das DHD-Restbenzin nur wenig $\% > 100^\circ$ hat, ist die Oktanzahl des im Versuch erhaltenen Restbenzins aber nicht schlechter als bei den Krackbenzinen.

Im Überladeverhalten ist das DHD-Benzin im Minimum ebensogut wie die beste Krackbenzinprobe (aufhydriertes Al-Silikat-Krackbenzin), im Gesamtverlauf aber steiler. Es ist bemerkenswert, daß für das DHD-Benzin mit 30 % Aromaten ohne Zusätze eine mit C_3 (80:10:10) identische Kurve erhalten wurde. Die gute Qualität des DHD-Benzins ist darauf zurückzuführen, daß es aus 6434-Benzin allein hergestellt wurde. Beim Vergleich mit Krackbenzin ist zu berücksichtigen, daß bei Benzinierung Dehydrierung des Ausgangsöl restlos, beim Kracken dagegen nur zum Teil in Benzin übergeführt werden kann, da das Krack-B-Mittelöl nicht ohne weiteres zurückgeführt werden kann.

Die Versuche.

Zur Entscheidung der Frage, ob das katalytische Cracken bei der Verarbeitung von Vorhydrierungsmittelöl aus Steinkohle hinsichtlich der Qualität der erhaltenen Benzine Vorteile gegenüber der Hydrierung bringt, wurden Crackbenzine und Benzine der 250- und 600 Atm-Benzinierung sowie der 250-Atm-Benzinierung in Kombination mit Dehydrierung genauer untersucht und miteinander verglichen. Als Ausgangsöl zu diesen Vergleichsversuchen diente jeweils das gleiche Produkt, ein in Kammer 501 der Großapparatur mit Kontakt 8376 vorhydriertes Verflüssigungsmittelöl aus ober-schlesischer Kohle von folgenden Eigenschaften:

Tabelle 1:
Ausgangsöl P 1494-B-Mittelöl von Kammer 501
vom 3.11.1941.

		Fraktion	Anilinpunkt
Spez. Gew./20°C	0,872		
Anilinpunkt °C	+ 49		
Siedebeginn °C	196		
% - 200°C	-	180 - 200	+ 44,5
% - 225°C	25	200 - 225	45,2
% - 250°C	53	225 - 250	46,7
% - 275°C	73	250 - 275	49,7
% - 300°C	91	275 - 300	52,5
% - 325°C	-	300 - 325	55,2
% - 350°C	-	325 - 350	63,5
Endpunkt °C	318/98		
% H	0,004		

Folgende Benzinproben wurden hergestellt und untersucht (Versuchsbedingungen vgl. Tab. 2):

Crackbenzine:

- erhalten mit Ferrana als Kontakt,
- dto. katalytisch raffiniert (d.h. Ungesättigte aufhydriert)
- erhalten mit synthetischem Al-Silikatkontakt,
- dto. katalytisch raffiniert.

500 Atm-Hydrierbenzine erhalten mit Terrana-Zn-Cr-Kontakt ohne und mit 0,05 % Mo bei verschiedenen Temperaturen.

250 Atm-Hydrierbenzine erhalten mit Kontakt 6434 unter Rückführung bzw. im geraden Durchgang.

Dehydrierungsbenzin erhalten durch Dehydrierung der Fraktion über 115° des 6434-Benzins (= 50% dieses Benzins) und Vermischen mit der Fraktion bis 115° im Verhältnis 46:54. Es wurde eine kleinere Fraktion dehydriert als bei normaler Arbeitsweise, um ein Benzin vom Aromatengehalt des C₇ und somit von Ähnlichem (allerdings etwas höherem) Aromatengehalt wie die Krackbenzine zu erhalten.

Von diesen Proben wurden folgende Untersuchungen gemacht:

Neben der normalen Benzinuntersuchung (s. Tabl 3) Restbenzinuntersuchung mit Restbenzin >100° und Restbenzin Oktanzahl - 100° und (teilweise) Aromatenzerlegung des Extraktes (s. Tab. 4); Zerlegung der Benzine in Fraktionen - 75°, 75 - 100°, 100 - 120°, 120 - 140°, 140 - 160°, 160 - 180°, >180°, Untersuchung und Bestimmung der Oktanzahl dieser Fraktionen, die in den meisten Fällen redestilliert waren (s. Tab. 3); Überladekurve.

In einer Reihe von Kurvenblättern (1-4) wurden die Oktanzahlen der Fraktionen über dem jeweiligen mittleren Siedepunkt (50 % Punkt) der betreffenden Fraktion aufgetragen, zusammen mit dem Aromatengehalt und dem Anilinpunkt II der Fraktionen. Auf einem weiteren Kurvenblatt sind die dabei erhaltenen Kurven für Oktanzahl und Aromaten noch einmal zum besseren Vergleich übereinandergezeichnet (Blatt 5). Da die Benzine sich in ihren Siedekurven zum Teil stärker unterschieden, sodaß aus den Restbenzinoktanzahlen der Gesamtbenzine (bzw. der Fraktionen bis und über 100°) noch kein direkter Vergleich der Restbenzinqualitäten möglich ist, wurden aus den Oktanzahlen der Fraktionen die Restbenzin-Oktanzahlen der Fraktionen berechnet, wobei für die Aromaten ein Mischwert von 93,5 zugrunde gelegt wurde. Zur Annahme dieses Mischwertes ergaben sich verschiedene Anhaltspunkte. 1) Nach der ermittelten Aromatenverteilung mußte der Mischwert zwischen dem von Reinbenzol und dem für DED-Aromaten

ermittelten (90-92) liegen. 2.) Aus den Restbenzinoktanzahlen der Fraktionen über 100° und den Oktanzahlen der ursprünglichen aromatenhaltigen Benzine läßt sich der Mischwert der Aromaten annähernd berechnen. Als Mischwert ergibt sich 93,5 bei stärker streuenden Einzelwerten. 3.) Eine Berechnung der Restbenzin-Oktanzahl der Fraktionen mit etwas höheren Mischwerten ergab einen Kurvenverlauf, der in der Gegend des Aromatenmaximums der Krackbenzine deutlich erkennen ließ, daß die Aromaten überbewertet waren. Die berechneten Restbenzin-Oktanzahlen sind in Abhängigkeit vom mittleren Siedepunkt der Fraktionen auf Kurvenblatt 6 aufgetragen. Die Unsicherheit dieser Kurven dürfte nur bei den Krackbenzinen und auch bei diesen nur in den höheren aromatenreichen Fraktionen (etwa oberhalb 110°) größer sein als die einer direkten Restbenzin-Oktanzahl-Bestimmung.

Ergebnisse der Fraktionszerlegungen.

Die Krackbenzine enthalten in ihren oberen Fraktionen bis zu 48 bzw. 57 Gew. % Aromaten und zwar besonders Xylol (bei Terranakontakt waren 42,5 %, bei dem synthetischen Krackkontakt sogar 49 % der im Benzin - 155° enthaltenen Aromaten Xylol). Als Folge davon bleibt bei dem mit Terranakontakt erhaltenen Krackbenzin die Motor-Oktanzahl zwischen etwa 100 und 135° praktisch konstant, während der Bleiwert in diesem Gebiet nur sehr schwach abfällt. Oberhalb von 135° fallen die Oktanzahlen zunächst langsamer, oberhalb von etwa 150° dann schneller ab, weswegen die für Überladeversuche hergestellten Proben zur Erreichung möglichst guter Qualität bei 155° Endpunkt abgeschnitten wurde. Das mit synthetischem Kontakt bei 50° tieferer Temperatur erhaltene Benzin zeigte entsprechend seinem höheren Xylolgehalt sogar einen geringen Wiederanstieg der Motor-Oktanzahl um etwa 1 Oktanzahl-Einheit zwischen 105 und 135°, sodaß die Oktanzahl zwischen 87 und 150° innerhalb einer Oktanzahl-Einheit konstant bleibt. Infolge der geringeren Bleiempfindlichkeit der Aromaten fällt die Bleioktanzahl im ganzen Gebiet ab, zwischen 100 und 130° allerdings nur schwach. Im ganzen liegen die Fraktionsoktanzahlen bei dem synthetischen Kontakt höher als bei Terranakontakt, und zwar in den unteren Fraktionen 1-2 Einheiten, in den oberen Fraktionen 3-5 Einheiten; bei der Bleioktanzahl macht der Unter-

schied nur 1-2 Einheiten aus. Die Gesamtbenzine bis 155° unterschieden sich in der Oktanzahl um 2,5 Einheiten (79,5 synthetischer Kontakt gegenüber 77 Terranakontakt), wobei allerdings das Terranabenzin mehr % - 100 hatte (58 gegen 51).

Bei Aufhydrierung der Ungesättigten ändern sich die Oktanzahlen der beiden Krackbenzine in etwas verschiedener Weise: Bei Terranakontakt tritt in den unteren Fraktionen eine Verbesserung bis zu etwa 2 Oktanzahl-Einheiten, oberhalb von 150° eine geringe Verschlechterung um etwa 1 Einheit ein. Ähnlich wie die Grundoktanzahl ändert sich auch der Bleiwert. Die Bleisahl des Gesamtbenzins bis 155° wird um 0,5 Einheiten, die Bleisahl um etwa 2 Einheiten gehoben (von 77/91 auf 77,5/93). Bei dem Benzin vom synthetischen Kontakt tritt in allen Fraktionen eine Verschlechterung ein, die zwischen 1 und 2,5 Einheiten beträgt. Die Oktanzahl des Gesamtbenzins gingen von 79,5/94 auf 77/93,5 bei allerdings etwas weniger % - 100 (46 gegen 51) zurück. Das aufhydrierte Benzin vom synthetischen Kontakt war danach mit 46 % - 100° immer noch ebensogut wie das vom Terranakontakt mit 58 % - 100°. x)

Die verschiedenen Hydrierbenzine waren untereinander sehr ähnlich. Infolge der höheren Temperatur bei der 600 Atm-Benzinierung enthielten die untersuchten 600 Atm-Benzine etwas mehr Aromaten als das 250 Atm-6434-Benzin und hatten demzufolge in den obersten Fraktionen etwas bessere Oktanzahlen. Der Oktanzahlabfall mit steigendem Fraktionssiedepunkt war bei den 600 Atm-Benzinen etwa linear, bei dem 250 Atm-Benzin in den oberen Fraktionen etwas rascher.

Der Vergleich der Hydrierbenzine mit den Krackbenzinen zeigt, daß die Hydrierbenzine in der Grundoktanzahl in den unteren Fraktionen (- 90°) bis zu 2 Oktanzahlen besser sind als das Terranakrackbenzin und etwa ebensogut wie das 6752-Krackbenzin. Die Bleioktanzahl ist in den gleichen Fraktionen bei den Hydrierbenzinen 1-4 Oktanzahl-Einheiten besser als bei den verschiedenen raffinierten und nicht raffinierten Krackbenzinproben. Oberhalb von 90° liegt die Grundoktanzahl bzw. oberhalb von 100° die Bleioktanzahl bei den Krackbenzinen höher als bei den Hydrierbenzinen, da sich in diesem Gebiet die höheren Aro-

x) Dieser Unterschied in den % - 100° ist nicht kontaktbedingt, sondern eine Folge nicht ganz vergleichbarer Fahrbedingungen.

matengehalte der Krackbenzine bemerkbar machen. Die maximalen Unterschiede treten zwischen 6434-Benzin und 6752-Krackbenzin auf und betragen bei 150° in der Grundoktanzahl 15, in der Bleizahl 9 Oktanzahl-Einheiten.

Berechnet man rückwärts aus den Oktanzahlen der Fraktionen die Oktanzahlen der Gesamtbenzine, so erhält man Werte, die um etwa 1 Oktanzahl-Einheit unter den tatsächlich gemessenen liegen; möglicherweise verhalten sich die oberen Fraktionen in Mischung mit den unteren etwas günstiger als für sich allein.

Das dehydrierte 6434-Benzin war in den Fraktionen bis 100° praktisch wie das Terranakrackbenzin und somit 1-2 Oktanzahl-Einheiten schlechter als das Benzin vom synthetischen Krackkontakt und die Hydrierbenzine selbst. Oberhalb von 100° steigen die Oktanzahlen infolge des außerordentlich steilen Aromatenanstieges steil an und erreichen mit 95 (Motor-Methode) bei 154° einen Wert, der noch über den Bleiwerten der übrigen Benzine liegt.

Die berechneten Restbenzinoktanzahlen der Fraktionen fallen bei den Krackbenzinen etwa geradlinig mit dem Fraktions-siedepunkt ab. Das Terrana-Krackbenzin liegt dabei um ca. 3 Oktanzahl-Einheiten unter dem 6752-Krackbenzin, welches von Oktanzahl 79 bei 70° auf Oktanzahl 56,5 bei 150° absinkt. Die bei 150°, also in der Gegend des Aromatenmaximums, bei beiden Krackbenzinen unter die gezeichneten Geraden fallenden Punkte könnten darauf hindeuten, daß die mit einem Mischwert von 93,5 eingesetzten Aromaten möglicherweise etwas überbewertet sind. Bei Annahme eines anderen Mischwertes würde sich der Charakter der Kurven nicht ändern, sondern lediglich die Neigung der Geraden und zwar würde z.B. bei einem Mischwert 90 die Restbenzin-Oktanzahl des 6752-Krackbenzins bei 190° um 2,5 Einheiten erhöht. Die Unsicherheit in dem interessierenden Bereich bis etwa 150° ist danach belanglos.

Bei den raffinierten Krackbenzinen streuen die berechneten Restbenzinoktanzahlen stärker. Die Unterschiede zwischen den beiden Krackkontakten scheinen dabei kleiner zu sein als bei den nichtraffinierten Benzinen. Als mittlere Oktanzahlkurve wurde eine gemeinsame Gerade angenommen (gestrichelt), die zwischen den beiden Geraden für die nichtraffinierten Benzine verläuft.

Die Restbenzinoktanzahlen der 3 untersuchten 250- bzw. 600-Atm-Hydrierbenzine fallen trotz der verschiedenen Benzinierungstemperaturen (20,5-22,3-24,3 mV) praktisch zusammen und liegen auf einer etwas gekrümmten Kurve, die im ganzen Siedebereich über der Geraden für Terranakrackbenzin liegt und in den untersten und obersten Fraktionen etwa mit den Geraden für 6752-Krackbenzin und raffinierte Krackbenzine zusammenfällt, während sie zwischen 70 und 120° auch noch bis zu maximal 2 Oktanzahl-Einheiten über diesen liegt.

Da die verschiedenen hier betrachteten Restbenzine praktisch das gleiche Paraffin-Naphthenverhältnis aufweisen, wie sich am deutlichsten aus den Anilinpunkt-II-Kurven ergibt, die praktisch alle zur Deckung zu bringen sind, deuten die Unterschiede der Restbenzinoktanzahl-Kurven auf Unterschiede im Isomerisierungsgrad der verschiedenen Benzine.

In den tatsächlich bestimmten Restbenzinoktanzahlen (Gesamtrestbenzin sowie Fraktion bis und über 100, vgl. Tab.4) werden die Unterschiede durch Verschiedenheiten der Siedekurve teilweise verschleiert, doch scheint sich auch hier ein gewisser Vorteil der Hydrierbenzine zu ergeben. Die beiden 6434-Benzine, von denen das eine im geraden Durchgang, das andere unter Rückführung hergestellt wurde, stimmen mit Restbenzin-Oktanzahl 73,0 und 73,7 praktisch überein; das unter Rückführung hergestellte, das in seiner ganzen Siedekurve etwas höher liegt, ist möglicherweise eine Kleinigkeit besser als das im geraden Durchgang erhaltene.

Das Restbenzin des dehydrierten 6434-Benzins hat, wie sich aus seiner Anilinpunkt-II-Kurve ergibt, in den unteren und oberen Fraktionen einen etwa 10 % höheren Paraffingehalt als die

vorher genannten Benzine, zwischen 75 und 120° aber etwa den gleichen, sodaß die Restbenzinqualität etwas schlechter sein dürfte als bei den übrigen Benzinen. In den Oktanzahlen des Gesamtrestbenzins und der Restbenzinfractionen bis und über 100° wird der Unterschied durch die großen Unterschiede der Siedekurven verdeckt. Die für die Fraktionen berechneten Restbenzinoktanzahlen deuten in der vermuteten Richtung, sind aber in diesem Fall äußerst unsicher. Für das Gesamtbenzin errechnet sich ein Aromatenmischwert von 88, während, wie insbesondere aus der höchsten Fraktion mit Oktanzahl 95 zu ersehen ist, für die einzelnen Fraktionen wesentlich davon verschiedene Mischwerte gelten dürften.

Überladekurven.

Im Überladeverhalten, das in Oppau untersucht wurde, stimmt das 6. Benzin mit zufällig nur 44,5 % - 100° mit B₄ überein, während die Überladekurven des 600-Atm-Benzins infolge ihres höheren Aromatengehaltes etwas steiler verlaufen und im Minimum infolge des höheren %-Gehaltes bis 100° 53 bzw. 57 % etwa 1/2 Atm über B₄ liegen.

Die Krackbenzine liegen im Minimum zwischen B₄ und C₃ und zwar sind die Kurven für das Terrana-Krackbenzin vor und nach dem Raffinieren praktisch identisch, während das 6752-Benzin vor dem Raffinieren merkwürdigerweise im Minimum etwa 1 Atm schlechter, nach dem Raffinieren allerdings 1/2 Atm besser als das Terrana-Benzin ist. Das raffinierte Krackbenzin vom synthetischen Krackkontakt gab somit die beste Überladekurve, die im Minimum mit C₃ praktisch zusammenfällt und in der Steilheit etwa in der Mitte zwischen C₂ und C₃ liegt. Die Überladekurve des DHD-Benzins fällt im ganzen Verlauf mit C₃ zusammen, obwohl das Benzin nur 30 Vol.-% Aromaten enthielt.

Vergleich der Ausbeuten bei den verschiedenen
Herstellungsverfahren.

Bei einem Ausbeutevergleich ist zu berücksichtigen, daß bei der Benzinierung das Ausgangsmittelöl vollständig auf Benzin verarbeitet werden kann, beim Kracken dagegen nur 46 % Benzin neben 54 % B-Mittelöl (Kontakt 6752) bzw. 28 % Benzin neben 72 % Mittelöl anfallen, falls man nicht noch eine raffinierende Vorhydrierung für das Krack-B-Mittelöl vorsieht.

Am Kopf der Tabelle 4 sind für die verschiedenen Benzinproben Leistung und Vergasung angegeben. Die 150-er Benzinleistung nimmt von 0,4 bei den Hydrierbenzinen über 0,18 bei dem 6752-Krackbenzin bis zu 0,12 bei dem Terranakrackbenzin ab, während die Vergasung (bezogen auf Benzin + Vergasung bei den Hydrierbenzinen bzw. auf Benzin + Vergasung + Koks bei den Krackbenzinen) gleichzeitig von 11 % bei dem 6434-Benzin über 13-18 % (je nach der Temperatur bzw. dem Aromatengehalt) bei den 600-Atm-Benzinen zu 32 % bei dem 6752-Benzin bzw. 34 % bei Terranakrackbenzin ansteigt. Der Raffinationsverlust bei der Aufhydrierung der Ungesättigten in den Krackbenzinen wurde nicht genau ermittelt. Er ist jedenfalls gering und dürfte im Großen einschließlich der Manipulationsverluste wohl noch unter 0,5 % liegen.

Die Benzinierungsleistungen erscheinen hier etwas niedrig, da sich das Ausgangsöl trotz seines hohen Anilinpunktes nur schlecht benzinieren ließ. Es scheint möglich, daß wir ein bei der Aufbewahrung verunreinigtes Vorhydrierungsmittelöl erhielten. Eine H_2SO_4 -Wäsche desselben brachte keine Besserung. Bei den Krackbenzinen könnte durch Anwendung höheren Durchsatzes ebenfalls eine höhere Leistung erzielt werden.

Die in der Tabelle der Zusammenfassung für die Vergasungen angegebenen Werte weichen zum Teil von den obigen Werten ab. Für die Abänderungen waren folgende Überlegungen maßgebend:

Die Vergasung dürfte bei den Krackbensinen durch geeignete Fahrweise noch um schätzungsweise 5 % zu senken sein, wie sich auch aus Versuchen von Dr. Free ergibt, da wohl nicht die hinsichtlich Ausbeute optimalen Bedingungen angewendet wurden und in der behelfsmäßigen Apparatur die Kokswerte wahrscheinlich zu hoch ausfielen.

Das dehydrierte Benzin war aus einem mit 9,5 % Vergasung erhaltenen 6434-Benzin vom Endpunkt etwa 160° erhalten worden. Die Dehydrierung der Fraktion >115° wurde im 1 Lbb-Ofen in 2 16- bzw. 13-stündigen Zyklen mit 71,3 bzw. 74,8 % Ausbeute durchgeführt, entsprechend einer Ausbeute von 78,5 bzw. 80 % an DHD-Benzin + Leichtbenzin bezogen auf Vorhydrierungsmittelöl. Der Redestillationsrückstand über 165° betrug rund etwa 2 % und ist dabei nicht als Verlust eingesetzt, da er z.B. in die Vorhydrierungsstufe zurückgeführt werden könnte. Die oben angegebene DHD-Ausbeute ist unverhältnismäßig niedrig, da der Kontakt aus einer schlechten, hohe Vergasung ergebenden Tonerdeprobe aus der Anfahrperiode der neuen Oppauer Tonerdefabrik hergestellt war (Probe A 1). Bei einer Dehydrierung auf etwa 72 Gew. % Aromaten im DHD-Abstreifer wie hier wäre normalerweise mit 80 % DHD-Ausbeute zu rechnen. Andererseits erscheint die bei der 250-Atm-Benzinierung hier gefundene Vergasung selbst in Anbetracht der etwas zu niedrigen % bis 100° zu niedrig und wäre daher im Vergleich mit sonstigen Erfahrungen mit Kontakt 6434 auf etwa 15 % zu schätzen, wobei sich eine Ausbeute an Mischbenzin (DHD-Benzin + Leichtbenzin) von etwa 78 % bezogen auf Vorhydrierungsmittelöl ähnlich dem hier gefundenen Wert ergibt. Für das für sich allein untersuchte 6434-Benzin mit Endpunkt 150° wurde entsprechend mit einer wahrscheinlichen Vergasung von 17 % gerechnet.

Über die sonstigen Ergebnisse bei den Krackversuchen (Ausbeute und Qualität der Benzine in Abhängigkeit von Temperatur, Durchsatz, Zyklusdauer, Ausgangsöl, Kontakt usw.) wird getrennt berichtet.

Gemeinsam mit
Dr. Donath
Dr. Nonnenmacher
Dr. Lajus
Dr. Dehn

gez. Reitz

Aromatic
Petrol 600 BT5

See file

000179

Ofen Datum	6108 - Krackbenzine					5752-Krackbenzine		600 Atm-Benzinierung				250 Atm-Bi	250 Atm-Bi
	601 5.11.	- 6.-9.11.	katalyt. raffin. 308/I 14.11.	601 10.-11.11.	katalyt. raffin. 303/I 20.-21.11.	601 23.11.-3.12.	katalyt. raffin. 308/I 8.-13.12.	308/III 6.-11.11.	14.-21.11.	15.11.	21.-28.11.	316 23.-29.11.	316/1.-3.12.+ 308/1/2, 25.12.
120-140°: Gew.%		8,0	6,8	15,1	12,7	10,6	12,6	24,2-150°	28,7	22,9-150°	25,0	15,4	11,9
Spez.Gewicht/15°		0,827	0,805	0,802	0,804	0,806	0,807	0,800	0,780	0,791	0,793	0,778	0,839
Anilinpunkt I/II		+13,7/53,6	+15,6/53,2	+16,2/53,5	+16,6/54,1	+12,6/53,5	+13,4/53,5	+33/53,9	+40,1/54,2	+40,6/54,4	+34,3/54	+45,7/54	-22,2/56,3
50% - Punkt		127	126	126	129	126	126	137	129	136	132	126	131
Gew.% Aromaten		42	40	39,5	40	42,5	42,5	24	17	16,5	23	10	76
OZ: Res.-Methode		-	85	81,8	-	84	-	71,5	-	-	-	-	-
M.-M./M.-M.+0,12 Pb		74/37,8	73,8/-	75/88,4	74,7/-	76,8/89,5	74/-	68/82	68,5/84,3	64,8/84	69,2/84,5	68/86,2	87,4
Restbi.OZ.Mot.berechn.		59,8	60,7	63	62,2	64,5	59,6		63,7		62	65,2	-
140-160°: Gew.%	125-180° 38	12,9	13,7	9,6	9,7	11,1	10,8					14,0	12,7
Spez.Gewicht/15°		0,842	0,832	0,819	0,825	0,831	0,834					0,801	0,871
Anilinpunkt I/II		+8,3/54,7	+7,2/53,8	+7,5/54	+5,4/54,2	+11,5/54	-3,2/55,5	-3,5/+55,5				+46,2/54,3	-42/58,5
50% - Punkt		158	149	148	145	149	142	146				149	154
Gew.% Aromaten		47,5	47,5	47,5	49	44	56	56				10	90,5
OZ: Res.-Methode		-	82,6	84,6/97,6	-	-	86,8	-				-	-
M.-M./M.-M.+0,12 Pb		71,4/-	72/85	72,5/84	73/-	71,5/-	76,8/87,5	75/-				61/76,2	95,0
Restbi.OZ.Mot.berechn.		52,6	53,3	53,3	54,4	55,7	51,6					57,5	-
160-180°: Gew.%		16,2	16,6	4		14,9	16,0						
Spez.Gewicht/15°		0,846	0,846	0,884		0,840	0,845						
Anilinpunkt I/II		+15,6/53,4	+15,8/53	+16,3/53,5		+4,5/55,5	+6/55,3						
50% - Punkt		169	169	157		156	166						
Gew.% Aromaten		40	39,5	39,5		50,5	50						
OZ: Res.-Methode		73,2/92	74,2/90,6	-		80,2	-						
M.-M./M.-M.+0,12 Pb		66,8/80	65,8/78,5	72/-		732/82	71,6/-						
Restbi.OZ.Mot.berechn.		49	47,6	-		52,5	49,8						
180-200°: Gew.%		18,1	20,6			11,4	13,5						
Spez.Gewicht/15°		0,863	0,884			0,864	0,863						
Anilinpunkt I/II		+22,8/55	+23,5/55			+19,2/58,4	+20/57,1						
50% - Punkt		191	193			192	192						
Gew.% Aromaten		35	34			41	39,5						
OZ: Res.-Methode		65/84	68,5/84			65,5	-						
M.-M./M.-M.+0,12 Pb		61,5/75	59,7/74,5			64,8/76,5	64/-						
Restbi.OZ.Mot.berechn.		44,2	42,2			44,7	44,8						

Tabelle 3:
Benzinuntersuchungen.

000182

	6 1 0 8 - Krackbenzine					6 7 5 2 - Krackbenzine				600 Atm-Benzinierung				250 Atm-Benzinierung		250 Atm-Benzinierung		Mischung 54:46
	601 5.11.	- 6.-9. 11.	308/I 14.11.	601 10.-11. 11.	303/I 20.-21. 11.	601 28.11.-3.12.	308/I 8.-13.12.	308/III 6.-11. 11.	- 14.- 21.11.	15.11.	- 21.- 28.11.	316 23.- 29.11.	- 5.12.	316 1.-13. 12.	308/I 24.- 25.12.	316/1.-13.12.	316/1.-13.12.	
Ofen Datum 1941	1	1	1/25	1	1/25	1	1/25	600	600	600	600	250	250	250	25	-	-	
Druck Atm	24	24	24/15	24	24/15	21	21/15	22,5- 25	22- 22,5	22	24- 24,5	250	250	250	25	-	-	
Temperatur mV	0,5	0,5	0,5/ 2,8-0,7	0,5	0,5/0,7	0,5	0,5/0,7	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,2	1,2	1,2	0,5	-	
Durchsatz kg/Ltr/Kont.	1 a	1 b	1 c	2 c	3	4	5	6	(6)	7	8	9	10	11	12	13	14	
Proben Nr.	1 a	1 b	1 c	2 c	3	4	5	6	(6)	7	8	9	10	11	12	13	14	
Benzin	-180°	-200°	-200°	-150°	-150°	-200°	-150°	-200°	-150°	-150°	-150°	-150°	-150°	-150°	-150°	-115°	-165°	
Spez.Gewicht/15°	0,764	0,785	0,793	0,740	0,744	0,768	0,751	0,782	0,758	0,745	0,741	0,732	0,741	0,738	0,738	0,703	0,812	
Anilinpunkt I	+ 25	+ 26,3	+ 26,6	+ 33,6	+ 37,8	+ 28,6	+ 32,4	+ 25,7	+ 31,5	+ 42	+ 45,1	+ 47,7	+ 42,2	+ 47,8	+ 47,2	-	-11	
Anilinpunkt III	+ 54,2	+ 52,2	+ 52	+ 53,5	+ 52,6	+ 54	+ 53,5	+ 52,7	+ 53	+ 52,5	+ 52,7	+ 53,5	+ 52,5	+ 52,8	+ 52,4	-	+ 57,5	
Jodzahl (Hanus 38)	16,8 ¹⁾	-	-	21,0 ¹⁾	1,1	5,4 ¹⁾	9,1	-	2,7	-	1,2	-	2,7	2,8	-	-	6,0	
Siedebeginn °C	41	37	46	40	41	34	41	48	48	41	42	30	47	53	38	32	34	
- 50	3	3	1	3	1	5	2	6	9	13	1,5	8	0,8	-	2	11	3,5	
- 70	14	11,5	7	20	16	16	16	6	9	13	9,5	23	13	6,5	13	36,5	40	
- 100	39	29	27	58	58	37,5	51	30	46	53	5,5	57	57	44,5	50	86	18	
- 120	59	42	41	79	83	53	74,5	48	73	79	53,5	80	82	72	79	86	22	
- 140	74,5	55	54	91,5	94	66,5	92	63	91	95	81,5	95,5	97	92	94	94	42	
- 150	80	62	62	95	97	73	95,5	70	95,5	95	97	95,5	97	92	94	94	77	
- 180	96,5	84	86	-	-	91	-	91	-	-	-	-	-	96,8	91	91	89	
Endpunkt °C	182	201	201	158	153	198	157	200	157	144	144	141	142	152	151	118	78	
Destillat.-Verlust	1	1,2	0,3	1,0	0,8	1,5	0,8	0,8	0,8	0,8	0,7	2,3	0,5	1,9	0,8	3,5	91	
Zusammensetzung																		
Gew.% Parffine	31,5	28	29	33,5	35	33	35	30	33	37	38	42	37	40,5	39	18,5	31,5	
Naphthene	34,5	40	42	40	47	36,5	38,5	40	42,5	50	52	50	50	53	53,5	13	32	
Aromaten	32	29	28,5	23	17,5	28,5	24,4	30	24,5	12,5	8	7	12,5	6	6,5	67,5	35,5	
Ungesättigte	2	3	0,5	3,5	0,5	2	-	-	-	0,5	1	1	0,5	0,5	1,5	(1)	1	
Oktanzahl Res.-Methode	-	82,3	75	86,4/ 100	83	84	-	82,8	84	79,5	-	77,8	-	-	-	-	91,3/105	
Motor-Methode	77,2	74,7	72	77	77,4	77	79,5	74	77	74	76,3	77,4	76,3	74,1	74,7	-	80,2	
Motor- " + 0,12 % Pb	-	85,6	83,5	91,1	93,2	90,5	94	88,7	93,5	89,9	90,6	93,5	91,8	91,0	-	-	95	
Bombentest																		
Abfall Atm	-	1,5	-	-	1,2	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	0,7	
Glasschale vorher mg	-	1,7	-	0	0	0	1,8	-	Abfall	0	0	0	0	0	Abfall	0	0	
Glasschale nachher mg	-	366/186	-	66/54	10,3/5,6	8,3/6,9	-	-	0	0	0	0	0	0	28,8/23,1	0	31,3/27,3	
Cu-Schale	-	12,4	-	1,7	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	1,8	0	1,3	
Dampfdruck Atm	-	-	-	0,528	0,548	0,455	-	-	-	0,416	-	0,451	0,352	0,569	-	-	-	

1) aus Bromzahl

1) *Unterbindung im Einleitungsraum*

a) *verbleibende Menge*

b) " *Quelle*

c) " *Liedbeurteilung*

2) *Verbleibende Kontakte, Temperatur
Tabelle schwarze Haltung*

~~Quelle~~ *Quelle*

Düngemittel

Reduziert ~~Vital~~

Temp - Abfall in Auftrag

formung

Indikator, an Anwesenheit

Cyberlänge

3) *Kat Op - See*

Überladekurven 30% Raum,

000183

316

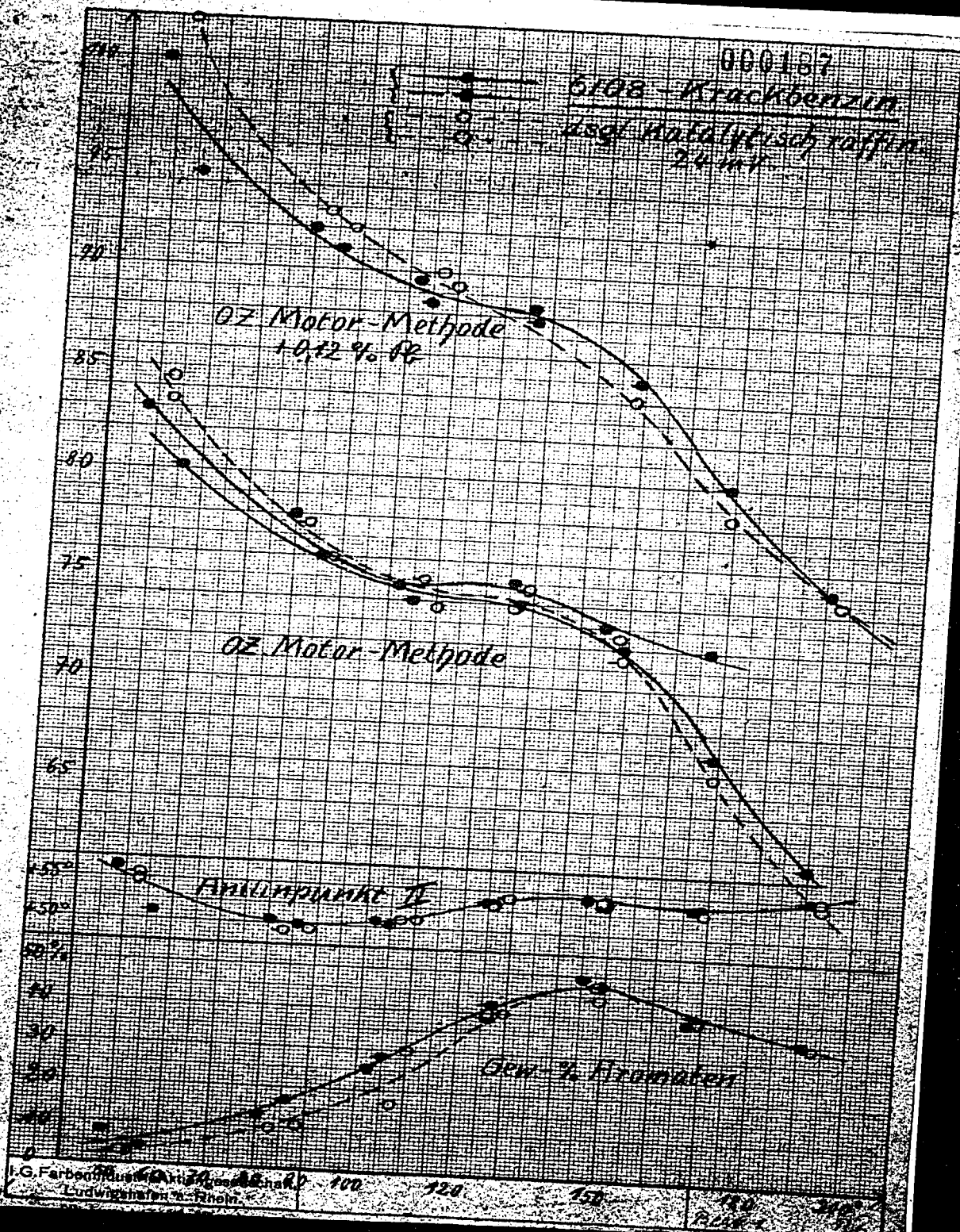
	1.12.41	3.12.	4.12	6/7.12.	8.	9.	10	12.	11.	2.11
	728	723	718	726	726	728	725	722.	720	730
Ap.	49	48,5	49	47,5	48,5	48,5	49,5	50	49,5	49
S. B.	32	34	29	30	28	31	34	30	34	40
40	2,0	1,5	3,5	2,0	7,0	2,5	1,5	2,5	2,5	0
50	6,0	4,5	8,0	6,0	9,0	7,0	5,0	7,5	8,5	4
70	15,0	16	18	15,0	21,0	18,0	15,0	22	18,0	15
100	40,5	45,5	43	39,5	50,0	44	38,0	47	44,5	44
120	62,0	70,5	65	61,5	72,0	66,5	57	67	65	65
150	86,0	92	88	87,0	91,0	91	85,5	90	92	90
160	92	158								99
Ep.	168	158	158	162	160	158	162	159	162	160
R. star	1,5	1,5	2	2,0	1,5	1,5	1,0	1,5	2,0	1
Vel.	4,5	2,5	8	6,0	3,5	4,5	4,0	3,5	3,5	0

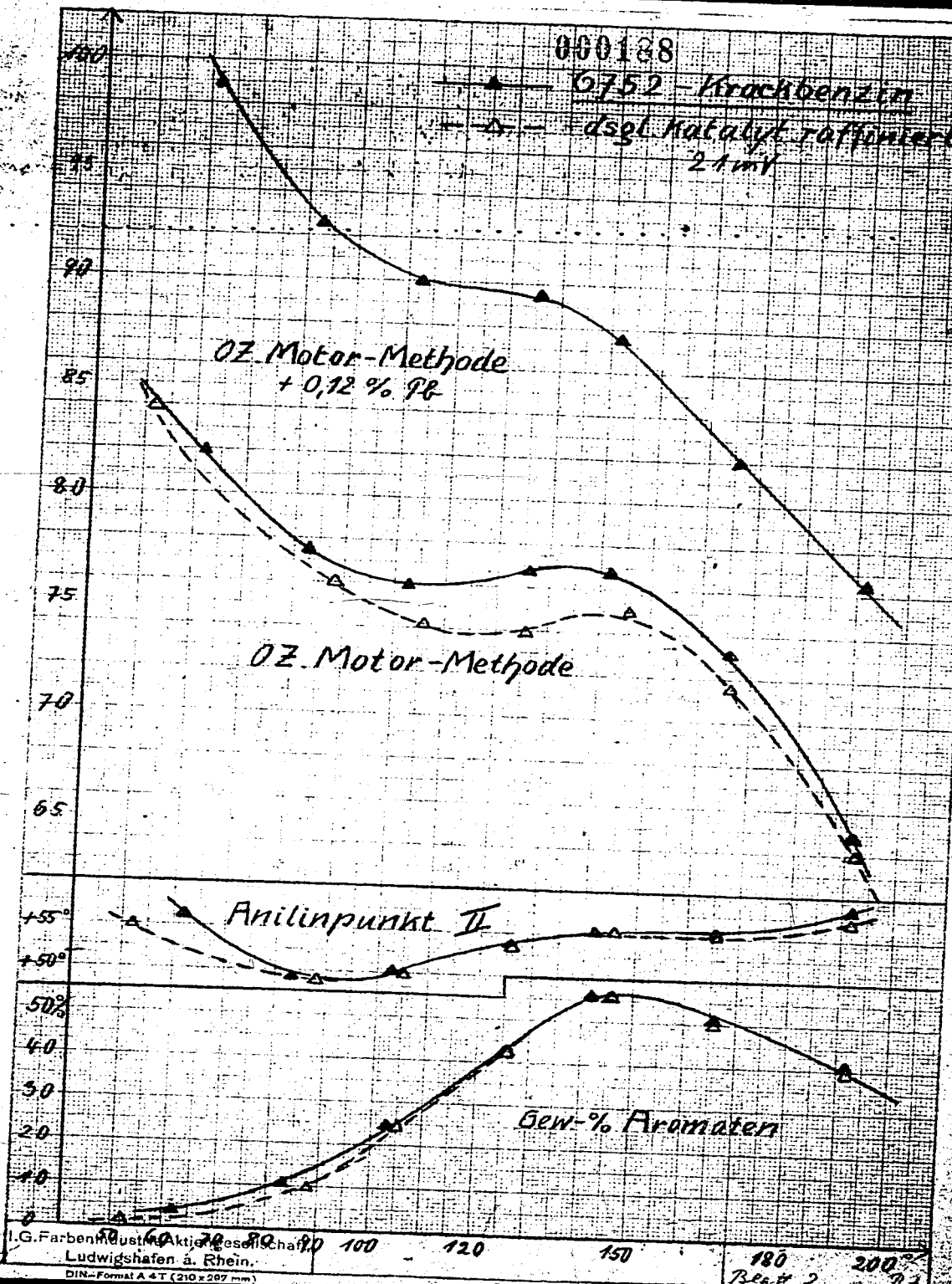
Tabelle 3a:

Fractionszerlegungen zu Tabelle 3

000185

Ofen Datum 1941	6108 - Krackbenzine katalyt. raffin.					5752-Krackbenzine katalyt. raffin.		600 Atm-Benzinierung				250-Atm-Bi m. Rück- führs.	250 Atm-Bi + DID Mischung 54:46
	601 5.11.	6.-9.11.	308/I 14.11.	601 10.-11. 11.	katalyt. raffin. 303/I 20.-21. 11.	601 25.11.- 3.12.	308/I 8.-13.12.	308/III 6.-11.11.	14.-21.11.	15.11.	21.-28. 11.	316 25.-29. 11.	316/1-13.12.+ 308/1/24-25.12.
Fractionen													
-75°: Gew.%	42,6	20,5	14,8	20,0	24,9	10,0	17,2	49,4	21,1	47,5	19,6	21,9	27,0
Spez.Gew./15°	0,710	0,667	0,673	0,660	0,669	0,694	0,668	0,705	0,673	0,688	0,666	0,666	0,663
Anilinpunkt I/II	+ 40,5/ 54,2	+ 47,8/ 51	+ 52,2/ 54,8	+ 50/ 56,5	+ 52,8/ 55,4	+ 53,1/ 56,3	+ 53,5/ 55	+ 49,7/ 53,6	+ 54,5/ 55,8	+ 53/ 55	+ 54,5/ 56,5	+ 55,5/ 56,5	+ 54,5/ 58,6
50 % - Punkt	73	56	53	48	53	52	52	72	55	67	50	52	50
Gew.% Aromaten	15,5	4	3	8	5	4	1,5	5	1,5	2,5	2,5	1	5
OZ: Res.-Methode	-	91,5/106	88,6	91,3/106	-	-	-	85,7	-	86,3	-	-	-
M.-M./M.-M.+ 0,12 Pb	80,5/-	80,2/ 94,5	83,4/102	83/100	84,5/-	82/99	84/-	80,2/ 96,8	83,2/102	82/100	83,4/102	82,5/-	-
Restbenzin OZ-Mot.- Methode berechn.		79,7	83	82	84,2	81,5	84						
75-100°: Gew.%		11,7	16,1	27,4	29,4	26,3	14,4				83,2	82,5	81,8
Spez.Gew./15°		0,750	0,751	0,739	0,742	0,743	0,746		24,0		36,5	28,9	26,4
Anilinpunkt I/II		+ 35,8/ 50,1	+ 38,6/ 49,4	+ 39,5/ 50,6	+ 41/ 49,5	+ 40,2/ 49,6	+ 40,8/ 49,1		0,738		0,736	0,731	0,748
50 % - Punkt		85	88	80	83	83	88		+ 45,2/ 49,8		+ 43,2/ 50	+ 47,5/ 50,5	+ 36,8/ 50,3
Gew.% Aromaten		17	11	13	10	11	10		83		84	84	84
OZ: Res.-Methode		87,8	82,6	84,1/97	-	4	10		5,5		8,5	4,0	16,0
M.-M./M.-M.+ 0,12 Pb		76/91	76/92	78/92	77,6/ 92,8	7,5/ 2,5	76/-		-		-	-	-
Restbenzin OZ-Mot.- Methode berechn.		72,4	73,8	75,7	76	5,5	74		77,8/ 91,8		77,5/ 91,8	77,2/ 93,8	76,3
100-120°: Gew.%													
Spez.Gew./15°	21,3-125°	12,6	11,4	22,9	22,8	14,1	15,3	26,4-125°	25,4	29,6-125°	18,9	19,4	21,5
Anilinpunkt I/II	0,787	0,780	0,785	0,774	0,779	0,776	0,778	0,770	0,762	0,762	0,766	0,760	0,795
50 % - Punkt	+ 19,2/ 53,5	+ 25,5/ 50,6	+ 24,9/ 51,2	+ 28,3/ 50,8	+ 37/ 51,1	+ 28/ 50,3	+ 29/ 50,1	+ 37,5/ 50,8	+ 42,2/ 51	+ 42,5/ 51	+ 37,4/ 50,8	+ 35/ 51	+ 8,7/ 52
Gew.% Aromaten	109	105	110	102	107	103	105	107	105	105	105	106	105
OZ: Res.-Methode	36	28,5	30	25,5	17	25	24,5	16	10,5	10	16	7	45
M.-M./M.-M.+ 0,12 Pb	75,3/-	85,2	-	81,8/95,3	-	32	-	76	10,5	76,1	-	-	-
Restbenzin OZ-Mot.- Methode berechn.		74/88,5	73,7/89,5	74,7/89,6	75/90	76/90	74,2/-	72,5/ 89,3	73/89	72,5/90	73/88,5	72,5/ 88,6	71
		66,2	65,2	67	-	70,2	68		70,8		69		



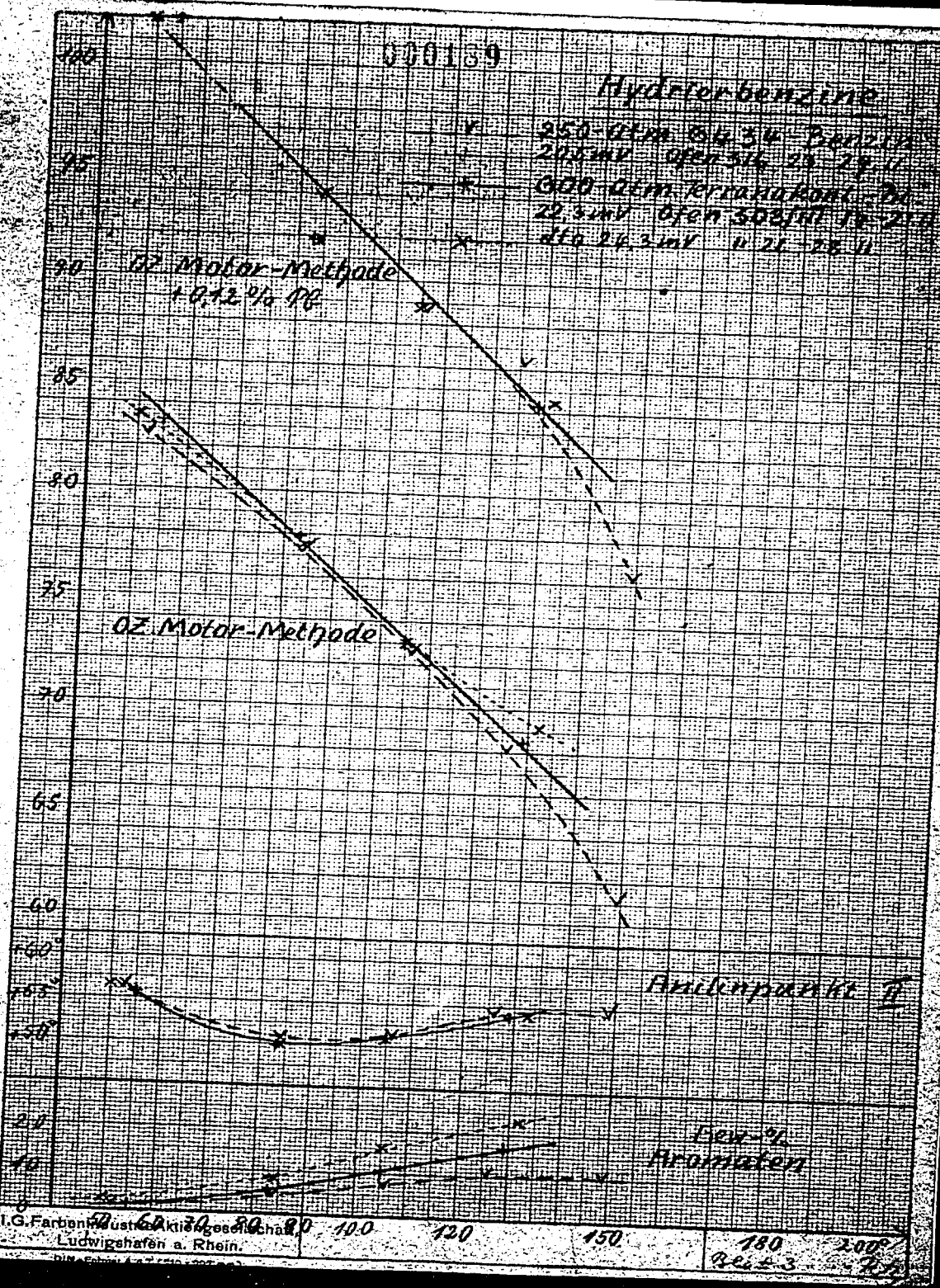


7490

000189

Hydrierbenzine

- v 250-400 ml Benzol
- 200 ml Ofen 516 25-29.11
- x 600-800 ml Terphenylol
- 200 ml Ofen 508/11 14-21.11
- o 200-300 ml 11.21-28.11



I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
 Ludwigshafen a. Rhein.

10.0 120 150 180 200

Beitrag 3

T
A
S
A
K
O
K

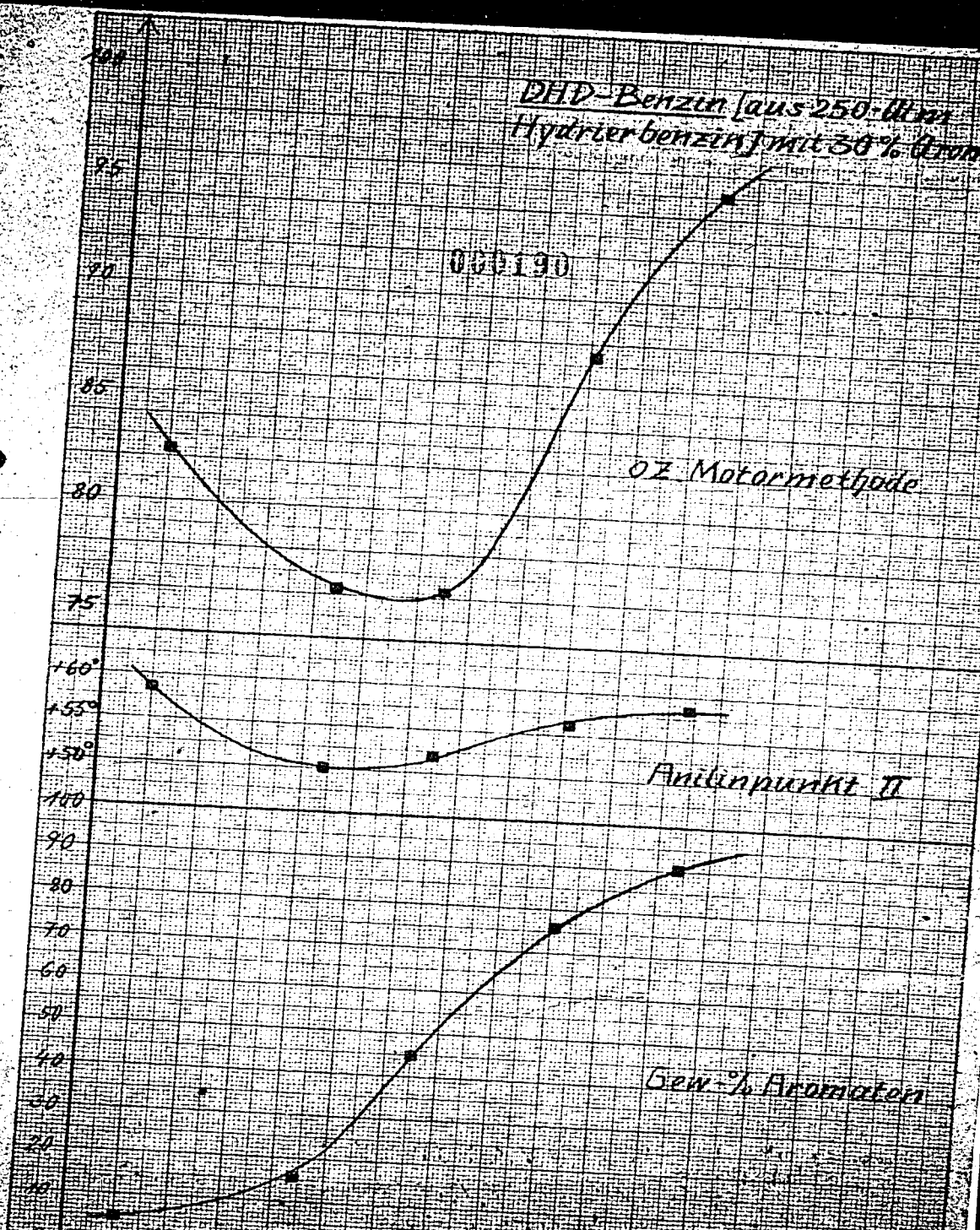
DHD-Benzin (aus 250-Öl)
Hydrierbenzin mit 30% Geromat

000190

OZ Motormethode

Anilinpunkt II

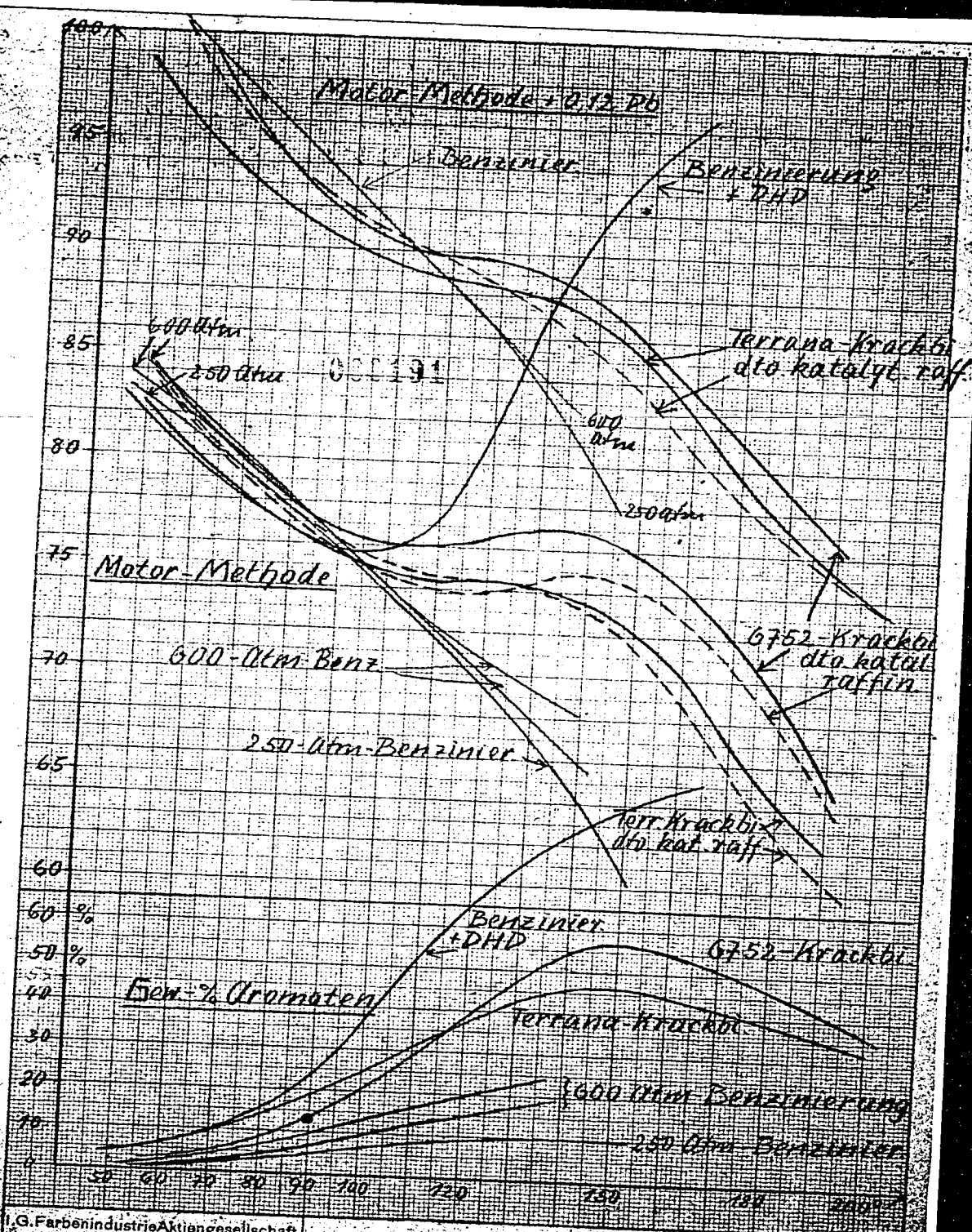
Gew-% Aromaten



I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein.

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

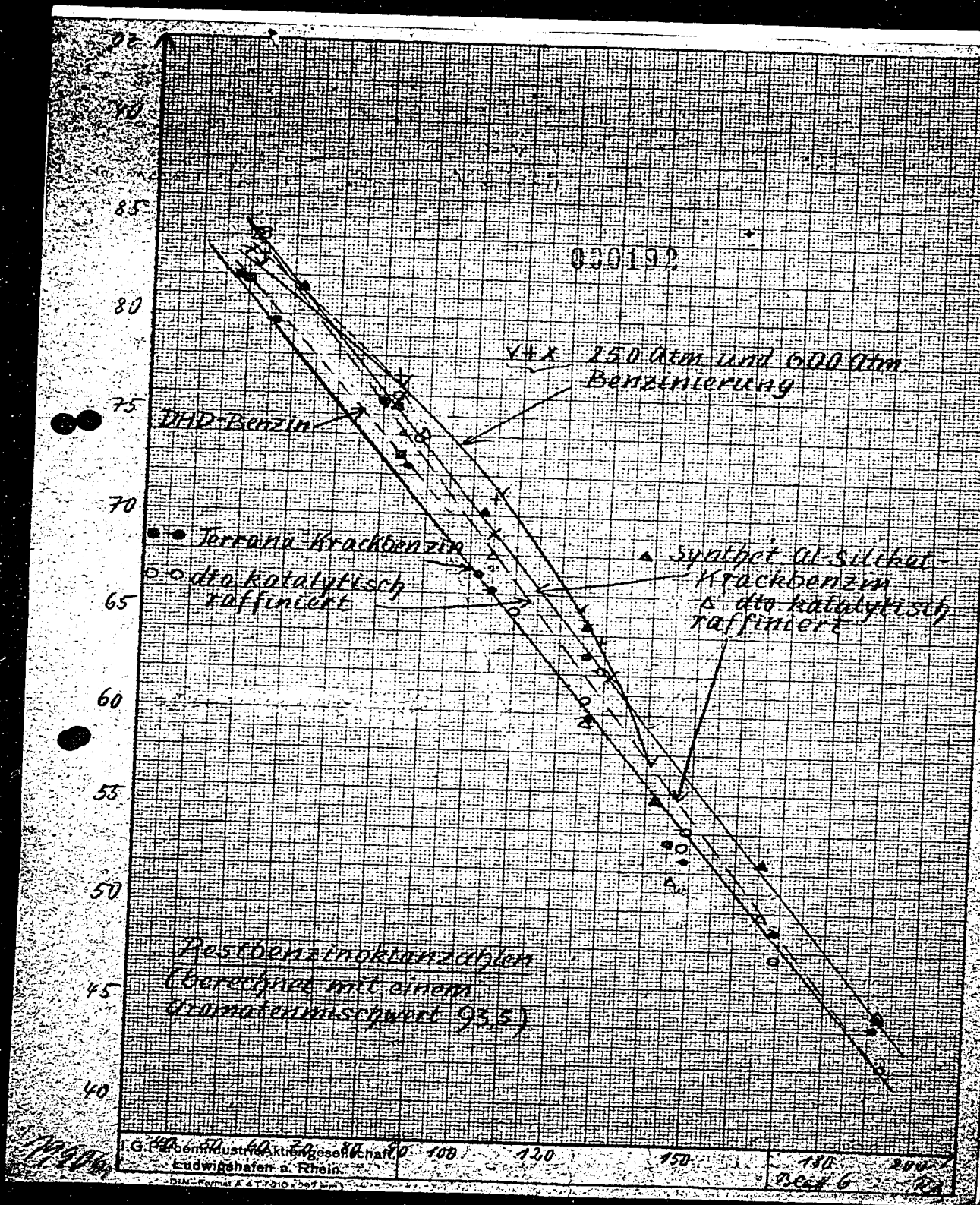
180
Blatt 4
7/4



1990

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

Blatt 5



000193

Bag 2071
Item 26

Comparisons of Cracking
and Benzination of
Petroleum Oils

Hochdruckversuche
Lu 558

26

2. Dezember 1941

000194

Besprechung über die Untersuchung der Proben
von den Vergleichsversuchen katalytisches Kracken - Hydrieren
am 2. Dezember 1941.

Anwesend: Dr. Peters, Dr. Free, Dr. Hirschberger,
Dr. Schneider, Dr. Fürst, Dr. Günther,
Trofimow, Dr. Reitz, Lajus.

Da einerseits die Zerlegung der Produkte in Fraktionen und die Herstellung und Untersuchung der Restbenzine hinsichtlich Arbeitszeit und Arbeitskräften an die Laboratorien ausserordentlich grosse Anforderungen stellt, andererseits aber bis zu einem vorgeschriebenen Termin (etwa 15.1.1942) vergleichbare Ergebnisse vorliegen sollen, wurde zur Abgrenzung des Versuchsprogramms folgendes festgelegt:

- 1) Da zur Zeit kein anderes Produkt in genügender Menge verfügbar ist, sollen die Vergleichsversuche zunächst mit Bruchsaler Gasöl P 1203 (paraffinbasisch) ausgeführt werden. Daneben sind, soweit der Vorrat reicht, schon einige Versuche mit Reitbrooköl (gemischtbasisch) und mit vorhydriertem Steinkohleverflüssigungs-Mittelöl durchgeführt worden. Grössere Mengen des gemischtbasischen Reitbrooköles sollen baldmöglichst beschafft werden.
- 2) Um ein restlos klares Bild zu bekommen, müsste die in Folgendem angeführte ausführliche Untersuchung nach Schema A vorgenommen werden. Da sie jedoch grosse Mengen Produkt und einen grossen Zeitaufwand erfordert, kann sie bis zum genannten Termin nur mit höchstens zwei Proben ausgeführt werden. (Vor Allem Proben vom drucklosen katalytischen Kracken).
- 3) Um trotzdem in der zur Verfügung stehenden Zeit einen Überblick zu gewinnen, wurde beschlossen, bei der Mehrzahl der Versuche die Untersuchung nach den abgekürzten Untersuchungsplänen B, C oder D auszuführen, bei denen auf nähere Untersuchungen der Restbenzine, insbesondere ihre Überladbarkeit, verzichtet werden muss.

4) Sämtliche Versuche sollen im geraden Durchgang gefahren und die Gesamtanfälle (Benzin + Mittelöl) ins Laboratorium geliefert werden. Die Proben werden auf etwa 210°C vordestilliert und auf 155° bzw. 200°C redestilliert. Das 155°-Benzin wird entbutanisiert.

5) Untersuchungsplan:

Schem A	B	C	D
a) <u>Auf 155°C redestilliertes C₄-freies-Benzin:</u>			
Spezifisches Gewicht	+	+	+
Anilinpunkt I	+	+	+
" II	+	+	+
Zusammensetzung	+	+	+
Bromzahl	+	+	+
Dampfdruck	+	+	+
Oktanzahl: Motor-Methode	-	-	-
" : M.M. + 0,12 Pb	+	+	+
" : Research-Meth.	+	+	+
Bleikurve MOZ	-	-	-
Bombentest ohne Pb	+	-	-
" + 0,12 % Pb	-	-	-
ASTM-Siedekurve	+	-	-
Überladung + 0,12 % Pb	+	+	+
Restbenzinzerlegung (vgl.c)	-	-	-
Aromatenuntersuchung (vgl.c)	+	+	+
	+	+	+
b) <u>Fractionszerlegung vom Gesamtanfall *)</u>			
50-75°	Ap I + Ap II	Ap I + II	Ap I+II
75-100°	MOZ; MOZ +	MOZ; MOZ +	MOZ
100-120°	0,12 Pb; ROZ	0,12 Pb	MOZ
120-140°	Bromzahl	Bromzahl	Bromzahl
140-160°	spez. Gew.	spez. Gew.	spez. Gew.
160-180°	Siedekurve	Siede- kurve	Siede- kurve
180-200°			
200-225°			
225-250°			
250-275°	Ap I	Ap I	Ap I
275-300°			
Benzin -100°	MOZ; MOZ +	MOZ; MOZ+	
" -120°	0,12 % Pb	0,12% Pb	
" -155°	ROZ		
" -180°	Siedekurve	Siedekurve	
	Ap I u. Ap II	Ap I u. II	

*) sämtliche Fraktionen sollen möglichst zu 90 % innerhalb der angegebenen Grenzen sieden.

Schema A	B	C	D
c) Restbenzin aus Gesamtbenzin -155° (vgl. a)			
Spezifisches Gewicht	+	+	}
Anilinpunkt	+	+	
Zusammensetzung	+	+	
Bromzahl	+	+	
ASTM-Siedekurve	+	+	
Oktanzahl Motor-Methode	+	+	
" M.M.+ 0,12 % Pb	+	+	
" Research-Meth.	+	+	
Eleikurve MOZ	-	-	
Überladung + 0,12 % Pb	-	-	
d) Restbenzin aus Gesamtbenzin -200°			
50-75°	} AP I + AP II MOZ	} AP I + AP II MOZ	-
75-100°			-
100-120°			-
120-140°			-
140-160°			-
160-180°	}	}	AP I+II; MOZ ^{xx})
180-200°			-
e) Extrakt aus dem Gesamtbenzin -155° (vgl. a und c)			
Spezifisches Gewicht	}	}	}
Oktanzahl Motor-Methode			
Bromzahl			
f) Extrakt aus dem Gesamtbenzin -200° (vgl. d)			
Spezifisches Gewicht	+	+	}
Oktanzahl Motor-Methode	+	-	
Bromzahl	+	-	
Aromatenzerlegung (Podbielniak)	+	-	

Für die Untersuchung nach Schema A werden benötigt:
 bei 10 % Aromatengehalt: mindestens 50-55 Ltr. Benzin -155°G und
 45-50 " " -200°G
 bei 30 % Aromatengehalt: " 60-65 " " -155°G und
 50-55 " " -200°G .

^{xx}) nur die Fraktion 140-160°G wird in Restbenzin und Aromaten zerlegt.

ges. Lajus

2077

26

000197

23. April 1942. Rtz, Pf.

Qualitätsvergleich von Hydrier- und Krackbenzinen aus Erdölmittelölen.

Zusammenfassung.

Aus Erdölmittelölen (aus Bruchsaler und Rumänischem Öl) wurden in 1 Ltr.-Öfen folgende Hydrierbenzine hergestellt:

- 1) 200 atm-6434-Benzine mit Endpunkt 135°.
- 2) -dto. mit Endpunkt ca. 135°, zerlegt in 50 % Leichtbenzin + 50 % Schwerbenzin, durch Dehydrierung des letzteren mit K 7360 bei 25 atm auf ein Mischbenzin mit Endpunkt 165° (nach Redestillation) und ca. 30 % Aromaten gebracht.

Die Proben wurden eingehend untersucht (Restbenzin, O.Z. von 20°-Fraktionen, Überladkurve) und mit folgenden von Dr. Free im 50 Ltr.-Öfen hergestellten katalytischen Krackbenzinen verglichen:

- 3) 6752-Krackbenzine mit Endpunkt 155°.
- 4) -dto. im 1 Ltr.-Öfen bei 20 atm über K 7360 katalytisch raffiniert (d.h. Olefins anhydriert).

Die wichtigsten Ergebnisse dieses Vergleiches enthält die folgende Tabelle:

Benzinprobe	End- pkt.	% -100°	Gew.-% Aro- maten	Dampf- druck	OZ. K.-M./ H.M. + O, 12 R	Restbi OZ. M.M.	Qualität
6434-Bi aus Bruchsaler Öl	135	57	7	0,42	68/89	66,5/88,5	knapp B ₄
6434-Bi aus Rumänisch. Öl	135	63	6	0,47	69,5/91	70/89,5	wie B ₄
Dehydr. 6434-Bi aus Bruchsaler Öl	165	68	35	0,55	79/94	72/100	Etwas über C ₁
Dehydr. 6434-Bi aus Rumän. Öl	165	47	32	0,34	73/93	68/90	knapp C ₁
Krackbi aus Bruchsaler Öl	155	56	20	0,47	76/93,5	69,5/91	Etwas über wie B ₄
-dto. Ungesät- tigte anhydr.	155	61	17	0,45	76/94	72/92	Etwas über B ₄
Krackbi aus Rumän. Öl	155	54	25	0,40	74,5/--	70,5/91) Mitte zwischen C ₁ - B ₄
-dto. Ungesät- tigte anhydr.	155	53	20	?	72/92,5	69/86	

20327

φ W 79, 10 + 10 + 10 + 10, 200 Re 5.
Febr, 16, 20, 25, 30, 35, 40, 45, 50, 55, 60, 65, 70, 75, 80, 85, 90, 95, 100

Fraktionserlegung: Die Unterschiede zwischen den einzelnen Benzinproben hinsichtlich der O.Z. der Fraktionen werden im wesentlichen durch die verschiedenen Aromatengehalte bedingt und sind daher nur oberhalb von 100° stärker; die Erackbenzine liegen dabei zwischen den 6434-Benzinen und den dehydrierten Benzin. Unter 100° scheinen die Krackbenzine 2-3 Einheiten besser zu sein als die Hydrierbenzine.

Restbenzine: In der O.Z. der Restbenzinfractionen sind die Krackbenzine der Hydrierbenzinen etwas überlegen und zwar in den oberen Fraktionen anscheinend in stärkerem Maße als in den unteren Fraktionen.

Überladeverhalten: Bei Betrachtung der obigen Tabelle sind die verschiedenen Prozentgehalte bis 100° bzw. die verschiedenen Dampfdrucke der einzelnen Benzinproben zu berücksichtigen. Nach Um-schätzung der Daten auf gleichen Dampfdruck (0,45 atm) durch Zugabe von Gasbenzinanteilen, die den Benzin bei ihrer Herstellung nicht zugesetzt wurden bzw. durch Herausnahme eines Teiles des Pentans ergibt sich folgendes Bild: Aus Rumänischem Mittelöl wird man durch Benzinierung B₄-Qualität, durch Kracken eine in der Mitte zwischen B₄ und C₁ liegende Qualität und durch Benzinierung in Kombination mit Dehydrierung der oberen 50 %-Fraktion C₁-Qualität erzielen. Die Benzine aus Bruchsaler Mittelöl sind jeweils eine Kleinigkeit schlechter. Der Einfluss der Olefinaufhydrierung auf die Qualität der Krackbenzine ist bei den verschiedenen Ausgangsölen nicht eindeutig und jedenfalls nur gering.

Ausbeutevergleich: Es kann mit folgenden ungefähren Zahlen gerechnet werden:

Ausgangsöl	Mittelöl aus Bruch-saler Öl			Mittelöl aus Rumä-nischem Öl		
	kg Benzin	kg Bu-tan	(davon Iso)	kg Ben-zin	kg Bu-tan	(davon Iso)
Aus 100 kg gespalte-nem Mittelöl werden erhalten						
Benzinierung	81	25	(10,5)	86	11,5	(8)
Benzinierung + DHD	77	12	(7)	83	9	(5)
Katalyt. Kracken	64	20	(17)	69	11	(9,5)

Die Beurteilung der Krackbenzine im Vergleich mit den Hydrierbenzinen ist im wesentlichen die gleiche wie bei früheren ähnlichen Vergleichsversuchen auf Basis Steinkohleporhydrierungsmittelöl.

In folgenden wird über einige Versuche zum Qualitätsvergleich zwischen katalytischen Krackbenzinen und Hydrierbenzinen aus dem gleichen Ausgangsmaterial berichtet, die in Fortsetzung von solchen Vergleichsversuchen mit Steinkohlevorhydrierungsmittelöl als Ausgangsmaterial (vgl. Ber. 19 906 1 v. 28. Jan. 42) mit Erdölmitte-wasserstoffreicheres (aus Bruchsaler Öl) und ein wasserstoffärmeres (aus Rumänischem Öl) (vgl. Tab. 1). Die Krackbenzine wurden von Dr. Frey in 50 Ltr.-Öfen über synthetisches Aluminiumsilikat herge-stellt. In jedem Falle wurde neben dem normalen Krackbenzin eine Probe hergestellt, in der die ungesättigten katalytisch (bei 25 atm und 16 mV mit Kontakt 7360) anhydriert waren. An Hydrierbenzinen wurden aus jedem Ausgangsöl in 1 Ltr.-Öfen folgende beiden Proben hergestellt: 1. 6434-Benzin mit Endpunkt ca. 135°, erhalten unter Rückführung des B-Mittelöls. 2. Dehydrierungsbenzin mit Endpunkt 165° erhalten aus 6434-Benzin mit Endpunkt 170° durch Zerlegung in 2 etwa mengengleiche Fraktionen, Dehydrieren der schwereren Fraktion über K 7360, Vermischen des DHD-Anfalls mit der leichten Fraktion über Redestillieren auf 165° Endpunkt. Die Krackbenzine hatten Endpunkt 155°. Die verschiedenen Endpunkte waren gewählt worden, um bei jeder Fahrweise das Optimum zu erreichen, d.h. möglichst hohe Ausbeute ohne eine zu große Qualitätsverschlechterung durch zu hochsiedende Anteile.

Tabelle 1: Ausgangsöle.

	Mittelöl aus Bruchsaler Öl		Mittelöl aus Rumänischem Öl	
	P 1203 v. 200-325° v. 15.9.41	P 1203 v. 180-330° v. 3.11.41	P 1490 v. 170-350° v. 28.11.41	P 1490 v. 180-350° v. 5.1.42
Spez. Gew./20°	0,811	0,812	0,829	0,835
A.P. °C	+ 67,5	+ 71,8	+ 62,5	+ 63,5
ASTM: Beginn °C	162	188	170	180
% - 180	10,5	—	1,5	—
% - 200	20,5	6	12,5	—
% - 225	35	22,5	30	6
% - 250	51	43	44	19
% - 275	68,5	63	59	40
% - 300	89	84	72	56
% - 325	—	96	83,5	74
% - 350	—	—	93	86
Endpunkt °C	328	330	357	357
%	99	98,5	97,5	98
Bemerkung	gefahren im Oktober	gefahren im Dezember u. bei den Krackversuchen	verwendet zu den Hydrier-versuchen	verwendet zu den Krack-versuchen

Produktvergleiche.

000200

Die Produktvergleiche wurden hauptsächlich in 3 Richtungen durchgeführt. Vergleich des Überladeverhaltens, Vergleich der Oktanzahlen von 25°-Fraktionen und Vergleich der Restbenzine.

1. Fraktionszerlegung (vgl. Tabelle 5 und Kurvenblatt 1): Eine Fraktionszerlegung der Krackbenzine aus Rumänischem Öl wurde nicht durchgeführt. Die O.Z. der Fraktionen werden weitgehend durch den Aromatengehalt derselben bedingt, größere Unterschiede zwischen den einzelnen Proben ergeben sich daher auch erst im Bereich oberhalb von 100, in welchem die Aromatengehalte größere Unterschiede aufweisen. Unterhalb von 100° scheinen die Krackbenzine in der Grundoktanzahl um etwa 2 Einheiten besser zu sein als die Hydrierbenzine, während die Bleiwerte für sämtliche Proben praktisch gleich sind. Oberhalb von 100° liegen die Krackbenzine wie im Aromatengehalt, so auch in der Grundoktanzahl zwischen den 6434-Benzinen und den durch Dehydrierung auf ca. 30 % Aromaten dehydrierten 6434-Benzinen; die Bleiwerte der Krackbenzine ähneln mehr denen der nicht dehydrierten 6434-Benzine und liegen nur unerheblich über denselben. Im allgemeinen sind die Ergebnisse somit die gleichen wie bei den entsprechenden Vergleichsversuchen auf Basis Steinkohlehydrierungs-mittelöl.

Die ursprüngliche und die anhydrierte Krackbenzinprobe unterscheiden sich in den O.Z. nicht deutlich. Die großen Unterschiede in der Aromatenverteilung dürften nicht reell sein und sind vielleicht auf eine verschiedenen scharfe Destillation bei der Fraktionszerlegung zurückzuführen.

Die einander entsprechenden Benzine aus Bruchsaler Öl und aus Rumänischem Öl unterscheiden sich nur unwesentlich voneinander. Bei den 6434-Benzinen fällt auf, daß das Benzin aus Rumänischem Öl bei 80° deutlich schlechter ist als das aus Bruchsaler Öl, während bei 90° und 110° beide Benzine gleich sind. Bei den dehydrierten Benzinen sind die O.Z.-Unterschiede auf die etwas unterschiedliche Aromatenverteilung zurückzuführen.

2. Restbenzine (vgl. Tab. 4 und Kurvenblatt 2): Neben den Gesamtrestbenzinen wurden die Fraktionen bis und über 100° untersucht. Bei den Gesamtbenzinen werden die Unterschiede zwischen den Einzelkurven bedingt. So gehen bei den Produkten aus Bruchsaler Öl die Restbenzinoktanzahlen deutlich parallel mit den bei diesen Produkten stark variierenden % - 70 bzw. - 100°, während bei den Produkten aus Rumänischem Öl, die untereinander sehr ähnliche Restbenzinoktanzahlen aufweisen, auch die Restbenzinoktanzahlen innerhalb von 2,5 Einheiten gleich sind.

Im einzelnen ist festzustellen, daß bei den Krackbenzin aus Bruchsaler Öl die Grund-O.Z. beim Anhydrieren der Olefine ansteigt, bei dem Krackbenzin aus Rumänischem Öl dagegen abfällt, in letzterem Falle war daneben eine gleichsinnige, aber noch stärkere Änderung des Bleiwertes zu beobachten. Auf gleiche Siedkurve bezogen ist ein Vorteil der Krackbenzine gegenüber den Hydrierbenzinen aus dem Gesamtrestbenzin-O.Z. also nicht eindeutig feststellbar (s. aber weiter unten).

Bei Rumänischem Öl als Ausgangsmaterial ergeben sich unverbleit um etwa 2 Punkte bessere Restbenzinoktanzahlen als bei Bruchsaler Öl, während die Unterschiede in den Bleiwerten infolge des paraffinischen

Charakters der Produkte aus Bruchsaler Öl verschwinden.

Die O.Z. der Restbenzinfractionen bis und über 100° sind zu lückenhaft und sollen daher nicht diskutiert werden; bei den Fraktionen bis 100° fehlen überdies die Siedekurven, ohne die eine Beurteilung schlecht möglich ist. Die Überlegenheit der Krackbenzine im Restbenzin bis 100° würde, soweit sie nicht auf Siedekurvenunterschieden beruht, sich mit der oben festgestellten geringen Überlegenheit der O.Z. der Gesamtbenzinfractionen decken.

Schließlich wurden noch die Restbenzinoctanzahlen der Fraktionen aus den Octanzahlen derselben in genau der gleichen Weise berechnet wie bei den früheren Vergleichsversuchen (vgl. Ber. 19 906 S. vom 28.1.42) und auf Kurvenblatt 2 aufgetragen. Es ergibt sich eine Überlegenheit der Krackbenzine aus Bruchsaler Öl, die in den untersten Fraktionen etwa 2 Einheiten beträgt und nach höheren Fraktionen hin stark zunimmt. Dabei ist das nicht aufhydrierte Krackbenzin anscheinend noch besser als das aufhydrierte. Es ist darauf hinzuweisen, daß die entsprechenden Versuche auf Basis Steinkohle einen geringeren Unterschied zwischen Krack- und Hydrierbenzinen in den oberen Fraktionen ergeben hatten. Durch Dehydratierung der 6434-Benzine wird die Restbenzinoctanzahl in den dehydrierten Fraktionen erwartungsgemäß noch verschlechtert.

3. Aromatenzusammensetzung: Die prozentuale Zusammensetzung der aus den Krackbenzinen und den dehydrierten 6434-Benzinen extrahierten Aromaten ist sehr ähnlich (vgl. Tab. 4), die Toluolfractionen liegen zwischen 24 und 31 %, die Xylolfractionen zwischen 54 und 40%.

4. Überladeverhalten (vgl. Tab. 5 und die Tabelle der Zusammenfassung)

Beim Vergleich des Überladeverhaltens der verschiedenen Benzinenproben müssen die Unterschiede in den Siedekurven derselben berücksichtigt werden, was bei den voranstehenden Vergleichen nicht erforderlich war. Die Benzine waren butanfrei gemacht, dagegen waren ihnen die bei ihrer Herstellung anfallenden Gasbenzineanteile durchweg nicht zugesetzt. Hätte man die Benzine sämtlich bei gleichem Dampfdruck (etwa 0,45 atm) vergleichen wollen, so hätte man ihnen in einigen Fällen noch Gasbenzin zusetzen können und nur beim dehydrierten 6434-Benzin aus Bruchsaler Mittelöl hätte man noch etwas Pentan herausstabilisieren müssen. Dabei wären gleichzeitig die Unterschiede in vorliegenden Benzinen etwa damit rechnen, daß Zusatz von 7 % Pentan (mit ca. 90 % Iso-Gehalt) die Dampfdrucke um 0,1 atm, die O.Z. und um etwa 1/2 atm erhöhen würde. Die Gasbenzine (im wesentlichen C₅-Kohlenwasserstoffe), die in den einzelnen Fällen anfielen, aber den Benzinen nicht zugesetzt wurden und somit zur Stellung des Dampfdruckes zur Verfügung gestanden hätten, sind in Tabelle 3 angegeben.

Mit den bei 135° Endpunkt abgeschnittenen 6434-Benzinen wird B₄-Qualität erreicht; die Qualität des Benzines aus Bruchsaler Öl ist etwas schlechter als die desjenigen aus Eumänischem Öl und damit etwas knapp, hätte aber durch Gasbenzinzusatz noch etwas gebessert werden können.

Die Krackbenzine sind, und zwar im wesentlichen infolge ihres höheren Aromatengehaltes von 17-25 % gegen 6-7 % bei den 6434-Benzinen, von etwas besserer Qualität als letztere. Aus Bruchsaler Öl wird B₄-Qualität bequem erreicht, nach dem Aufhydrieren liegt die

Qualität sogar etwas über B₄. Das Krackbenzin aus Rumänischem Öl ist deutlich besser als das aus Bruchsaler und zwar liegt es sowohl vor als nach dem Aufhydrieren ungefähr in der Mitte zwischen B₄- und C₁-Qualität. Man erkennt gleichzeitig, daß die O.Z. kein ausreichendes Qualitätsmaß darstellen, denn die O.Z. lag bei den Proben aus Bruchsaler Öl höher als bei dem Rumänischen Öl.

Daß die bessere Qualität der Krackbenzine tatsächlich im wesentlichen auf ihrem höheren Aromatengehalt beruht und nicht auf den oben festgestellten geringeren Unterschieden in den Restbenzin-O.Z. erkennt man bei Betrachtung der in ihren oberen Fraktionen dehydrierten 6434-Benzinen, die mit 32-35 % Aromaten C₁-Qualität erreichen und somit erheblich besser als die Krackbenzine sind. Der Einfluß des Rohstoffes ist auch in diesem Falle nur gering und zwar läßt sich unter Korrektur der Siedkurven und Dampfdrucke abschätzen, daß man bei Bruchsaler Öl C₁-Qualität knapp, bei Rumänischem Öl dagegen bequem erreicht. Der Rohstoffeinfluß wäre somit in allen 3 Fällen, wie dies ja auch zu erwarten ist, im gleichen Sinne und von gleicher Größenordnung.

5.) Ausbeutevergleich: Ein Qualitätsvergleich der nach verschiedenen Verfahren erhaltenen Benzine wäre unvollständig ohne einen gleichzeitigen Ausbeutevergleich der Benzine, welcher ebenfalls in Tabelle 3 gegeben ist. Auf eine Wiedergabe der Einzelunterlagen, aus denen diese Zahlen abgeleitet wurden, die zur einen ungefähren Anhalt geben sollen, wurde verzichtet, da den Ableitungen eine Reihe von Schätzungen zugrunde liegen. So wurden etwa die 6434-Benzine aus Bruchsaler und Rumänischem Öl mit 2 verschiedenen Kontakten dehydriert, von denen der eine eine extrem hohe Vergasung gab (vgl. Tab. 2) und Anmerkung in derselben), sodaß die tatsächlichen Ergebnisse nicht vergleichbar waren. Ferner war die bei der Benzinerzeugung des Rumänischen Mittelöls auf Benzin mit Endpunkt 200° gefundene Vergasung von nur 6 % unwahrscheinlich niedrig, sodaß mit einem höheren Werte von 9 % gerechnet wurde. Schließlich waren bei den Krackversuchen die Koksmengen und Manipulationsverluste nicht genau bestimmt.

Die Ausbeuten bezogen auf 100 Teile gespaltenes Mittelöl (d.h. bei der Hydrierung auf eingesetztes Mittelöl, beim Kracken auf eingesetztes Mittelöl verringert um das anfallende B-Mittelöl) nahmen in der Reihenfolge 6434-Benzin — dehydriertes 6434-Benzin — Krackbenzin ab, wobei die 2. Differenz erheblich größer ist als die 1., und zwar nicht nur absolut, sondern auch prozentual höheren Isobutan-gehalt teilweise ausgeglichen wird. Allgemein sind die Ausbeuten bei Verarbeitung des wasserstoffärmeren rumänischen Öles die besseren, wobei die Butanmengen bei den Hydrierbenzinen nur wenig, bei dem Krackbenzin allerdings erheblich zurückgehen, da sich im letzteren Falle gleichzeitig die Vergasungszusammensetzung zu Ungunsten des Butans verschiebt.

Als Endergebnis kann somit festgestellt werden, daß man ausgehend von Erdölmittelölen ebenso wie ausgehend von Steinkohlevorhydrierungsmittelölen die Qualität von Krackbenzinen durch Benzinerzeugung und anschließende Dehydrierung einer kleineren Teilfraktion leicht erreichen kann, wobei sich bei der Hydrierung noch ein Ausbeuteverteil und der Vorteil der restlosen Verarbeitbarkeit des Mittelöles ergibt.

Gemeinsam mit

- Dr. Donath
- " Frey
- " Hornemacher
- Lajus
- " Firt.

gez. Reitz

Fabelle 2: Benzinierung und Dehydrierung.

000203

Ausgangsöl	Mittelöl aus Bruchsaler Öl				Mittelöl aus Rumänischem Öl			
	6434-Bi - 170°	6434-Bi Fraktion - 105°	6434-Bi Fraktion 105-170°	DHD-Abstrei- fer aus	6434-Bi -170°	6434-Bi Fraktion -125°	6434-Bi Fraktion 125-170°	DHD-Abstrei- fer aus
Ofen Datum	316 9.-12.10. + 27.-29.12.41			303/II 1.-4.1.42	316 30.12.- 2.1.42			303/I 11.-13.1.
% vom Gesamtbenzin	--	(50)	(50)	--	--	50	50	--
Kontakt	6434							
Druck atm	200			7360 J. Nr. 4677	6434			
Temperatur mV	20,5/18,5			20	200			7935 P.1-5 + 12-17
Durchsatz kg/Ltr. x Std.	1,2 - 2,0			27-27,5	19			20
Bensinkonzentration %	55 - 78			0,5	1,2			27-28
Leistung	0,81-1,10				66			0,5
Vergasung/Bi + V	1,7-15,2			30 1)	0,74			--
Benzin (unstabilisiert)					6,1 3)			15,7-16,8 2)
Spez. Gewicht/20°C	0,718	0,671	0,756	0,780	0,726	0,693	0,774	0,795
Anilinpunkt I	+ 57,2	--	+ 56	+ 3 ber.	54,5	+ 56,3	+ 50	--
" " II	+ 63,5	--	--	+ 65	--	+ 61	+ 64	--
ASTM Beginn °C	32	26	113	28	28	29	125	35
*** - 50	7	26	--	8,5	6	14	125	2,5
*** - 60	13	41	--	12	10	26	125	5
*** - 70	15	41	--	17	14	38,5	--	7
*** - 100	18,5	56	--	31,5	22	78	--	20
*** - 110	27	96	--	36,5	36	88,5	--	26,5
*** - 120	44	94	--	44,5	40	93	--	34
*** - 130	51,5	--	--	56	46	--	--	45
*** - 150	59	--	6,5	75,5	58,5	--	--	69,5
*** - 160	74	--	25,5	82,5	66	--	--	81
*** - 170	82	--	59	86	73	--	--	89
Endpunkt °C	88	--	73,5	82,5	58,5	--	-2	81
Gasverlust	185	116	84	86	66	--	45	69,5
Zusammensetzung	3,2	3,1	195	231	203	130	81	89
Gew.% Paraffine			0,5	4,0	4,5	1,6	1,0	2,5
" " Naphthene	71,5	--	--	--	--	--	--	--
" " Aromaten	20	--	--	30	--	64,3	65,4	--
" " Ungesättigte	7,5	--	--	6	--	27,2	16,3	--
Redestillationsverlust	1	--	--	61,5	--	6,5	16,8	--
Stabilisationsverlust				2,5	--	2,0	1,5	--
				10 %				
				7,3 %				4,3 %
								4,7 %

- 1) Der verwendete Kontakt gab eine übernormal hohe Vergasung, wie auch aus anderen Versuchen mit demselben hervorging. Außerdem wäre bei dem sehr wasserstoffreichen Ausgangsbenzin durch Senkung des Druckes in der DHD-Stufe noch eine Erniedrigung der Vergasung zu erreichen gewesen. Bei großtechnischer Fahrweise könnte mit einer Ausbeute von 77 % gerechnet werden, die auch der Ausbeuteberechnung in Tabelle 3 zugrunde gelegt wurde.
- 2) Bei großtechnischer Fahrweise wurde mit einer Ausbeute von etwa 82 % gerechnet werden.
- 3) Unwahrscheinlich niedrig, wahrscheinlicherer Wert etwa 9 %.

Tabelle 3: Produktuntersuchungen.

000204

Ausgangsöl	Mittelöl aus Bruchsaler Öl P 1203				Mittelöl aus Rumänischem Öl P 1490 v. 170-350° v. 28.11.40 bzw. 180-350° v. 5.1.42			
	Verfahren	Benzinierung	Benzinierung + Dehydrierung auf 30% Aromat	Kat. Kracken	Kat. Kracken Ungesättigte aufhydriert	Benzinierung	Benzinierung + Dehydrierung auf 30% Aromat	Kat. Kracken
Ofen	316	303/II v.l.-4.7 + 316v.27.-29. 12. - 105° (43:57) red. -165°	701(Dr.Free) vgl. Ber. 198371 Dr.Free v.16.1.42	303/II	316	303/I v.30.12.- 2.1. -125° (45:55) red. -165°	701 (Dr.Free) Vers.109 -148	308/I
Datum 1941/42	12.-17.10. +29.-30.12.			30.-31.12.	4.-7.1.			25.-26.1.
Kontakt	6434	6434/7360	6752	7360	6434	6434/7360	6752	7360
Druck atm	200	200/20	1	25	200	200/20	1	25
Temperatur mV	20,5 bzw. 18,5	~19/27-27,5	20,5	16	19	19/27,5	22	16
Durchsatz kg/Ltr. x Std.	~1,2	1,2-2,0/0,5	0,45	0,7	1,2	1,2/0,5	0,45	0,8
Benzinkonzentration	~50	--	~35	--	~45	--	27	--
Benzinleistung	~0,5	--	~0,12	--	~0,5	--	~0,11	--
Verg. + B1 + Verg.	~20	~12,5/~23	~36	<1	~15	~9/~18	31,5	<1
% Ausbeute aus 100 kg Mittelöl	81	77	64	--	86	83	68,5	--
kg C ₄	15	12	20	--	11,5	9	11	--
davon kg iso-C ₄	10,5	7	17	--	8	5	9,5	--
Stabilisiertes Benzin								
Endpunkt °C	135	165	155	155	135	165	155	155
Zugehöriges Gasbenzin, das nicht zugesetzt wurde	~6,5 %	~3 %	~6 %	--	~5 %	~3 %	4%	--
Spez. Gewicht/15°C	0,716	0,731	0,722	0,720	0,710	0,751	0,753	0,731
Anilinpunkt I/II	+56,2/61,5	+34,2/63	+47,7/64,1	+49/63,2	+56,6/61,7	+30,2/6"	+41,7/63	+44,6/61,8
ASTM: Beginn	45	42	43	44	43	51	45	46
50	0,5	2,5	1,8	1,5	3	2,5	0,5	1,5
60	4,5	18	11	10	9	7	7	7
70	14	36	26,5	26,5	25	12	20	20
100	56,5	67,5	73	61	62,5	47	54	53
120	84	81,2	82	79	86	67,5	72	74
130	94	86	82	86,5	94	77	82	82,5
140	--	90,5	90,5	93	--	84	88	90
150	--	94	96	96,5	--	91	94	95,5
160	--	97,5	--	--	--	95,5	--	--
Endpunkt °C/%	136/98,8	165/99	155/98	153/97	136/97,2	165/97,5	159/98	157/98
Zusammensetzung								
Gew.% Paraffine	66,5	51,5	62,4	63,5	68	47,5	55	57
" " Naphthene	26	15,5	15,1	18,5	25	17	16,5	21
" " Aromaten	6,5	31,5	19,5	17	6	34,5	24,5	20
" " Ungesättigte	1	1,5	3,0	1	1	1	4	2
Jodzahl (Hanus 38)	--	5,2	15,7	1	3,0	6,5	38,7	1,5
Dampfdruck atm	0,407	0,549	0,494	0,453	0,407	0,339	0,400	0,400
% C	84,93	85,96	--	85,47	84,74	86,43	85,76	85,92
% H	15,10	13,85	--	14,60	15,28	13,50	14,1	14,09
O.Z. Res.-Meth.	69,7	81,2	--	76	69,7	84,8	73,2	78
Mot.-Meth.	68,2	79,0	--	94	91,2	92,8	74,7	72
Mot.-Meth. + 0,12 % Pb	89,2	94,2	76	93,5	91,2	92,8	--	92,5
Überladung	1/2 (im Min.) im Min.	1/2 atm über	3/4 atm über	3/4 atm über	wie B ₄	im Min.	Mitte zw. B ₄ u. C ₁ im	wie 6543, d Min. etwa
Bombentest Abfall	0	0	Abfall	0	im fetten	1 atm	B ₄ u. C ₁ im	schlechter
Glasschale vorher/nachher mg	0/7,6	0/19,8(5,8)	1,7	3,0/8,7	Geb. etwas	unter C ₁	fett.Gebiet	schlechter
Cu-Schale mg	3,6	1,7	1,7	5,8	schlechter	0	etw.schlechter	1,0
						1,1/5,2	1,9/7,7	1,6/67,4(45)
						2,	1,3,0	1,0

Tabelle 4: Restbenzinuntersuchungen.

000205

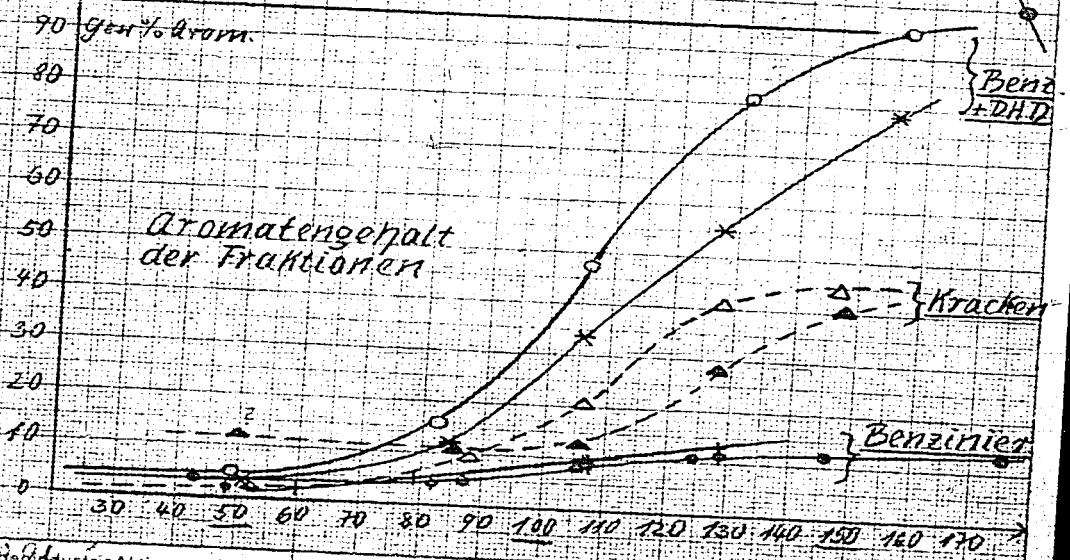
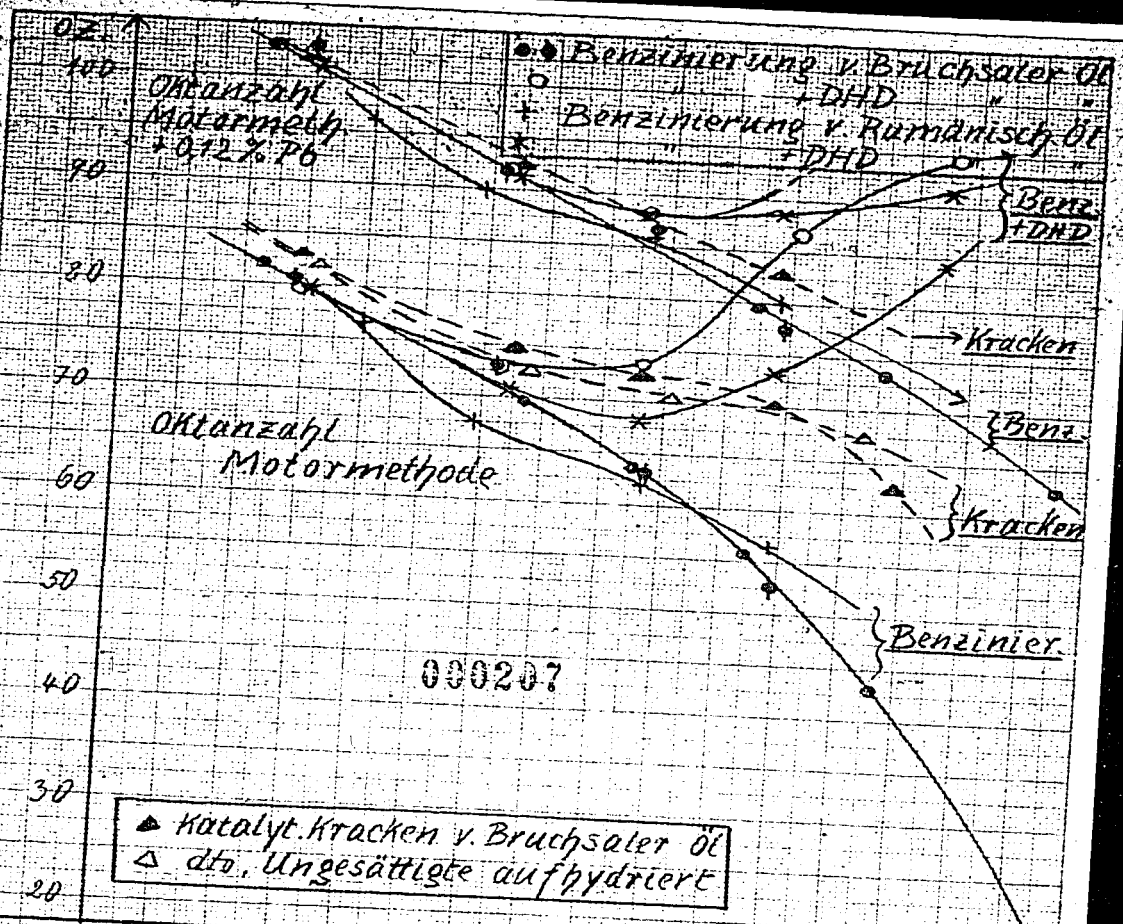
Ausgangsöl	Mittelöl aus Bruchsaler Öl P 1203				Mittelöl aus Rumänischem Öl P 1490 v. 170-350°				
	Verfahren	Benzinierung	Benzinierung + Dehydrierung	Kat. Kracken	Kat. Kracken Ungesättigte aufhydriert	Benzinierung	Benzinierung + Dehydrierung	Kat. Kracken	Kat. Kracken Ungesättigte aufhydriert
Restbenzin		geschätzt							
Gew. %		90	68	79,5	82	90	66	75	79,4
Spez. Gew. /15°		0,707	0,682	0,696	0,695	0,701	0,703	0,705	0,705
Anilinpunkt I/II		-/+ 61,5	+ 62,2/63,4	+ 62,9/64,5	+ 63/63,2	+ 61,5/61,7	+ 60/62,1	+ 60/63,3	+ 61,6/62,6
ASTM: Beginn °C		45	42	39	44	45	47	44	45
% - 50		0,5	5	4	1	1,5	1	1,5	1
% - 60		4,5	31	18	8,5	9,5	6,5	9,5	8,5
% - 70		14	51	32,5	33	24,5	22	16	25
% - 80		29	66,5	44	47	39,5	39	39	39
% - 90		42	78,5	54	58,5	51	53	51,5	52,5
% - 100		56,5	87	64	69	64	65,5	62,5	63
% - 120		84	94,5	78	84,5	86	85	78	79
Endpunkt °C		134/98,8	140/97,8	153/97,2	151/97,5	134/97	154/98,2	159/98	155/98,2
Zusammensetzung:									
Gew. % Paraffine		71,5	73,5	79	76,8	72,5	71,5	72	71,5
" " Naphthene		28	24	17,5	22,2	27	26	21,5	26,5
" " Aromaten		0,5	1,5	2	0,5	0,5	2,5	4	1
" " Ungesättigte								2,5	1
O.Z. Mot.-Meth.		66,5	72,3	69,7	72	70,2	68	70,5	69,2
M.M. + 0,12 % Pb		88,5	100	91,2	92	89,6	90,1	91,2	86
Restbenzin - 100°									
O.Z. M.M./M.M. + 0,12% Pb		73,8/95	--	80/103,5	--	74,7/95,6	72,2/93,6	--	78/--
Restbenzin >100°									
Gew. %		--		31,4	--	31	17,4	--	33,4
Spez. Gewicht/15°		--		0,745	--	0,746	0,747	--	0,746
Anilinpunkt I/II °C		--		+ 61,7/63,7	--	+ 60,2/61	+ 57,5/64,5	--	+ 59,7/61,4
ASTM: Beginn °C		--		109	--	106	110	--	100
% - 120°		--		25,5	--	52,5	20	--	46
Endpunkt °C		--		160	--	142	166	--	163
O.Z. Mot.-Meth.		54,7/80		47,3/75,2	--	56,7	--	--	57,6/--
Extrakt									
Gew. %		~ 7	31	20,5	16,5	7,2	31	21	18,8
Spez. Gewicht/15°		--	0,871	0,865	0,871	0,867	0,871	0,857	0,872
Anilinpunkt °C		--	-59,5	-55,8	-57,8	-56,4	-58	-51	-59,9
% Benzol		--	7	6,5	--	--	7	8,5	5
% Toluol		--	31	24	--	--	24	28	29,5
% Xylol		--	40	54	--	--	40,5	42	50
% höhere Aromaten		--	26,5	15	--	--	28	17	15

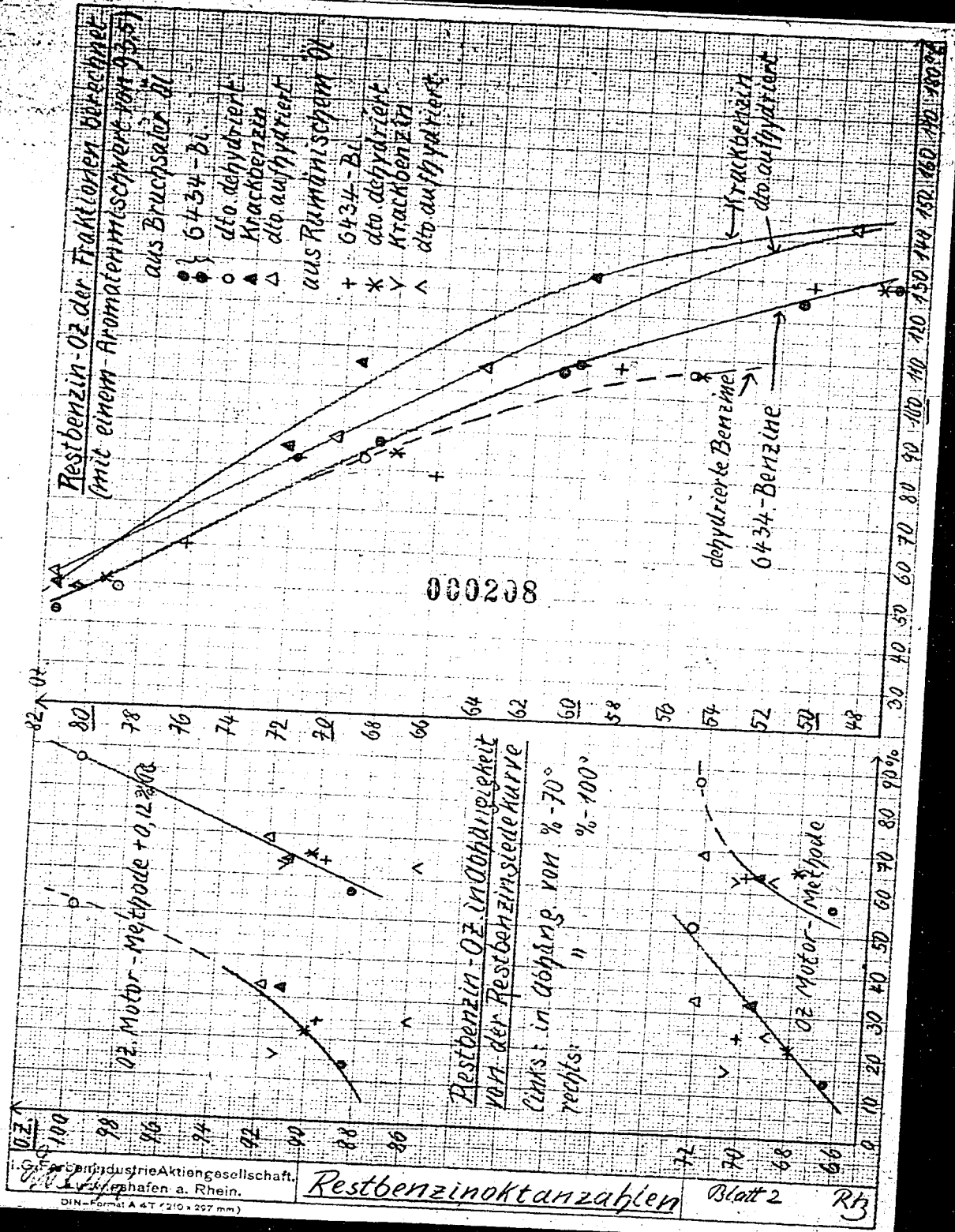
Tabelle 5: Fraktionszerlegungen.

000206

Ausgangsgöl	Mittelöl P 1203 aus Bruchsaler Öl					Mittelöl aus Rumänischem Öl P 1492	
	Benzinierung		Benzinierung + Dehydrierung	Kat. Kracken	Kat. Kracken Ungesättigte aufhydriert	Benzinierung	Benzinierung + Dehydrierung
Fraktion - 750: Gew. %	27,6 1)	21,1	39,6	36,8	40	17,1 3)	22,4
Spez. Gewicht/15°	0,673	0,656	0,661	0,657	0,661	0,675	0,662
Anilinpunkt I/II °C	+ 58 / 61	+ 55,2 / 58,2	+ 58,4 / 62,8	+ 56,6 / 66,4	+ 62 / 64	+ 61,8 / 63,8	+ 59,5 / 61,8
ASTM: Beginn	18	34	35	36	36	42	36
50% Punkt	43	48,5	49	49,5	52	60	51
Ende	81 / 90,8 %	87 / 96,5 %	85 / 98,5 %	81 / 97,3 %	76 / 97,3 %	82 / 97,5 %	77 / 97 %
Gew. % Aromaten	3,5	2	5	12	2,5	2	3
O.Z.: M.M./M.M. + 0,12% Pb	81,9/103	80,8 / 103	72,6 / 102,4	83 / 102	81,9 / --	76,5 / 96,1	75,8 / 101
75 - 100°: Gew. %	12	32,1	23,7	18,8	17,1	17,5	23,5
Spez. Gewicht/15°	0,713	0,707	0,722	0,718	0,724	0,723	0,724
Anilinpunkt I/II °C	+ 55,7/59,8	+ 56,6/60,2	+ 46,8/60,4	+ 52,1/61,3	+ 52/59,8	+ 54,4/58,4	+ 49/59,2
ASTM: Beginn	73	65	67	73	78	72	71
50% Punkt	87	82	82,5	85	87,5	79	84,5
Ende	108	105	101	104	104	107	103
Gew. % Aromaten	5	4,5	16	11	9,5	5	12
O.Z.: M.M./M.M. + 0,12% Pb	69,7 / --	73 / 9,8	73 / 92	74,7/92,5	72,5 / --	67,4 / 89,8	70,8 / 91,2
100 - 120°: Gew. %	10,9	21,4	13,4	10,7	17,9	19	17,9
Spez. Gewicht/15°	0,740	0,743	0,787	0,756	0,759	0,746	0,769
Anilinpunkt I/II °C	+ 52,7/59,4	+ 52,3/59,7	+ 12,7/60,3	+ 49,1/59,8	+ 42/59,5	+ 51,7/59,2	+ 29,1/59,8
ASTM: Beginn	93	100	92	98	97	99	96
50% Punkt	105,5	107,5	106	106	106	107	106
Ende	116	120	122	124	124	123	122
Gew. % Aromaten	8	9	47,5	13	20,5	9	12
O.Z.: M.M./M.M. + 0,12% Pb	63,7 / --	63,2 / 86,8	73,6 / 88,5	72,5 / --	70,4 / --	62/85,8	68/88
120 - 140°: Gew. %	16,5	24,7	10,6	19,4	13,3	17,4	17,4
Spez. Gewicht/25°	0,757	0,759	0,837	0,784	0,789	0,765	0,807
Anilinpunkt I/II °C	+ 52,7/61,8	+ 52,8/62,4	+ 24,1/+63,9	+ 38,5/63,4	+ 23,8/62,5	+ 50,5/61,4	+ 5,7/63,4
ASTM: Beginn	114	120	110	118	121	121	118
50% Punkt	124,5	129	131	128	128,2	128,5	128
Ende	142	143	141	142	139	145	143
Gew. % Aromaten	11	11,5	81	28	41	13	14,5
O.Z.: M.M./M.M. + 0,12 % Pb	55,8/79,6	52,6/77,5	86,8 / --	70,2 / 83	67,4 / --	56,4/80	73,2/83,5
140 - 160°: Gew. %	13,12		12,4	14,3		18,6	11,2
Spez. Gew./15°	0,771		0,868	0,794		0,845	0,801
Anilinpunkt I/II °C	+ 55/65,2		+ 42,1/+70,5	+ 29,3/67,8		+ 17,9/+ 69	+ 23,6/66,7
ASTM: Beginn	136		140	140		142	141
50% Punkt	146		156,5	148		155,3	147
Ende	162		194	172		177	172
Gew. % Aromaten	12		95	40,5		78,5	44,5
O.Z.: M.M./M.M. + 0,12 % Pb	43/73,6		94,5 / --	62,3 / --		84/91	67,4 / --

- 1) Zerlegung des unstabilierten Produktes, daher 8,2 % Dest.-Verlust der Fraktion.
- 2) Endfraktion 19,1 % v. 160-194°; 0,786; A.P. + 59/69,8; 50% - 175°; O.Z. 20/62,8.
- 3) Zerlegung des unstabilierten Produktes. Es wurden vor dieser Fraktion 28,6 % bis 50° herausgeschnitten, die nicht untersucht wurden.





i. G. F. ... IndustrieAktiengesellschaft,
... a. Rhein.
DIN-Format A 4T (210 x 297 mm)

4. 12. 1941. Gth/M.

26
030209

Y. K. Müller

Erddruckspaltung (50 atm) von Erdöl-a-Mittelölen
vgl. Zus.-Stellg. 19 2001/Gth/11.9.41.

N. U.
R. B. R. B.

Zusammenfassung.

Erdöl-Mittelöle wurden in 24-stündigen Perioden über Kontakt 7846 bei 50 at gespalten. Nach jeder Periode wurde der Kontakt durch Abbrennen regeneriert. Bei Temperaturen um 500° wurden bei Durchsatz 0,5 - 35 % Benzin bis 17000 im Anfall erhalten. Die Vergasung betrug rund 30 % auf Benzin + Vergasung. Die Benzine sind stark ungesättigt, enthalten gegen 20 % Aromaten und haben niedrige Klopfzahlen bzw. Bleiempfindlichkeiten. Das Rückstands-Mittelöl läßt sich bei 50 at praktisch nicht mehr spalten.

- 2) Die Aktivität des 7846-Kontaktes wird von Periode zu Periode geringer.
- 3.) Bei Zusatz von Schwefel zum Produkt werden schlechtere Ergebnisse erhalten.
- 4.) Den Vergleich 50 at-Spaltung gegen 6434-Benzinierung geben folgende Zahlen wieder: (b w)

26
000209

Niederdruckspaltung (50 atm) von Erdöl-a-Mittelölen.

vgl. Zus.-Stellg. 19 2002/Gth/11.9.41.

Zusammenfassung.

- 1.) Erdöl-Mittelöle wurden in 24-stündigen Perioden über Kontakt 7846 bei 50 at gespalten. Nach jeder Periode wurde der Kontakt durch Abbrennen regeneriert. Bei Temperaturen um 500° wurden bei Durchsatz 0,5 35 % Benzin bis 17300 im Anfall erhalten. Die Vergasung betrug rund 30 % auf Benzin + Vergasung. Die Benzine sind stark ungesättigt, enthalten gegen 20 % Aromaten und haben niedrige Klopfzahlen bzw. Bleiempfindlichkeiten. Das Rückstands-Mittelöl läßt sich bei 50 at praktisch nicht mehr spalten.
- 2.) Die Aktivität des 7846-Kontaktes wird von Periode zu Periode geringer.
- 3.) Bei Zusatz von Schwefel zum Produkt werden schlechtere Ergebnisse erhalten.
- 4.) Den Vergleich 50 at-Spaltung gegen 6434-Benzinierung geben folgende Zahlen wieder: (bzw.)

19 77

Ausgangsprodukt	Reitbrook a-Mittelöl		Bruchsaler a-Mittelöl	
	50 at-Spaltung	6434-Benzinierung	50 at-Spaltung	6434-Benzinierung
Kontakt	7846	6434	7846	6434
Druck	50	250	50	200
Temperatur °C	510	417	500	382
Durchsatz	0,5	1,5	0,5	2,0
	gerader Durchgang	B-Mittelölrückführung	gerader Durchgang	B-Mittelölrückführung
Benzinkonz. - 170°	35	53	37	67
Benzinleistg. -170°	0,15	0,77	0,16	1,20
Vergasung %	31	15	28	16
Ausbeute %	69	85	72	84
Benzin % - 100	30	50	40	55
A.P. °C	42	54	50	59
Aromatengehalt %	20	9	18	5
Jodzahl	25	4	12	0,5
O.Z. Motor/0,12	68/79,5	70/90	60/79	70/91
B-Mittelöl A.P. °C	36	53	47	65
Siedende °C	360	270	335	270
Bemerkungen:	restliches B-Mittelöl viel schwerer spaltbar als Ausgangsprodukt		restliches B-Mittelöl viel schwerer spaltbar als Ausgangsprodukt.	

Versuche
gemeinsam mit:
Dr. Peters
" Graßl
" Rotter
Trofimow

Untersuchungen
durch:
Dr. Fürst
" Dehn
" Meier

gez. Günther

I: Art und Durchführung der Versuche.

Nachdem in zahlreichen Kontakt-Versuchen molybdänhaltige Ton-erdekontakte sich als relativ brauchbar für die 50 at-Erdöl-Spaltung erwiesen hatten, wurde mit dem Kontakt 7846 ein längerer Versuch in 16 Perioden durchgeführt. Als Ausgangsprodukt wurde Reitbrook-(P 1338)-a-Mittelöl gewählt. Der Versuch wurde bei 24 MV mit Durchsatz 0,5 angefahren. Es wurden dann folgende Perioden gefahren:

- 1 - 3 3 x 24 Stunden bei 24 MV
- 4 - 8 5 x 24 Stunden bei 25 MV
- 9 340 Stunden, davon 140 Std. bei 26 MV und 200 Std. bei 27 MV
- 10 - 12 3 x 24 Stunden bei 27 MV
- 13 - 14 2 x 24 Stunden bei 27 MV mit reinem B-Mittelöl
- 15 - 16 2 x 24 Stunden bei 27 MV mit a-Mittelöl.

Damit wurden die Versuche mit Reitbrook-Öl beendet und weitere Versuche mit Bruchsaler a-Mittelöl gefahren:

- 17 1 x 24 Stunden bei 24 MV
- 18 1 x 24 Stunden bei 25 MV
- 19 120 Stunden, davon 48 Stunden bei 25,5 und 72 Std. bei 26 MV.

Anschließend wurde der Kontakt ausgebaut und neuer Kontakt eingebaut. Mit diesem wurden noch folgende Perioden gefahren:

- 1a 24 Stunden bei 26 MV
- 2a 96 Stunden bei 26 MV
- 3a + 4a 2 x 24 Stunden bei 26 MV
- 5a 24 Stunden bei 26,5 MV
- 6a 150 Stunden, davon 30 mit Durchsatz 0,5 und 120 mit Durchsatz 0,8.

Im letzten Teil der Periode 9 (120 Stunden) und in der Periode 10 wurde dem Öl 1 % CS₂ zugesetzt.

Die gesamten Ergebnisse sind auf dem anliegenden Kurvenblatt dargestellt. In insgesamt 1530 Stunden Versuchsdauer betrug die Betriebszeit 1210 Stunden (= 79 %) und die Regeneration 320 Stunden (= 21 %).

II: Analyse der Ausgangsprodukte.

Einfüllprodukt:	P 1339-a-Mittel- 61 (Reitbrook)	P 1339-b-Mittel- 61 aus frühe- ren Perioden dieses Versuchs	P 1203-a-Mittel 61 (Bruchsal)
	1 bis 12 15 und 16	13 und 14	17 bis 19 und 1a - 6a
Spez. Gewicht	0,854	0,868	0,809
Anilinpunkt	+ 50	+ 32	+ 73
v	0,038 %	—	0,007 %
Jodzahl	—	—	3,7
Beginn	120	190	176
150	4	—	—
170	9	—	—
180	—	—	—
200	19	—	—
225	27	—	9
250	36	32	22
275	46	53	35
300	59	69	51
325	72	80	75
350	87	90	92
Siedeende	360 / 93	360 / 97,5	342 / 99 %

III: Diskussion der Versuchsergebnisse (vgl. Kurvenblatt).

a) Versuche mit Reitbrook-Öl.

Wie das Kurvenblatt zeigt, ist bei 24 MV mit P 1338-a-Mittelöl die Spaltung (20 % - 170) sehr gering (vgl. Analyse des Ausgangsproduktes, Abschn. II 1), ebenso die Vergasung mit 5 % auf eingesetztes Produkt bzw. 20 % auf Bi - 170 + V. Das Benzol hat hierbei A.P. 42 und Jodzahl ca. 5, das Mittelöl ebenfalls A.P. 42. Bei Erhöhung der Temperatur auf 25 MV steigt die Spaltung auf 30 %; bei weiterer Erhöhung auf 26 bzw. 27 MV nur auf 35 %. Die Vergasung steigt dabei etwas stärker als die Benzolbildung auf 11 bzw. 13 % auf eingesetztes Öl, sodaß bei 27 MV die Vergasung auf Benzol - 170 + V über 30 % liegt. Mit steigender Temperatur und Spaltung sinkt der A.P. des B-Mittelöls, während der Benzol-Anilinpunkt etwa konstant bleibt. Dies dürfte so zu deuten sein, daß hier vermutlich nicht eine Mittelöldehydrierung stattfindet, sondern daß aus dem Mittelöl zuerst die leichter spaltbaren wasserstoffreichen Anteile (mit höherem Anilinpunkt) herausgespalten werden und so mit steigender Spaltung immer schwerer spaltbare, wasserstoffärmere Mittelöl-Anteile zurückbleiben. Die Jodzahl der Benzine beginnt erst bei 27 MV deutlich zu steigen.

Im Laufe der Versuche bei 27 MV wurden auch 2 Perioden unter Zusatz von CS_2 gefahren. Da hiervon eventuell eine Aktivierung bzw. längere Lebensdauer des Kontaktes erwartet wurde. Dies trat aber nicht ein; im Gegenteil, die Spaltung sank durch den CS_2 -Zusatz außerordentlich stark ab. Sulfidischer Kontakt scheint hier also oxydischem unterlegen zu sein.

Weiterhin wurden bei 27 MV zwei Perioden mit dem B-Mittelöl der vorhergehenden 27 MV-Perioden eingeschoben. Wie nicht anders zu erwarten, ließ sich dieses Öl wesentlich schwerer spalten als das H_2 -reichere A-Mittelöl.

Im Anschluß an den Versuch mit b-Mittelöl wurden nach Regeneration mit a-Mittelöl etwa wieder dieselben Zahlen wie vorher erhalten. Die Vergasung war mit 37 % auf Bi + V noch höher. Ebenso war die Jodzahl noch erheblich gestiegen. Dies deutet darauf hin, daß der Kontakt durch die vorausgegangenen 15 Perioden einschließlich Regeneration doch in seiner Hydrieraktivität irreversibel geschädigt worden ist.

b) Versuche mit Bruchsaler Öl.

3 Perioden mit diesem Öl wurden noch mit dem Kontakt gefahren, über den vorher schon das Reitbrook-Öl verarbeitet wurde und der in seiner Aktivität wohl frischem 7846 nicht mehr gleichzusetzen war. Die Ergebnisse dieser Versuche zeigen bis auf die Höhe der Benzin- und B-Mittelöl-Anilinpunkte gegenüber den Versuchen mit Reitbrook-Öl nichts charakteristisch neues.

Mit frischem Kontakt 7846 wurden dann noch weitere 6 Perioden mit Bruchsaler Öl gefahren. Der Kontakt wurde gleich mit 26 MV angefahren. Bei sehr hoher Spaltung (über 40 % Benzin im Anfall) wurde ein Benzin mit relativ geringer Jodzahl erhalten. Die Vergasung war dabei allerdings mit 26 % auf eingesetztes Öl oder 45 % (!) auf Bi - 170 + Vergasung sehr hoch. Der Mittelölrückstand hatte dabei einen um 38° tieferen Anilinpunkt als das Ausgangsmittelöl. Im weiteren Verlauf des Versuches sank trotz mehrmaliger Regeneration und Erhöhung der Temperatur um 1/2 MV die Spaltung ab, besonders aber nach Erhöhung des Durchsatzes auf 0,8. Parallel damit ging ein Abfall der Vergasung (auch auf Bi + V %) sowie ein starker Anstieg des A.P. des Mittelöl-Rückstandes. Ferner nahm die Jodzahl des Benzins etwas zu und der Aromatengehalt des Benzins ab. Die Ergebnisse zeigen, daß auch in diesem Fall nach 17 Betriebstagen mit 5-maliger Regeneration der Kontakt schon eine irreversible Schädigung erlitten hat.

IV) Vergleich 50-atm-Spaltung gegen 6434-Benzinierung.

Um die Ergebnisse der 50 atm-Spaltung mit den Ergebnissen der normalen Spaltung über Kontakt 6434 bei 200 bzw. 250 at vergleichen zu können, sind auf der folgenden Tabelle einige charakteristische Zahlen wiedergegeben:

Ausgangsprodukt	Reithrook a-Mittelöl	Reithrook a-Mittelöl	Bruchsaler a-Mittelöl	Bruchsaler a-Mittelöl
Verfahren	50 at-Spal- tung	Bensinierung	50 at-Spal- tung	Bensinierung
Kontakt	7846	6434	7846	6434
Druck	50	250	50	200
Durchsatz	0,5	1,5	0,5	2,0
Temperatur (HV/°C)	27/510	21,5/417	26,5/500	19,5/382
Schwefelzusatz(% CS_2)	ohne gerader Durch- gang	0,75 mit B-Mittel- öl-Rückfüh- rung	ohne gerader Durchgang	0,75 B-Mittelöl- Rückführung
spez. Gew. Anfall	0,820	0,760	0,786	0,728
% B1 - 150 im Ab- streifer	ca. 22	40	ca. 28	50
" " - 170 "	35	ca. 53	37	ca. 67
Leistung - 150°	0,096	0,58	0,122	0,90
- 170°	0,152	ca. 0,77	0,161	ca. 1,20
% Vergasung/B1 -150°	42	18,5	34	20,0
% " /B1 -170°	31	14,7	28	1,58
B1 : spez. Gew.	0,734	0,710	0,720	0,700
A.P. I/II	42/59	54/61	50/66	59/63
Siedebeginn	40	53	32	46
% - 100°C	30	50	40	55
Siedeende	175	150	175	155
Jodzahl	10 40	4,0	12	ca. 0,5
O.Z. Motor/0,12	68/79,5	70/90	ca. 60/79	70/91
% Aromaten	20	9	18	5
H'öl: spez. Gew.	0,866	0,798	0,830	0,782
A.P.	36	53	47	65
Siedeende	360	268	335	270
Ofen/Dat. (1941)	21/Aug./Sept.	7/14.9.	21/6.10.	Durchschnitt
Betriebsstunden	1 - 24	200	1 - 24	der 6434-
Ofenblatt	4188a	4254	4290a	Prüfung für
Bemerkungen:	in Perioden mit Regenera- tion gefahren. Klingt auch von Periode zu Periode ab.	klingt noch schwach ab.	in Perioden mit Regenera- tion gefahren. Klingt auch von Periode zu Periode ab.	constant.

Wie die Zahlen zeigen, ist sowohl mit dem paraffinbasischen Bruchsaler Mittelöl als auch mit dem gemischtbasischen Reitbrock-Mittelöl die 6434-Benzinierung der 50 at-Spaltung in folgenden Beziehungen weit überlegen:

- 1.) Durchsatz und Leistung
- 2.) Benzinausbeute
- 3.) Benzinqualität.

Außerdem wird bei der 6434-Benzinierung das eingesetzte Mittelöl restlos in Benzin (und Gas) übergeführt, während bei der 50 at-Spaltung ein auf die gleiche Weise nicht mehr spaltbarer Rückstand verbleibt.



I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein.

I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein.

Ofenblätter: 4188a, 4188b, 4189a

000218

Bag 2071

Item 27

Workup of Middle-German

Brown Coal Tar

2071
27

An den
Beauftragten für den Vierjahres-
plan, den Generalbevollmächtig-
ten für Sonderfragen der chemi-
schen Erzeugung,

Berlin W 9,
Saarlandstraße 128.

000219

I Minöl 8.6.44
Dr. Krp./Re./44

HOCHDRUCKVERSUCHE 20.6.1944. Si/Pf.
P/Lu 1

Verarbeitung von mitteldeutschem Braunkohlenteer.

Wir erhielten Ihr Schreiben vom 8.6.44, zu dem wir vorläufig wie folgt Stellung nehmen:

Allgemein ist für den Einsatz der DHD-Anlagen zur Verarbeitung von Teeren zu bemerken, daß sie sich infolge des niedrigen Druckes in erster Linie zur Durchführung von Raffinationsreaktionen eignen. So kann Mittelöl und Schwalbenzin zu phenolfreien und schwefelarmen Produkten verarbeitet werden. Auch die schweren Teeröle können raffiniert werden. Bei der Durchführung von Spaltungen ist ein Arbeiten bei höheren Temperaturen erforderlich, das eine Erhöhung der Koksbildung und damit eine Erniedrigung der Zykluslänge und der Anlage-Kapazität zur Folge hat.

Auf Grund unserer Kleinversuche besteht die Möglichkeit, in kurzer Zeit ohne besondere Änderungen der DHD-Apparatur Schwalbenzin und Mittelöl in den DHD-Anlagen einzusetzen und diese Produkte in einer Stufe raffinierend auf Autobenzin und Dieselöl bzw. einen J2-Kraftstoff zu verarbeiten. Das Autobenzin und Dieselöl bzw. einen J2-ten DHD-Stufe auf ein aromatenhaltiges Flugbenzin verarbeitet werden, das in seiner Überladekurve mindestens B4 entspricht. Eine Herstellung von B4 wäre durch Benzinierung des in der DHD-Anlage raffinierten Mittelöls mit der normalen 6434-Fahrweise möglich. Ein halbtechnischer Versuch zur Verarbeitung von Teermittelöl wird in den nächsten Tagen in unserer hiesigen DHD-Versuchskammer (1 cbm-Kontaktraum) zum Anlaufen kommen, um außer anderen Fragen auch den zu erwartenden Schwefelantritt im Regenerator zu klären. Hier sei bemerkt, daß durch diese Fahrweise der Kontakt für die normale Herstellung von DHD-Hochleistungsbenzin geschädigt wird. Er müßte zumindest, um Ausbeuteverluste zu vermeiden, wieder durch neuen ersetzt werden, wenn Hochleistungsbenzin hergestellt werden soll.

Die Verarbeitung von Braunkohlenteermittelöl (aus Deubener Teer, benzinfrei) ergab in Kleinversuchen bei etwa 470° Durchsatz 0,5 kg/Ltr. u. Std. und 40 atm H₂-Druck ein Produkt mit 25 % Benzin - 200°. Das restliche Mittelöl entspricht in seinem Raffinationsgrad normalen Dieselöl und dürfte gemäß dem über etwa 40° liegenden Anilinpunkt eine Cetanzahl von etwa 40 haben.

b.ow.

000220

Für die Verarbeitung von Rohteer in den DHD-Anlagen ist eine Entfernung der Asche und möglichst auch des Asphaltes notwendig. Wie Sie selbst schon bemerkt, fehlt es in den Anlagen vor allem an Filter- und Schleuder-Kapazitäten. Diese könnten vorteilhaft durch eine Druck- oder Vacuumdestillation ersetzt werden. Wir versuchen jetzt durch Vorschaltung eines leeren DHD-Ofens als Heißabscheider die unerwünschten Feststoffe und Asphalte vor den Kontaktofen zu entfernen.

Ein Kleinversuch mit Deubener Teer (18 % Mittelöl - 325°, 1,6 % Asphalt, 0,14 % Feststoffe) ergab im DHD-Ofen mit vorgeschaltetem auf 425° geheiztem Heißabscheider bei 460°C, 40 atm H₂-Druck und 0,5 kg/ltr. u. Stde Durchsatz auf den Kontaktofen 20 % Abschläm. Die Abschläm-Menge läßt sich wahrscheinlich noch erniedrigen. Das über den Kontakt gegangene Produkt entspricht in seinem Raffinationsgrad und Wasserstoffgehalt dem aus Mittelöl (s.o.) erhaltenen, es hat 15 % Benzin -200°, 50 % Mittelöl 200-325°, 25 % Öl im Siedebereich 325-360° und 10 % über 360°. Die Verarbeitung der über 325° siedenden Anteile mit festem Kontakt wäre ohne Schwierigkeiten möglich.

Für den technischen Einsatz müßten Pumpen, Leitungen u. dgl. beschafft werden, evtl. müßten auch Entladeeinrichtungen für den Teer geschaffen werden. Hierfür sind, auch in der Ludwigshafener Anlage, nicht unerhebliche Schlosserarbeiten erforderlich. Im übrigen ist zu bemerken, daß die bei einer derartigen Verarbeitung anfallenden, nicht direkt verwendbaren Fraktionen (insbes. die Rückstände und der Abschläm) bei isoliert stehenden Anlagen ohne Hochdruck-Hydrisierung (z.B. Ludwigshafen oder Moosbierbaum) abtransportiert werden müßten. Weiterhin fehlt in diesen Anlagen das Tanklager für mehrere verschiedenartige Produkte.

Den gewünschten Bericht über unsere bisherigen Versuchsergebnisse werden wir Ihnen noch zugehen lassen.

Bezüglich der Verarbeitung von Erdöl in DHD-Anlagen liegen ebenfalls bereits Versuche vor. Wir werden diese Frage auch weiterhin laufend verfolgen.

Heil Hitler !

I.G. FARBEINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

K. Simon

4. Juli 1944. SI/100

000221

27

207
L
S

Versuche mit Mittelöl und Leichtöl aus mit Deutschem
Braunkohlenschwefel in der 1 cbk-DHD-Kammer.
(vorläufige Zusammenstellung)

Zusammenfassung.

Im Hinblick auf u.ä. notwendig werdende Einsatz der DHD-Groß-
anlagen für die Verarbeitung von Braunkohlenschwefelprodukten
wurde nach vorangegangenen Kleinversuchen in der halbertechnischen
DHD-Versuchskammer (3 Öfen mit zusammen 960 ltr. Kontaktvolumen)
Mittelöl aus Deutschem Tor und in einem zweiten Versuch Leichtöl
aus Deutschem behandelt.

Die bei 60-65 atm Druck und 35 - 40 atm H_2 -Partialdruck mit
Durchsatz etwa 0,5 durchgeführte Versuche verliefen ohne Störung.
Die Wärmetönung betrug bei dem Mittelöl 180-210 kJ/kg Einspritzung,
die zu 79 % im Ofen I lag. Da die Öfen keine Kaltwasserführung be-
sitzen, wurde im Ofen I mit einem Temperaturanstieg von 18 auf 24 °C
gefahren. Bei dem Leichtölversuch lag die Wärmetönung bei 200-240 kJ/kg,
davon 86 % im Ofen I. Temperaturanstieg Ofen I 15,5 auf 24 °C.
Aus dem Mittelöl wurde mit 84 % Ausbeute ein fast schwefel- und
phenolfreies Produkt erhalten, das 22 % Benzin -170° enthält. Das
Benzin ist unterchloriger und hat Oktanzahl bes. 72, und M.H. 65.
Das b-Mittelöl hat Cetanzahl 40 und ist als Dieselöl verwendbar.
Für die Weiterverarbeitung über Kontakt 6434 dürfte wegen der hohen
Basenzahl (ca. 200) eine H_2SO_4 -Raffination des Mittelloles notwendig
sein. Für besondere Verwendungszwecke lässt sich aus dem Abstreifer-
produkt eine Fraktion 100 -225° heraus schneiden mit Stockpunkt ca. -30°
Oktanzahl M.H. 60.

Das Leichtöl ergab bei einer Ausbeute von 84 % ein Abstreifer-
produkt mit etwa 80 % Benzin -170°. Das Benzin hat 29 % -100° und
Oktanzahl M.H. 60.

Über den Schwefelangriff der Produkte auf die Apparate-
teile kann zurzeit noch nichts Näheres ausgesagt werden.

gez. Simon
gez. Süßenguth

22668

Versuche mit Mittelöl und Leichtöl aus mitteldeutschen Braunkohlenschwefelölen in der 1 cbm-DHD-Kammer
(vorläufige Zusammenstellung)

Im Hinblick auf den u.U. notwendigen Einsatz der DHD-Prozessanlagen für die Verarbeitung von Braunkohlenschwefelölerprodukten sollen analoge Versuche in der halbtechnischen DHD-Versuchskammer 500 durchgeföhrt werden.

Die DHD-Versuchskammer besteht aus drei Öfen¹⁾ von 12 m H.h. 30 und 180/229 mm Durchmesser. Das Kontaktvolumen beträgt 960 Ltr. insgesamt pro Ofen 520 Ltr. Die Kammer hat elektr. Vorheiz- und Zirkulationsvorheiz- und 2 Regeneratoren.

Angeliefert wurde Deubener Teer, von dem für die Versuche 25% Mittelöl -340° abdestilliert wurden. Außerdem erhielten wir getrocknet eine Sendung Leichtöl.

Versuch 1a

Der erste Versuch wurde mit dem abgetropften Mittelöl durchgeföhrt. Das Einspritzprodukt hatte folgende Daten:

spez. Gewicht	0,945/75°
Siedebeginn	196°
-225°	50%
-250°	15,5%
-275°	30,0%
-300°	57,0%
-325°	84,0%
Endpunkt	3490/99,0%
Phenolgehalt	18%
Schwefelgehalt	1,2%

Versuchsbedingungen

Gesamtdruck Kammerzugang:	65 atm
H ₂ O-Partialdruck:	38 atm
Temperaturen: Ofen I	18 MV → 24,1 MV
" II	23,8 MV → 24,2 "
" III	24,2 " → 24,1 "
Durchsatz:	0,42 kg/ltr. Kat.-Std.
	0,50 "
Gasmenge:	2 cbm/kg Einspritzung
H ₂ O-Einspritzung:	5 g/kg Einspr. auf Reg.-II.

1) Der Refinementofen wurde für diese Versuche abgeobaltet.

2 -
von Produkt ungen
000223

Versuchsverlauf.

Der Versuch lief 61 Stunden ohne Störung und wurde nach dieser Zeit programmgemäß umgestellt auf Regeneration. Die Regeneration wurde mit ca. 5-7 % Luft enthaltendem Stickstoff bei einer Reaktions-temperatur von 30 MP durchgeführt. Die Brenndauer betrug:

Ofen I: 6,5 Stunden (gegenüber 4,5 Std. beim. bei)
Ofen II: 8 " " " " " "
Ofen III: 9 " " " " " "

Während der Regeneration wurde eine 5 % Natriumlösung zwischen Regenerator II und Kühler eingespritzt. Das Regenerationswasser war während der gesamten Regenerationszeit alkalisch. Die Regenerationszeit betrug insgesamt 21 Std. (gegenüber etwa 15 Std. bei ungeschicktem Benzin).

Versuchsergebnisse:

Während der Versuchsperiode fiel ein Abstreiferprodukt von fast konstanter Zusammensetzung an:

spez. Gewicht 0,850
Anilinpunkt + 38
Siedekurve: Beginn 53°
 % -100°: 5
 " -125°: 10
 -150°: 17
 -170°: 22
 -200°: 33
 -250°: 56
 -300°: 86
 -325°: 95
Endpunkt 331/97 %
Phenolgehalt: unter 0,1 %
Basenzahl: 178 mg/ltr.
Schwefelgehalt: 0,05

Das Abstreiferprodukt wurde in der halbertechnischen Destillation zerlegt in:
22 % Benzin -170°
78 % Mittelöl über 170°.

Die Untersuchung dieser Produkte ergab:

	<u>Benzin</u>	<u>Mittelöl</u>
spez. Gewicht	0,763	0,879
Anilinpunkt I	30,5	41,5
" II	52,1	
Phenolgehalt	0,008	0,01
Basenzahl:	147	208
Jodzahl	3,8	3,3
Schwefelgehalt	0,01	0,05
Siadekurve:	Beginn 51°	Beginn 125°
	-70 : 4 %	-200 : 4 %
	-100 : 26 %	-250 : 40 %
	-150 : 88,5 %	-300 : 80 %
	-170 : 97,0 %	-325 : 92 %
		Endpunkt 325°
Aromatengehalt	24 %	
Ungesättigte	2 %	
Oktanzahl	Res. 72	
	Moh. 65	
Cetanzahl		
Stockpunkt		40
		-2°

Das Benzin ist mit 26 % -100° unterfordernsrecht, in der Oktanzahl (Res. 72) höher als erwartet. Das Mittelöl hat Cetanzahl 40 und ist als Dieselöl verwendbar. Vor der Weiterverarbeitung über 6434 Gürtle wegen dem hohen Basenzahl eine Schwefelsäureaffination notwendig sein.

Außer der technischen Zerlegung wurde im Labor ein Benzin mit Endpunkt 140° und für besondere Zwecke die Fraktionen 100-Endpunkt, 100-250° und 100-270° herausgeschritten.

Das Benzin -140° hat eine Grundlichtzahl M.M. 65, Res. 72, ist also kein Fliegerbenzin. Die Fraktion 100-Endpunkt hat Stockpunkt-7, die Fraktion 100-250° Stockpunkt -25, die Fraktion 100-270° Stockpunkt -37. Bei sorgfältiger Fraktionierung im Großen dürften sich die Stockpunkte etwas verbessern, sodass für die gedachten Zwecke eine Fraktion 100-235° in Frage kommt. Eine entsprechende Probe von ca. 5 to wird für Motorenversuche hergestellt.

Produktbilanz

	Spezies und Std.	% v. Einsparung
Einsparung:		
a-Mittelöl	472 kg / Std.	98,9
H ₂ -Aufnahme	15 kg / Std.	3,1
Summe	487 kg / Std.	100,0
Verlust:		
Abstreiferprodukt C ₄ -frei	408 kg / Std.	83,8
+Gasbenzin	27	5,5
Wasser, H ₂ S, NH ₃	1,5	0,3
Koks	32,5	6,7
KW-Vergasung (C ₁ -C ₄)	469	96,3
Rohausbeute	18	3,7
Sonstige Verluste		
Summe	487 kg / Std.	100,0

x) Die Verluste müssen größtenteils zur Vergasung gerechnet werden.

000225

Wasserstoffverbrauch und Wärmetönung:

Die H_2 -Aufnahme beträgt nach den Bräuchgasmessungen:
 182 cm³ / kg Binspritzung
 Nach der H_2 -Aufnahme errechnet sich eine Wärmetönung von
 207 kJ / kg Binspritzung.
 Nach den thermischen Messdaten erhalten eine Wärmetönung von
 181 kJ / kg Binspritzung,
 davon entfallen auf Ofen I: 79 %
 " II: 15 %
 " III: 6 %.

Versuch 2a

In einem zweiten Versuch wurde ebenfalls aus Reubener Feer
 verarbeitet.

Das Binspritzprodukt hatte folgende Daten:

spez. Gewicht:	0,854/10 ³	Siedekurve:	Beginn 62°
Anilinpunkt I:	0°		
" II:	+66,5°		
Phenolgehalt	8,8 %		
Schwefelgehalt	2,6 %		
Bronzehl.	21,4		
Zusammensetzung (aus AP berechnet):		Endpunkt	280°/975 %
24 % Paraffine			
3 % Naphthene			
42 % Aromaten			
31 % Ungesättigte			

Elementaranalyse:

C	82,89 %
H	11,20 %
O	2,85 %
N	0,27 %
S	2,79 %

Versuchsbedingungen:

Gegendruck Ofeneingang:	50 atm
H_2 -Partialdruck:	35 atm
Temperatur:	
Ofen 1:	15,5 → 24,0
Ofen 2:	24,5 → 25,5
Ofen 3:	25,5 → 25,1
Durchsatz:	0,50 kg pro Ltr. Kat und Std.
Gasmenge:	2 Gcm pro kg Binspritzung
H_2 -Binspritzung:	5 % auf Binspritzung auf Regenerator-II.

Versuchsverlauf:

Der Versuch lief 66 Stunden ohne Störung. Er wurde bei Fliegere-
 alter plötzlich abgestellt. Beim Wiederaufahren zeigte sich plötzlicher
 Widerstand, verursacht durch Koksbildung am Eingang des ersten Ofens.
 Durch geeignete Maßnahmen bei der Abstellung kann diese Störung ver-
 mieden werden. Die Regeneration ist infolge dieser Störung bisser
 noch nicht durchgeführt.

Versuchsergebnisse:

Das Abstreiferprodukt veränderte sich während des Versuches nicht und hatte folgende Eigenschaften:

spez. Gewicht	0,783/15°	Siedekurve	Beginn: 50°
Anilinpunkt I	+24,3°	- 75°	7 %
Phenolgehalt:	0,005 %	-100°	24 %
Schwefelgehalt:	0,97 %	-125°	53 "
		-150°	70 "
		-170°	81 "
		-180°	84 "
		-200°	90 "
		-225°	95 "
		Endpunkt	233°/97,5 %

Die technische Zerlegung des Abstreifers ist noch nicht erfolgt. Im Laboratorium wurde ein Benzin -170° folgender Zusammensetzung herausgeschnitten:

spez. Gewicht	0,752
Anilinpunkt I	28,0°
Siedebeginn:	52°
-70°	3,5
-100°	29,0
-120°	58,0
-140°	80,0
-170°	92,0
Endpunkt	174°/98,5
Oktanzahl:	M.M. 60

Produktbilanz:

Einsatz:	Leichtöl	484 kg/Std.	97 %
	H ₂ -Aufnahme	15 "	3
		499 kg/Std.	100
Anfall:	Abstreifer, C ₄ -frei		
	+ Gasbenzin	421 kg/Std.	84,4
	Wasser, H ₂ S+NH ₃	21,5 "	4,3
	Koks	1,5 "	0,3
	KW-Vergasung (C ₁ -C ₄)	55,0 "	11,0
		499,0 kg/Std.	100

Wasserstoffverbrauch + Wärmetönung

Nach der Frischgasmessung beträgt der Wasserstoffverbrauch 400 cbm/to Einspritzung. Daraus errechnet sich eine Wärmetönung von 200 WE pro kg Einspritzung. Aus den thermischen Daten des Ofens ergibt sich eine Wärmetönung von 240 WE/kg Einspritzung, davon entfallen auf

Ofen I:	85
Ofen II:	12
Ofen III:	?

000227

Bag 2071

Item 28

Hydrogenation - Splitting of
Separator Heavy Oil from
Silesian Bituminous Coal
with Various Catalysts

28

H. J. Franke
Lehrer d. Physik

2071
1/5

Hydrierende Spaltung von Abstreifer-Schweröl aus schlesischer Steinkohle mit feinverteilten Kontakten

Zusammenfassung.

Abstreiferschweröl, das durch Verarbeitung von schlesischer Steinkohle bei 700 atm auf Heizöl im Großversuch Ludwigschafen (Kammer 804) gewonnen worden war, ließ sich mit 2 % Eisen-Grube und 2 % Schwefel abtunungs-frei - abgesehen von Coronabildung beim Hochgehen des Ofens über 26 mV - bei 600 wie bei 250 atm auf Benzin und Mittelöl verarbeiten. Um das spaltfähige Öl zur Reaktion zu bringen, mußten hohe Temperaturen (438-493°C) eingestellt werden. Bei dementsprechend hoher Verdrängung (17,6 bzw. 22,2 %) wurden Leistungen von 0,34 bzw. bei niedrigerem Druck von 0,23 erzielt. Abstreiferschweröl liefert demnach bei der Verarbeitung in der Sumpffase keine besonders günstigen Ergebnisse, wenn es sich auch etwas besser spalten ließ als Hochtemperaturteer. Die direkte Hydrierung von Steinkohle auf Benzin und Mittelöl ist demzufolge vor-zuziehen. Die Verarbeitung in zwei Sumpffasestufen, da bei zwei-stufiger Verarbeitung bei 600 atm zwar etwa der gleiche Reaktionsraum pro Liter Benzin + Mittelöl benötigt wird, aber die Verdrängung und da-mit der Wasserstoffverbrauch höher ist.

Durch Verwendung von Schwefel in größerer Menge, ferner durch Mischung von Schwefel mit Steinkohle ließen sich die Ergebnisse nicht verbessern. Benzin und Mittelöl aus Abstreiferschweröl waren wasserstoffärmer als die durch direkte Schmelzhydrierung erhaltenen Öle. Das Benzin -2000 wies den für ein Sumpfbenzin hervorragenden Klopfwert 93 (Research) auf.

gez. Hupfer
" Leonhardt

Versuchsordnung.

Normales 10-1-Ofen-System.
Verheizzschlange gelitert zu 1040cm³ gegen 1080cm³ neu.
Ofen-Inhalt 8,6 l.
Abscheider mit H. Eifuß.
Ofenrührer 40 Umdr/min.

Ofen 451 vom 16.7. - 2.8.43

- 16.7.43 Ofen drucklos angeheizt.
- 17.7.43 ab 10 mV Ofen unter Druck, 250 at, 8 000 l Gas, ab 12 mV mit Einlauf P 12141) Setopet -325° + 2,0 % 33022) 50%ig koll. ab 22,5 mV P 1585 + P 14163) Seti. -125° (1:0,3).
P 1416 als anfänglicher Ersatz der 1. ... Rückführung, die erst am nächsten Tage einsetzte, + 0,5 % O₂ 50%ig koll. bez. auf Frischöl. Gas 2,5 cbm/kg Frischöl. Durchsatz 4,5 kg pro h Frischöl = rd. 0,5; Abschlämme 3-8, danach war der Durchsatz zu fahren. Temperaturen: Sumpffase max. 24,0 mV, Ofen 24,5 mV, Abscheider 0,7 mV tiefer als Ofen. Rückstands-aufarbeitung: Wenigabschlamm wird geschw. Schwefel + Ab-streifer destilliert auf Benzin -200°, Mittelöl -325° und Rückstand > 325°.

1) Lithiananreiböl von Rütge... 2) Gas... alkal. 3) Stein-kohlenteer von Ruhrgebiet

18.7.--
26.7.43

Das Friscoöl erwies sich als außerordentlich spaltträge, was am hohen spezifischen Gewicht des Abstreifers und dessen niedrigen Gehalt an Anteilen -325° , sowie an dem hohen Abschlammanfall erkennbar wurde. Der Abschlag hatte unerwartetweise eine miserable dunkelbraune Farbe. Mit Einsetzen der Schwerölrückführung wurde die Leistung aber noch geringer. Es wurde versucht, eine einigermaßen brauchbare Leistung herauszuholen

- 1) durch Steigerung der Eisen-Grude-Kontaktmenge von 0,5 auf 2,0 %,
- 2) durch zusätzliche Zugabe von schließlich 2,0 % 41751),
- 3) durch Steigerung der Reaktionstemperatur auf zuletzt 26 mV. Auch bei diesem lag der Ofen noch vollkommen ruhig.

Trotz dieser Maßnahmen konnte kein höherer Durchsatz als 0,3 gefahren werden, und auch mit diesem lagen die Abschlammpromente mit 20,5 noch unzulässig hoch.

Sämtliche Bilanzunterlagen von dieser Versuchszeit sind durch Brand vernichtet.

27.7.43

Druck erhöht auf 600 atm. Temperatur vorsichtshalber zurück auf 25,8 mV. Es sollte versucht werden, durch Druckerhöhung bessere Ergebnisse zu erhalten.

28.7.43

Temperatur vor auf 25,6 mV und später auf 26,0 mV. Der Ofen lag bei 25,7 - 25,5 mV ruhig, und die Druckerhöhung hatte noch keine Durchsatzsteigerung erlaubt, da noch zuviel Abschlag anfiel.

Temperatur wieder zurück auf 25,8 mV.

Der Ofen wurde bei 26,0 mV merklich unruhig. Die Temperatur stieg häufig auf 26,5 mV an, was Bildung von Coronen zur Folge hatte; dieses kondensierte mit dem Abstreifer und gab zu häufigen Standstörungen im 10-1-GeFAB Veranlassung.

29.7.43

Wegen Explosion in der Fabrik Ofen beschleunigt abgestellt. Es wurde zwei Mal entschlammt. Mengen 8200 und 8500 g. Der Ofen ist als sauber zu bezeichnen.

2.8.43

Ofen drucklos umgestellt, ab 10 mV 230 atm Druck, 8000 l Gas, ab 12 mV Einlauf.

3.8.43

Umgestellt auf 600 atm. Danach kurze Druckdifferenz 800-300 atm Schlangeneingang und alle übrigen Manometer.

Vermutlich hatte sich durch das rasche Abstellen am 29.7.43 in der Schlange ein Rückstand festgesetzt, der sich beim Anfahren nicht ablassen ließ. Durch kurzzeitige Druckerhöhung auf 230 atm. wegen Störung am Multi infolge Kurzschlusses.

- 1) Schwefel krist.

- 4.8.43 Bei ... in Reparatur.
- 5.8.43 Standstörungen im Abscheider, vermutlich hervorgerufen durch Coronen, da die Temperatur verschiedentlich zu hoch gefahren war. Durch Spülen in Ordnung. Zeitweilig ohne Schwerdrückführung, da die Destillation infolge explosionschadens nicht nachkam.
- 6.8.43 Frischöldurchsatz vor auf 3,3 kg/h. Zu wenig Abschleimfall. Die Druckerhöhung hatte sich erst nachträglich ausgewirkt. Zeitweilig Standstörungen am 10-l-Gefäß. Grund: Coronen wie am 5. . 43.
- 7.8.43 Wegen Stromstörung blieben beide KBF kurzzeitig stehen. Wiederum Standstörung am 10-l-Gefäß.
- 8.8.43 Bilanz 1
Nach der Analyse Druck zurück auf 250 atm. Ofentemperatur vor auf 26,0 mV. Zur Wiederholung des Versuches bei 250 atm, um neue Bilanzunterlagen zu erhalten.
Frischöldurchsatz zunächst 3,0 kg/h.
- 9.8.43 Frischöldurchsatz stufenweise zurück auf 2,5 kg/h. Zuviel Abschleimfall.
- 10.8.43 Temperatur zeitweilig zurück auf 22,5 mV, wegen Fliegerangriff.
- 12.8.43 Bilanz 2
Nach der Analyse als Kontakt nur 7 % 4175 gelöst in Frischöl. Es sollte die alleinige Kontaktwirkung von 4175 geprüft werden. Nach Vorversuchen von Dr. Lemme löste das Frischöl etwa 7-8 % Schwefel. Temperatur zurück auf 25,5 mV, vorsichtshalber.
- 13.8.43 Temperatur wieder vor auf 25,0 mV. Der Ofen lag ruhig. Durchsatz zurück auf 2,1 kg/h Frischöl. Zuviel Abschleimfall.
- 14.8.43 Durchsatz weiter zurück auf 1,8 kg. Grund wie oben.
- 15.8.43 Durchsatz weiter zurück auf 1,5 kg Frischöl. Zuviel Abschleimfall. Der Schwefel erwies sich als Kontakt von sehr geringer Spaltaktivität im Vergleich zu Gradedisen.
- 16.8.43 Bilanz 3
Der Stand im Abscheider war den ganzen Tag nicht in Ordnung, da das Schauglas verschmutzt. Nach der Analyse wurde deshalb der Durchsatz vorübergehend etwas verringert und das Schauglas mit Kresol und Mittelöl gespült. Die Standstörungen ließen sich damit beseitigen. Danach wurde umgestellt auf eine Mischung von P 1585 + P 15761 vom 17. 10. 40 (3:1) + 2,0 % 8802 + 2 % 4175 bei sonst unveränderten Bedingungen. Es wurde erhofft, daß das schwer spaltbare Abstreiferschweröl mit dem Teer als belebendes Element sich besser verarbeiten läßt. Durchsatz zunächst 2,5 kg/h Frischöl (P 1585 + P 1576), Temperatur 25,3 mV.
- 17.8.43 Temperatur langsam vor auf 26,0 mV. Der Ofen lag ruhig, außerdem fiel zuviel Abschleim an.

1) Heißteer aus Steinkohlenschwefelteer Karsten-Centrum.

- 17.8.43 (Fortsetzung) Kurzzeitig musste ohne Schwerölrückführung gefahren werden, da die Destillation nicht nachzul. Das Standschlagglas des Abscheiders war stark verschmutzt und oft dunkel. Es traten deshalb Schwierigkeiten in der Standhaltung auf, wodurch wiederum das starke Schwanken des Abschlammmanfalles bedingt war.
- 18.8.43 Das Standschlagglas in Abscheider hatte weiterhin schlechte Sicht trotz Kresolspülung. Frischöldurchsatz zurück auf 2,3 kg/h. Zuviel Abschlammfall. Schwerölrückführung zurück auf 60 : 40. An sich zu wenig Schweröl an.
- 19.8.43 Ofen wurde kalt gefahren zwecks Erneuerung der Bürste am Abscheiderschlagglas, da es nicht weiter gefahren werden konnte. Drei mal Entschlammung ging gut. Mengen genügend: Ofen 9.5, 7.4, 9.5 kg. Abscheider 1.0, 1.1, 1.4 kg. Ausbohrerfund: Bürste defekt, ersichtlich die aus Naturharzborsten bestand.
- 21.8.43 Ofen wieder angefahren. Ab 12 mV Bialauf mit P 1585 + 5 kg SO₂ + 2 % 6775. Ab 21 mV Misierung. Durchsatz und Temperatur wie vor. Im Abstellen.
- 23./24.8.1943 Standschlagglas wieder undurchsichtig. Daraus wiederholtes Spülen mit Kresol und Mittelöl in Ordnung.
- 25.8.43 Zusätzlich 0,2 % 6709¹⁾. Das Abwasser zeigte Spuren von Korrosion infolge des hohen pH-Wertes des P 1576.
- 27.8.43 Erneute Standstoppungen bei klarem Schauglas. Der Abschlamm war dick und enthielt Klumpen. Die Analyse ergab 22,2 % Festes, 15,7 % Asche im Festen und nur 5,0 % s-Asphalt im Öl. Der Mikrobefund zeigte eine homogene Verteilung des Festen aber reichlich s-Asphalt! Somit hat das Abstreiferschweröl auf die Asphalte des Schwelzweres fälschend gewirkt. Damit und mit der dadurch bewirkten verzerrten Inaktivierung des Kontaktes wäre eine Erklärung für die eher ungünstige Wirkung des Teerzusatzes gefunden.
- 28.8.43 Bilanz 4
Nach der Analyse Mischung aus P 1585 + K 1197 vom 9. 2. 41 getränkt mit 1,2 % 1181²⁾ getrocknet und gemahlen (1:0,3) + Abstreifer-Schweröl (60:40) + Abschlamm (1:0,3) + 0,2 % 6709, alles bezogen auf P 1585 (Frischöl). Abschlamm-% 16-20.
Es sollte nun versucht werden, durch Zusatz von 30 % Konle als Kontakt die Spaltung zu verbessern.
- 30.8.43 Frischöldurchsatz zurück auf 2,0 kg/h (von 2,3 kg). Zuviel Abschlammfall. Die Spaltung sank also mit dem Konlezusatz ab.
- 1.9.43 Der Ofenrührer stieß auf. Die Kette wurde herausgenommen. Umgestellt auf P 1585 rein und kalt gefahren. Bei Entschlammung ging gut, die Mengen waren etwas gering: Ofen 6.5, 7.8, 7.7 kg Abscheider 1.3, 1.3, 1.2 kg. Der Rührer ließ sich auch nach

1) Sulfigran
2) FeSO₄ . 7 H₂O

3) Analysen		% Festes	% Asche i.F.	% s-Asphalt im Öl
Ofenabschlamm I		7,8	46,1	1,3
" III		1,7	0,45	2,5

2.9.43

Seit jedesmaligen Abschlüssen mit der Bank nicht gesehen.

Aus dem Buch: Das Unternehmen war 1930 mit von außen...
... (2,5 %), der Rest der Bank...
... (2,5 %), der Rest der Bank...
... (2,5 %), der Rest der Bank...

Bankbuchhaltung

Der Abzug... (2,5 %) ... (2,5 %) ... (2,5 %)

Bankbuch

Das Unternehmen... (2,5 %) ... (2,5 %) ... (2,5 %)

Das Unternehmen... (2,5 %) ... (2,5 %) ... (2,5 %)

Bankbuch

Das Unternehmen... (2,5 %) ... (2,5 %) ... (2,5 %)

Bankbuch

Das Unternehmen... (2,5 %) ... (2,5 %) ... (2,5 %)

x) gegen 1 040 an... bei Anfahren.

Bilanz 4.

der
Ofen

In der Hoffnung, daß sich das träge Abstreiferschweröl durch Zumischung eines aktiven und noch dazu chlorhaltigen Schwelteerückstandes beleben ließe, wurde auf eine Mischung des Frischöls mit 25 % eines schlesischen Heißschwelteres (P 1375) umgestellt, und anstelle der großen Schwefelmenge wurde die in den ersten Versuchen benutzte Kontaktkombination - 2 % Grude-Lisen + 2 % Schwefel - verwendet. Ferner mußten zur Chlorneutralisation 0,2 % Sulfigran zugesetzt werden. In diesem Versuch wurden nicht einmal die Ergebnisse der Bilanz 2 ohne Teerzusatz wieder erreicht. Wenn auch bei der Kürze des Versuches/sich vielleicht noch nicht von der ungünstigen Wirkung des vorangegangenenfahrens mit Schwefel allein voll erholt hatte und überdies die Ergebnisse durch Schwierigkeiten der Standhaltung infolge Verschmierung des Schauglases etwas beeinträchtigt wurden, so ist doch zu erkennen, daß der Zusatz des Schwelteres die Hydrierung des Schweröls aus der Kohle nicht entscheidend zu bessern vermag. Möglicherweise ist das Abstreiferschweröl kein geeignetes Lösungsmittel für die Schwelteerasphalte.

Ein weiterer Versuch, die Spaltung des Schweröls durch Zusatz von 50 % Kohle, die mit 1,2 % Eisensulfat getränkt war, zu verbessern, scheiterte daran, daß Abstreifen im Ofen und wohl auch schon in der Vorheizschlange auftrat. Das Abstreiferschweröl hält zwar den Gradenkontakt in der Schwebel, aber nicht mehr die Kohleasche und die nicht abgebackte Kohle. Das im Ofen abgesetzte Festes hatte koksähnliches Aussehen.

Daß ein Kohleabbau von nur 75 % festgestellt wurde, deutet darauf hin, daß die aus der Kohle primär entstandenen Asphalte bei der hohen Temperatur von 26 mV und 250 atm bereits erheblich zur Dehydrierung neigen.

Die in allen Versuchen beobachtete Festenausbildung von 0,5 - 1,5 % auf Frischöl zeigt ebenfalls, daß bei 26 mV bereits mit merklicher Dehydrierreaktion zu rechnen ist.

Der Anfall wurde nur bei der Verarbeitung bei 250 atm näher untersucht.

Die Öle unterscheiden sich grundlegend von den direkt aus Kohle gewonnenen. Das Benzin -200° ist entsprechend dem niedrigen Sauerstoffgehalt des Ausgangsöles wesentlich phenolärmer (3 gegen 18 %). Bei ähnlicher Siedekurve enthält es nahezu 50 % Aromaten und dabei den sehr hohen Klopffwert 83 (Research). Nächstenhand ist die Zusammensetzung der des Kohlebensins gegenübergestellt.

Rohstoff		P 1585	K 1197
Paraffine	%	20	30
Naphthene	%	28	35
Aromaten	%	48	27
Ungesättigte	%	4	8
O.Z. Research		83	75

Die Paraffine unterscheiden sich im Anilinpunkt nicht von denen des Benzins aus der Kohleverflüssigung. Aus der Gegenüberstellung lassen sich Rückschlüsse ziehen auf die Qualität des primär aus der Kohle entstehenden Benzins. Dieses enthält mehr Paraffin, mehr Ungesättigte und relativ wenig Aromaten. Es dürfte also vorwiegend durch Abspaltung paraffinischer Ketten geildet werden.

000234

- 7 -
Beim Mittelteil - 325° liegt die Hauptmasse wieder in der Richtung der Kohleverflüssigung in allen Punkten in der Richtung der Kohleverflüssigung aber nicht mehr so stark ausgeprägt wie beim oberen Teil.

Das entstehende verbleibende Abdruckeschenwerk wird durch das Gewicht des Gelechts und der Elementaranalyse nach aromatischer Art. Das Gelechtschen enthält aber mehr niedrigviskose Bestandteile als das obere Gelechtschen. Es muß auch einen niedrigeren Siedepunkt haben.

Bei 600 mm wird der Dampf ein wenig mehr als bei 250 mm bei 250 mm.

000235

~~SECRET~~

1. [Illegible]

2. [Illegible]

3. [Illegible]

4. [Illegible]

5. [Illegible]

6. [Illegible]

7. [Illegible]

8. [Illegible]

9. [Illegible]

10. [Illegible]

11. [Illegible]

12. [Illegible]

13. [Illegible]

14. [Illegible]

15. [Illegible]

16. [Illegible]

17. [Illegible]

18. [Illegible]

19. [Illegible]

20. [Illegible]

21. [Illegible]

22. [Illegible]

23. [Illegible]

24. [Illegible]

25. [Illegible]

26. [Illegible]

27. [Illegible]

28. [Illegible]

29. [Illegible]

30. [Illegible]

31. [Illegible]

32. [Illegible]

33. [Illegible]

34. [Illegible]

35. [Illegible]

36. [Illegible]

37. [Illegible]

38. [Illegible]

39. [Illegible]

40. [Illegible]

41. [Illegible]

42. [Illegible]

43. [Illegible]

44. [Illegible]

45. [Illegible]

46. [Illegible]

47. [Illegible]

48. [Illegible]

49. [Illegible]

50. [Illegible]

000236

Tabelle 1.

Bilanzen

von der spaltenden Hydrierung von Abstreiferschweröl aus
schlesischer Steinkohle (P 1585) aus Kammer 804 auf Benzin +
Mittelöl mit fernverteiltem Kontakt.

Bilanz No.		1	2	3	4
Druck	atm	600	250	250	250
Frischöl		P 1585	P 1585	P 1585	P 1585+ P 13761)
Frischöldurchsatz kg/Ltr.-Of. Vol./SR		0,435	0,326	0,194	(3:1) 0,285
Kontakte koll.auf Frischöl zum Brei	98022 41759)	2,0 2,0	2,0 2,0	0 7,0	2,0 2,0
Frischöl: Schwerölrückführung		55:45	55:45	55:45	60:40
Frischöl: Abschlämrrückführung		1:0,3	1:0,3	1:0,3	1:0,3
Gas cbm/kg Frischöl		2,58	3,01	3,72	2,82
Temperatur Vorheizer	°C	462	468	468	468
Ofen	°C	488	493	493	493
Abschälder	°C	476	481	481	481
Umdrehungszahl des Ofenrührers/min.		40	40	40	40
Rohbilanz aus/ein	%	98,8 ³⁾	99,0 ⁴⁾	97,8	99,0 ⁴⁾
Ausbeute a. Frischöl-H ₂ -Verbrauch	%	55,8	97,0	95,2	97,3
pr. Ölgewinn a. Frischöl	%	82,1	78,1	75,6	78,3
darin Schweröl	%	4,9	8,1	10,7	11,9
Bi- + Mi-Leistung/kg/Ltr.-Of. Vol./h		0,336	0,228	0,126	0,188
Benzin -200° in Bi + Mi	%	23,4	24,9	26,8	32,7
Neuabblamm a. Frischöl	%	15,2	23,2	12,9	17,4
Schweißl 2. Frischöl	%	12,7	20,6	10,5	13,9
Schweißl ausbeute a. Öl im Ab- schlamm	%	88,8	98,9 ³⁾	80,7	92,3
Vergasung a. Bi + Mi + Verg.	%	17,6	22,2	22,9	24,3
Vergastes C a. C im Frischöl	%	16,5	19,7	19,1	21,0
davon als CO	%	3,0	2,7	2,7	2,2
" " CO ₂	%	0	0	0	0,5
Festensubildung a. Frischöl	%	0,4	1,3	0,8	1,4
Asphaltabbau	%	84,2	59,2	48,0	85,4
Wasserneubildung a. Frischöl	%	0,5	1,4	0,5	0
Ofen Tag 1943		451 8.8.	451 12.8.	451 16.8.	451 28.8.

1) Schlesag-Lurgi-Heizöfen

2) Grube-Eisensulfat alkalisiert

3) Schwefel-krist.

4) Korrigiert.

000237

Table 2

Analysis

Analysis for 1945

Station No.	1	2	3	4
Station 100	1,002	1,002	1,002	1,002
Station 101	10,4	10,9	10,4	10,8
Station 102	37,3	34,2	36,6	32,6
Station 103	1,006	1,000	1,004	1,004
Station 104	5,8	10,0	5,8	10,8
Station 105	10,9	11,2	10,2	10,8
Station 106	1,0	0,0	10,2	11,8
Station 107	1,0	1,0	0,0	0,4

Table 3

Analysis for 1945

Station No.	1	2	3	4	1945	1946
Station 100	0,2	0,1	0,2	0,4	0,2	2,63
Station 101	1,02	0,02	0,02	0,02	0,017	0,6
Station 102	0	0	0	0	0	...
Station 103	2,7	2,9	1,5	2,4	2,0	35,8
Station 104	1,03	1,04	1,03	1,04	1,03	1,101
Station 105						00,9

Station 100 1945 15 feet
 101 1945 15 feet
 102 1945 15 feet
 103 1945 15 feet
 104 1945 15 feet
 105 1945 15 feet

Analysis for 1945

000238

Table 1
Administrative Expenses

By Department

Personnel

Salaries
Benefits
Travel

10000
2000
500

Supplies

Printing
Postage
Telephone

1500
800
1200

Other

1000
1500
2000
2500
3000
3500
4000
4500
5000
5500
6000
6500
7000
7500
8000
8500
9000
9500
10000

1000
1500
2000
2500
3000
3500
4000
4500
5000
5500
6000
6500
7000
7500
8000
8500
9000
9500
10000

1000
1500
2000
2500
3000
3500
4000
4500
5000
5500
6000
6500
7000
7500
8000
8500
9000
9500
10000

1000
1500
2000
2500
3000
3500
4000
4500
5000
5500
6000
6500
7000
7500
8000
8500
9000
9500
10000

1000
1500
2000
2500
3000
3500
4000
4500
5000
5500
6000
6500
7000
7500
8000
8500
9000
9500
10000

1000
1500
2000
2500
3000
3500
4000
4500
5000
5500
6000
6500
7000
7500
8000
8500
9000
9500
10000

1000
1500
2000
2500
3000
3500
4000
4500
5000
5500
6000
6500
7000
7500
8000
8500
9000
9500
10000

1000
1500
2000
2500
3000
3500
4000
4500
5000
5500
6000
6500
7000
7500
8000
8500
9000
9500
10000

1000
1500
2000
2500
3000
3500
4000
4500
5000
5500
6000
6500
7000
7500
8000
8500
9000
9500
10000

1000
1500
2000
2500
3000
3500
4000
4500
5000
5500
6000
6500
7000
7500
8000
8500
9000
9500
10000

1000
1500
2000
2500
3000
3500
4000
4500
5000
5500
6000
6500
7000
7500
8000
8500
9000
9500
10000

1000
1500
2000
2500
3000
3500
4000
4500
5000
5500
6000
6500
7000
7500
8000
8500
9000
9500
10000

1000
1500
2000
2500
3000
3500
4000
4500
5000
5500
6000
6500
7000
7500
8000
8500
9000
9500
10000

1000
1500
2000
2500
3000
3500
4000
4500
5000
5500
6000
6500
7000
7500
8000
8500
9000
9500
10000

1000
1500
2000
2500
3000
3500
4000
4500
5000
5500
6000
6500
7000
7500
8000
8500
9000
9500
10000

1000
1500
2000
2500
3000
3500
4000
4500
5000
5500
6000
6500
7000
7500
8000
8500
9000
9500
10000

1000
1500
2000
2500
3000
3500
4000
4500
5000
5500
6000
6500
7000
7500
8000
8500
9000
9500
10000

1000
1500
2000
2500
3000
3500
4000
4500
5000
5500
6000
6500
7000
7500
8000
8500
9000
9500
10000

1000
1500
2000
2500
3000
3500
4000
4500
5000
5500
6000
6500
7000
7500
8000
8500
9000
9500
10000

1000
1500
2000
2500
3000
3500
4000
4500
5000
5500
6000
6500
7000
7500
8000
8500
9000
9500
10000

1000
1500
2000
2500
3000
3500
4000
4500
5000
5500
6000
6500
7000
7500
8000
8500
9000
9500
10000

Administrative Expenses

Personnel 10000
Supplies 1500
Other 1000
Total 12500

Tabelle 5
Benzinfraktionen
zu Bilanz 2

000239

Benzin -200° mit NaOH behandelt.

Fraktion	I -90°	II 90-150°	III 150-180°	IV 180-200°
Gew. %	14,1	42,9	27,6	12,0
Spez. Gew./20°	0,730	0,794	0,835	0,667
Ap. I °C	26,0	2,0	-2,8 ber.	-3,8 ber.
" Ia "	26,8	3,0	-2,8 "	-3,8 "
" II "	27,5	53,0	58,5	61,2
<u>ASTM.</u>				
Beginn °C	54	92	148	172
-60 "	2,0			
70 "	39,5			
80 "	74,5			
90 "	91,5			
100 "	96,9			
10 "		9,5		
20 "		39,5		
30 "		65,5		
40 "		81,0		
50 "		92,0		
60 "		96,0		
70 "			57,5	
80 "			83,5	
90 "			95,8	
200 "				1,0
-				57,0
R	107° 98,0	157° 99,0	186° 98,5	209° 92,5
	99,0	100,0	100,0	99,0
				100,0
<u>Zusammensetzung:</u>				
Paraffine %	21,5	20,5	25,0	24,0
Naphtlene "	62,0	27,0	15,0	9,5
Aromaten "	11,5	48,0	55,0	62,5
unges. KW "	5,0	4,5	5,0	4,0
<u>Klopffwert:</u>				
Motor	72,8	72,0	76,0	72,2
Res.	79,5	82,9	86,5	82,9

Tabelle 6.

600240

Mittelöluntersuchung

zu Bilanz 2.

Mittelöl aus Produkt + Schwefelöl		86,5 : 13,5 : 41,7 %.	
roh	spez. Gewicht/20°:	0,988	entphenolt
	Ap. °C	: -39,8	spez. Gew./20°:
	Phenole %	: 6,7	Ap. °C
			ung. KW. %
152-200°	%:	1,3	spez. Gew./20°:
25 "	"	10,0	0,910
50 "	"	26,0	0,961
75 "	"	46,5	1,005
300 "	"	74,1	Ap. °C:
25 "	"	93,5	-31,8
345 "	"	98,5	Ap. °C:
R	"	100,0	-37,8
			Ap. °C:
			-45,3

Tabelle 7

Schweröluntersuchung

zu Bilanz 2

Schweröl	>325°:	50,0 %	
	spez. Gew./50°:	1,100	
	Vak. Destillation bei 15 Torr		
	192 - 225°	%:	33,7
	" 275°	"	90,6
	" 325°	"	96,2
	R	"	100,0
			spez. Gew. 1,075/40°
			1,080/90°

Tabelle 8.

000241

Fractionen des Gesamtanfalles zu Bilanz 2.

Gesamtprodukt + Abschlaam : 85:15

Spezifisches Gewicht/20°: 1,030

- 200 / 760 Torr	9,0 %	Sp. Gew. / 20°	0,808	AP °C:	
- 120 / 15	40,1 %	" " / 20°	0,981	" "	bar. -39
- 220 / 15	71,3 %	" " / 40°	1,057	" "	" -28
- 320 / 15	92,9 %	" " / 90°	1,077	" "	" -16
> 320 / 15	100,0 %				

Tabelle 9.

Elementaranalysen zu Bilanz 2.

	Frishöl	Benzin	Mittelöl	Schweröl	Schwerückstand
% Asche					20,75
Wasser					0,65
S	89,16	87,34	89,51	92,13	78,75
H	7,96	11,67	8,77	6,56	1,44
C	2,10	0,63	1,02	0,60	-
N	0,71	0,23	0,64	0,63	0,58
% El.					1,58
HS	0,07	0,08	0,064	0,082	3,22
HS	8,58	13,23	9,50	6,98	-

Tabelle 10

Elementarbilanz. Zu Bilanz 2.

	% C	% H	% O	% N	% ges. S
Reinfrischöl					
Kontakt 8802	2 510	224	59	20,0	2,0
" 4175	32	1	2	0,3	4,7
Frühgas	13	121			50,0
Summe ein	2 555		61	20,3	56,7
Benzin + Gasbenzin	426	57	3	1,1	0,4
Mittelöl	1 320	129	15	9,4	0,9
Schweröl	220	17	1	1,5	0,2
Abwasser	1	4	33	8,0	10,8
Gas im Prod. gel.	17	3			
Ofengas	447	116	9		36,0
Produkt-Gas	77	18	4		6,7
Abschlaam-Gas	5	1			
Schwerückstand	42	1			
Summe aus	2 555	346	61	0,3	1,7
% Aus/Ein der uncorr. Bilanz	100,5		85,6	99,2	100,8

Korrekturen:

S-Bilanz : Eingangsposten
 SMC " : Abwasser
 SMC " : "

Tabelle 11.

000241

Zusammensetzung der KW-Verpflanzung.

Bilanz Nr.		1	2	3/	4
vom vergastem C als	C ₁	14,2	21,9	30,3	26,2
	C ₂	24,2	28,8	31,2	29,0
	C ₃	34,4	35,6	28,4	34,9
	C ₄	27,2	13,7	9,0	9,9
Ungesättigte von	C ₃	0,9	4,3	5,2	4,3
	C ₄	1,4	1,0	1,0	0,7
	C ₅	1,7	2,0	3,6	2,6
	C ₆	0,7	1,5	2,2	1,7

Tabelle 12.

Abwasseranalyse.

Bilanz Nr.		2
CO ₂	g/h	1,3
H ₂ S		11,5
NH ₃		6,8
Cl		Spur
Phenole		0,025

Tabelle 13.

Heizöluntersuchungen.

Bilanz Nr.	1	2
Produkt	Schweröl a. Abstr. + Schwelöl	Schweröl a. Abstr. + Schwelöl
Farbe	d'grün	d'grün
Spez. Gew./50°	1,051	1,100
Stockpunkt °C	-18	+51 ?
Flammpunkt °C	177	-182
Brennpunkt °C	215	244
Kokstest %	0,4	0,94
n-Asphalt %	0,6	1,7
Asche i. G.	Spur	0,002
Viskosität °E/20°	26,1	
	3,40	4,72
		1,85
		2,43
		5,60
		2,10
		14,75
		2,82

16. Dezember 1940

000243

25/1 28
Verarbeitung von Steinkohlen

auf verschiedene Mengen Schwerölüberschuss.

Die oberschlesische Kohle der Heinitzgrube (K 1197) wurde auf drei verschiedene Arten im 10 Ltr.-Ofen verarbeitet und zwar:

1. auf 0 % Schwerölüberschuss (Benzin + Mittelöl)
2. " 25 % " "
3. " 50 % " "

Die genauen Versuchsergebnisse dieser drei Fahrweisen werden, sobald alle Versuchsunterlagen vorliegen, gesondert zusammengestellt. Hier soll nur durch Gegenüberstellung der wichtigsten Ergebnisse ein vorläufiger Vergleich angestellt werden.

Der Hauptunterschied der drei Fahrweisen liegt in dem Mittelölgehalt des Anreibeöls bzw. der Verdünnung des Abschlammes, die beim Fall I (Benzin + Mittelöl) mit Schweröl allein, bei Fall II (25 % Schwerölüberschuss) mit einer Mischung von Mittelöl + Schweröl im Verhältnis 1 : 1 und beim Fall III mit Mittelöl allein vorgenommen wird. Ein weiterer Unterschied liegt in den Durchsätzen, die grundsätzlich um so höher liegen je mehr Schwerölüberschuss erhalten werden soll. Man kann den Durchsatz jedoch nun nicht mehr ganz willkürlich festsetzen, sondern muss hier im Verein mit der Temperatur die günstigsten Bedingungen hinsichtlich Vergasung und Asphaltabbau aufsuchen. Eine untergeordnete Rolle spielt Abschlammrückführung, die entsprechend dem

Mittelölgehalt des Anreibeöles erhöht wird, um die Eindickung des Kohlebreies durch Verdampfung zu kompensieren.

Die Versuchsbedingungen und -ergebnisse der drei Fahrweisen sind in der nachfolgenden Tabelle einander gegenübergestellt. Die wichtigsten Zahlen hieraus sind in einem Schaubild aufgetragen. Aus dem Vergleich dieser Zahlen ergibt sich - wie besonders deutlich aus dem Schaubild hervorgeht - , dass die Fahrweise auf 25 % Schwerölüberschuss am günstigsten ist. Und zwar sind nicht nur Leistung und Vergasung hier relativ am günstigsten, sondern insbesondere die Asphalte sind sowohl quantitativ wie qualitativ erheblich besser, sodass sie in der Rückstandsaufarbeitung keinerlei Schwierigkeiten bereiten. Der Grund hierfür liegt in der höheren Temperatur, die bei dieser Fahrweise mit hohem Durchsatz und nicht zu hoher Mittelölkonzentration im Anreibeöl ohne Erhöhung der Vergasung gefahren werden kann. Bei den beiden anderen Fahrweisen brachte eine Erhöhung der Temperatur eine beträchtliche Erhöhung der Vergasung bzw. bei entsprechend erhöhtem Durchsatz eine weitere Verschlechterung in den Asphalten mit sich. (vgl. Anmerkung am Schluß)

Was besonders auffällt, ist das Verhalten der Asphalte, die Abnahme im Anreibeöl mit zunehmendem Durchsatz auf der einen Seite (vgl. Schaubild oberste Kurve) gegenüber den davon ganz verschiedenen Asphalten auf Reinkohle bezogen, wie bereits oben erwähnt wurde. Diese scheinbare Diskrepanz erklärt sich durch die Überlagerung des Schleudereffektes. Im Fall I sind die Asphalte auf Reinkohle hoch und der Schleudereffekt bei der reinen Schmierölverdünnung ist schlecht, demgemäss sind die Asphalte im Anreibeöl hoch. Im Fall II sind die Asphalte auf

Reinkohle bezogen niedrig, der Schleudereffekt ist - Verdünnung mit Mittelöl : Schweröl = 1 : 1 - mittelmässig. Im Fall III sind die Asphalte auf Reinkohle bezogen zwar anscheinend so hoch wie im Fall I, jedoch ist der Schleudereffekt dank der reinen Mittelölverdünnung sehr gut, sodass hier weniger Asphalte mit dem Mittelöl in den Ofen zurückgehen, als in den beiden anderen Fällen. Dies ist der Grund dafür, weshalb die Rückstandsaufarbeitung - in der die restlichen Asphalte vernichtet werden müssen - beim Fahren der oberschlesischen Kohle der Heinitzgrube erhebliche Schwierigkeiten bereitet, ja mit Verwendung des Kugelofens nicht durchführbar zu sein scheint. Nachdem ein Versuch im Fall III, mit niedrigerem Durchsatz zu arbeiten, zu keiner wesentlichen Verbesserung hinsichtlich der Verschmelzung des Schleuderrückstandes geführt hat, sind nunmehr Versuche im Gange, durch andere Maßnahmen wie Verminderung der Gasmenge und tiefere Temperatur des Abscheiders bei nicht zu hohem Durchsatz eine höhere Reaktionstemperatur zu erzwingen. ¹⁾ Diese Massnahmen kommen einer erhöhten Mittelölverdünnung gleich und sind gewiss dazu geeignet, die Asphalte zu verbessern und vielleicht eine einwandfreie Verschmelzung des Schleuderrückstandes im Kugelofen zu ermöglichen, doch wird dies nur mit einer Minderung der Leistung und auch einer Erhöhung der Vergasung erkauft werden können.

Überraschend ergibt sich der Abbau als weitgehend unabhängig von dem Durchsatz, doch muss dies zunächst als eine Eigenheit dieser schlesischen Kohlen angesehen werden, die bis zu einem gewissen Grade leicht abzubauen sind, deren Abbaupro-

¹⁾ vgl. Anmerkung am Schluß

dukte jedoch schwer spalten, weshalb sich diese Kohlen auch besonders zur Verarbeitung auf Schwerölüberschuss eignen.

Im Ganzen ergibt sich aus diesem Vergleich, dass bei der jetzigen Art der Rückstandsaufarbeitung die Verarbeitungsweise auf 25 % Schwerölüberschuss vom chemischen Standpunkt aus die günstigste ist.

gez. v. Hartmann.

Anmerkung:

Inzwischen scheint bei dem laufenden Versuch auf 50 % Schwerölüberschuss und sehr hohem Durchsatz (1,0) eine Andeutung dafür vorzuliegen, dass entgegen allen Erwartungen bei dieser Kohle die hohe Temperatur auch bei derart verminderter Verweilzeit ausreicht, um die Asphalte genügend abzubauen. Doch kann hierüber erst nach längerer Versuchsdauer Endgültiges gesagt werden.

Anlagen

- 1 Tabelle
- 1 Schaubild

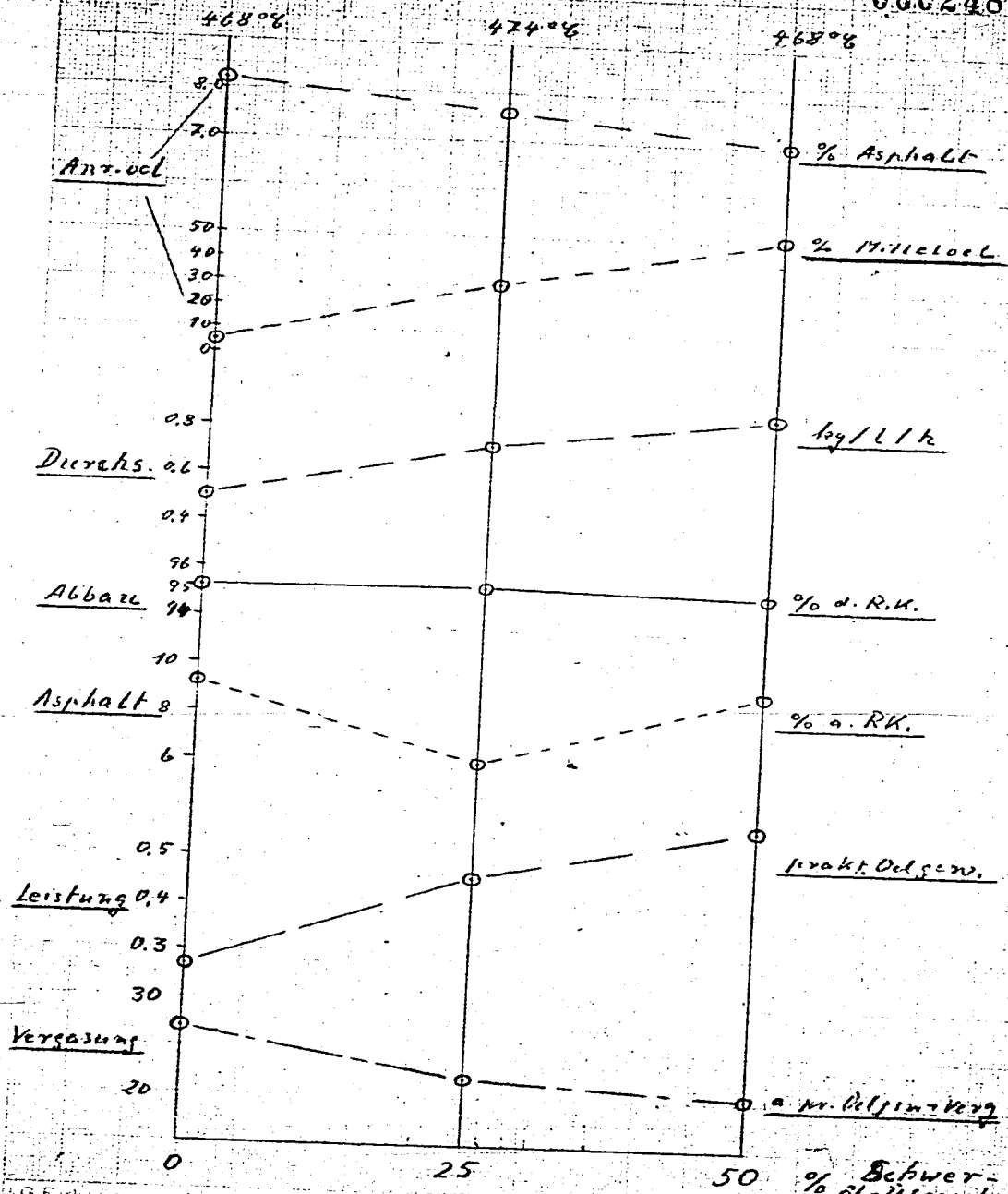
660247

Verarbeitung einer Steinkohle (Heinitzgrube, Oberschlesien)
auf verschiedene Mengen Schwerölüberschuss bei 600 atm im
10 Ltr.-Ofen.

Kohle Nr.	Datum	K 1197 vom 25.6.1940 (Heinitzgrube) 81,3		
% Wasser i. Rohkohle		1,5	2,0	1,6
% Asche i. Trockenk.		2,8	3,0	2,8
An- rei- beöl	Art	Schl.öl aus Abschlamm + Abstr. S'öl >325°	Schl.öl aus Abschlamm + M'öl + S'öl (1:1) 60:40	Schl.öl aus Abschlamm + M'öl (60:40)
	% Festes	6,0	7,0	7,0
	% s-Asphalt % -325°	8,2 5,0	7,6 30,0	7,0 52,0
Anreibung		1 : 1	1 : 1	1 : 1
Kohle zu Abschlamm		1 : 0,1	1 : 0,4	1 : 0,5
Temp. °C Ofen		468	474	468
Durchsatz (RK)		0,45	0,72	0,86
m ³ Gas/kg RK		4,1	4,0	4,0
Kontakt		Fe, Bayer- masse, Na ₂ S	Fe, Bayer- masse, Na ₂ S	Fe, Bayer- masse, Na ₂ S
Abbau	%	95,2	95,3	95,1
Im				
prakt.	-135 (-200)	13,2	(-200) 21	21
Öl- gew.	{ 135-325 (200-325) >325	86,8	52	27
% Anreibeölübersch.		4,0	27	52
% Festes i. Abschl.		19,8	8,5	8,0
% Asph. a. Reinkohle		10,8	22,0	21,0
% Asph. i. feste- freien Rückflö.		9,2	7,5	10,8
Leistung		0,27	6,0	9,0
Vergasung	%	27,0	0,46	0,57
Ofen		451	22,0	20,5
Datum		12.-26.7.40	451 27.9.-1.10. 1940	451 9.-18.11.40

Verarbeitung von Steinkohle
auf
verschiedenen Schwereübersch.

650248



I.G.F. ...
Ludwig ...

Hartmann 13.12.40

Hochdruckversuche
v. H. M. / In 558

13. 5. 41 / Pf.

Übersicht über die mit schlesischen Kohlen im 10-Ltr.-Ofen durchgeführten Versuche.

Kohle-Nr. Herkunft	1118 Gräf. Joh. Schacht Förder- kohle	1174 Castellengo- Abwehr Muskohle	1160 Preußen- grube Muskohle	1180 Beuthen- grube Förder- kohle	1197 Heinitz- grube Förder- kohle	1197 Stein	1174 Castellengo- Abwehr Muskohle	1160 Preußen- grube Muskohle	1197 Stein
6	7,3	4,8	3,9	3,5	2,6	2,6	4,8		2,6
5	80,10	83,48	83,47	81,80	81,30	81,30	83,48		81,30
2	6,26	5,19	5,13	5,07	5,12	5,12	5,19		5,12
2	11,31	9,85	9,37	10,57	11,84	11,84	9,85		11,84
2	1,56	1,03	1,66	2,31	1,46	1,46	1,03		1,46
2	0,77	0,45	0,32	0,31	0,29	0,29	0,45		0,29
2		0,061	0,049	0,019	0,06	0,06	0,061		0,06
	5,58	4,44	4,29	4,44	4,08	4,08	4,44		4,08
In der Asche:									
% Fe ₂ O ₃ + SiO ₂ + Al ₂ O ₃	44,5	61,1	67,0	71,0	66,1	66,1	61,1		66,1
% CaO	1,5	9,0	11,4	8,25	11,1	11,1	9,0		11,1
verarbeitet auf	Benzin + Mittelöl								
Abbau	95,9	95,4	95,4	96,3	95,2	95,3	95,4	95,9	95,3
theoretischer Öl- gewinn	0,327	0,26	0,32	0,32	0,27	0,46	0,50	0,48	0,41
Leistung	24,8	28,9	25,4	24,3	27,0	21,8	22,4	21,7	21,4
Vergasung	7,5	10,0	5,9	7,4	10,8	7,5	17,3	11,5	7,7
% Asph.a.RK.									
						25% Schweröl- überschuß	50% Schwerölüberschuß		

Alle Versuchsdaten sind bei der Abgabe des Berichts anzugeben (H.M.)

Gez. v. Hartmann

*Manplung Lagerung für Koffenle
in unipolprophile*

*Stammth
Lagerung gut seit
hier 20
L. K. K.*

A Ia 207/28

g

Schleien

Verarbeitung schlesischer Kohle der Heinitzgrube
auf hohem Schwerölüberschuß unter weitgehendem
Abbau der Asphalte.

Wie gemeint worden ist (vgl. Zusammenstellung v. 16.1.41 - 180241 -), wurden bei der Verarbeitung schlesischer Kohle der Heinitzgrube auf hohem Schwerölüberschuß die Asphalte nicht so weit abgebaut, daß die Rückstandsaufarbeitung auf der Grundlage des Kugelofens durchführbar ist. Es wurde daher der Versuch unternommen, durch Verschärfung der Verarbeitungsbedingungen einen ausreichenden Abbau der Asphalte zu erzielen. Das Versuchsergebnis (vgl. nachfolgende Tabelle) zeigt, daß es unter Beschränkung auf einen gemäßigten Durchsatz (0,64 kg/Ltr./h) und Anwendung hoher Temperatur (474°C) bei einer nur geringen Erhöhung der Vergasung (von 21,0 % auf 21,4 %) möglich ist, die Kohle im Hochdruck so zu verarbeiten, daß die Asphalte bei der Rückstandsverarbeitung im Kugelofen keine Schwierigkeiten mehr bereiten.

In der nachfolgenden Tabelle sind die Versuchsergebnisse dieses Versuches einmal denen bei gleichem Durchsatz und niedrigerer Temperatur gegenübergestellt und außerdem sind nochmals zum Vergleich die Zahlen der Verarbeitung auf 25 % Schwerölüberschuß angeführt. Diese Verarbeitungsweise auf 25 % Schwerölüberschuß bleibt nach wie vor (vgl. Zusammenstellung vom 16.12.40 - 178921 -) am günstigsten.

000251

Verarbeitungsweise	auf 50% Schwer- ölüberschuß bei gemäßigtem Durchsatz und hoher Tempera- tur	auf 50% Schwer- ölüberschuß bei gemäßigtem Durchsatz und niedriger Temperatur	auf 25 % Schwerölüber- schuß
Kohle Nr., % C	K 1197, Förderkohle der Heinitzgrube 81,3		
% Wasser im	1,8	2,0	2,0
% Asche in Trockenkohle	2,5	2,8	3,8
(Art	Schleuderöl aus Abschläm + Mittelöl	Schleuderöl aus Abschläm + Mittelöl	Schleuderöl aus Abschläm + Mi + S'öl(1:1)
Anreibeöl	100 : 80	100 : 55	100 : 55
% Festes	4,6	6,2	7,0
% s-Asphalt	5,3	7,7	7,6
% - 325°	59,2	49	30,0
Kohle : Abschläm	1:1	1:1	1:1
Kontakt	1 : 0,5	1 : 0,5	1 : 0,4
Durchsatz	1,2% FeSO ₄ auf- getränkt 1,5% Bayermasse, 0,3% Sulfigran	1,2% FeSO ₄ auf- getränkt 1,5% Bayermasse, 0,3% Sulfigran	1,2% FeSO ₄ auf- getränkt 1,5% Bayerm. 0,3% Sulfigran
m ³ Gas/kg RK	0,635	0,65	0,72
Temperatur °C	4,00	3,9	4,0
	474	468	474
Abbau	24,88	24,72	24,72
im prakt. { % - 200°C	95,3	95,8	95,3
Ölgewinn { % 200-325°C	26,5	22	21
{ > 300°C	26,0	27	52
% Anreibeölüberschuß	47,5	51	27
% Festes i. Abschläm	6,6	8,0	8,5
% Asphalt: a. Reinkohle	20,5	18,7	22,0
a. festefr. Rücklauföl	7,7	10,0	7,5
Leistung (prakt. Ölgewinn)	6,4	8,3	6,0
Vergasung/prakt. Ölgew. u. Verg.	0,41	0,44	0,46
Rückstandsaufarbeitung im Kugelofen	21,4	21,0	21,8
Ofen	durchführbar	nicht durch- führbar	gut durch- führbar
Datum	451 12.2.-28.3.41	451 1/4.12.40	451 22.9.-1.10.40

Wie diese Ergebnisse zeigen, ist es durch Anwendung höherer Temperatur ohne Erhöhung des Durchsatzes möglich, die Asphalte derart abzubauen, daß die Verschmelzung des Schleuderrückstandes im Kugelofen ohne Schwierigkeiten durchführbar ist. Der nur außerordentlich geringe Anstieg der Vergasung bei Anwendung derartig verschärften Arbeitsbedingungen erklärt sich durch die erhebliche Verbesserung der Qualität des Anreibeöls. Ein Nachteil dieser Fahrweise ist, daß das Verhältnis Benzin zu Mittelöl sich nach der Seite des Benzins verschiebt, so daß sich im 10-Ltr.-Ofen ein Verhältnis von etwa 1 : 1 einstellt, gegenüber etwa 45 : 55 bei niedrigerer Temperatur. Im Großen, wo durch die erheblich bessere Trennung im Abscheider der Mittelölgehalt des Anreibeöls niedriger ist, wird sich dieses Verhältnis nicht ganz so ungünstig einstellen: etwa 45 : 55 im Falle verschärfter Bedingungen und 40 : 60 bei normaler Fahrweise.

Der Vergleich der Ergebnisse der Verarbeitung auf 50 % Schwerölüberschuß mit denen der Verarbeitung auf 25 % Schwerölüberschuß zeigt, daß die Verarbeitung auf 25 % Schwerölüberschuß in jedem Fall wirtschaftlicher ist. Hier werden bei einer nur unbedeutlichen Erhöhung der Vergasung, einer nur über 20 % höheren Leistung und ausgezeichnetem Asphaltabbau (einwandfreie Arbeit des Kugelofens) erheblich mehr leichte Öle gewonnen, so daß - wie die Kalkulation von Herrn Dr. v. Hochstetter ergeben hat - bei gleichem Benzin- und Mittelölpreis der Preis des Heizöls (= Schweröl) um 30 % niedriger liegt. Die Gründe für dieses günstige Ergebnis bei der Verarbeitung auf 25 % Schwerölüberschuß wurden bereits in der vorerwähnten Zusammenstellung vom 16.12.40 - 17892i - dargelegt.

gez. v. Hartmann

18.8.1944. Gth/Sf.

207/38 y WMMMM+

Die Temperaturabhängigkeit der bei der Hydrierung von Steinkohleverflüssigungsmittelöl über Kontakt 6718 vor sich gehenden Reaktionen.

vgl. den entsprechenden Bericht über die Kontakte 5058, 7846 und 8376 (22 Juli Gth. 7.3.44)

Zusammenfassung.

- 1.) Kontakt 6718 springt in seiner Hydrier- und Raffinationsaktivität bei 2-3 MV tieferen Temperaturen an als 5058 und 8376. Technisch einwandfreie Hydrierungs- und Raffinationswerte werden ebenfalls bei ca. 2 MV tieferer Temperatur (18-19 MV) erreicht als bei 5058 oder 8376.
- 2.) Hinsichtlich Spaltung verhält sich Kontakt 6718 unterhalb ca. 21 MV ähnlich wie 5058. Bei höheren Temperaturen wird schnelleres Abklingen der Spaltaktivität bis zum praktisch völligen Verlust derselben erreicht. Das Spaltverhalten des abgeklungenen Kontaktes ist dann ähnlich dem von 8376.
- 3.) Sofern das Nachschalten von konzentriertem Kontakt hinter 8376 bei der Vorhydrierung überhaupt in einzelnen Fällen beibehalten werden soll (Pöhlitz), ist ein Ersatz des nachgeschalteten 5058 durch 6718 möglich, wobei sich als Vorteil eine größere Sicherheit hinsichtlich einwandfreier Raffination ergeben würde.

Gemeinsam mit

Dr. Peters, Dr. Kessie,
D'Ch. Trofimow, Dr. Wittmann.

gez. Günther

1 Tabelle,
1 Kurvenblatt.

22765

Im Anschluß an Untersuchungen über die Temperaturabhängigkeit der Hydrier- und Spaltwirkung u.a. der Vorhydrier-Kontakte 5058 und 8376 (Bericht 22 3211) wurde noch ein ähnlicher Versuch mit Kontakt 6718 (konzentrierter WS_2 -NiS-Kontakt, 85:15 Gew.% = 2:1 Mol) angesetzt (Oranblatt 5673), um Anhaltspunkte darüber zu gewinnen, inwieweit die charakteristischen Unterschiede zwischen den Kontakten 5058 und 8376 durch die Verdünnung des WS_2 durch die Tonerde oder durch das zugesetzte Nickel bedingt sind.

Die Versuchsbedingungen sind die gleichen wie beim Kontakt 8376 (Bericht 223211). Der Versuch wurde bei 20 MV = 392°C begonnen. Die Temperatur wurde dann in Intervallen von zuerst 1 MV, später 1,5 MV bis 10 MV = ca. 210°C zurückgenommen. Dann wurde wieder eine Periode bei 20 MV gefahren und daraufhin die Temperatur um jeweils 1 MV bis 24 MV = 460°C gesteigert. Da sichtbar Temperaturen über 21 MV = 425°C deutliches Abklingen der Spaltung gezeigt hatte, wurde darauf verzichtet, noch eine Periode bei 20 MV durchzuführen.

Die Ergebnisse sind auf der anliegenden Tabelle aufgeführt. Auf dem anhängenden Kurvenblatt sind die Ergebnisse graphisch denen mit Kontakt 8376 und 5058 gegenübergestellt.

Diskussion der Versuchsergebnisse.

Wie die Tabelle zeigt, wird mit Kontakt 6718 schon bei 18 MV ausreichend, bei 19 MV hervorragend raffiniertes Produkt erhalten. Bei diesen Temperaturen ist neben der durch Phenol- und Basenreduktion bewirkten Benzinbildung eben beginnende echte C-C-Spaltung zu beobachten. Sie bei 20 MV erhaltenen Werte zu Beginn des Versuches und nach 35-tägigem Fahren bei Temperaturen zwischen 20 und 10 MV besagen, daß durch Fahren bei tiefen Temperaturen der Kontakt in seiner Hydrier-, Spalt- und Raffinationswirkung (die Unterschiede liegen innerhalb der durch Zufälligkeiten bedingten Streugrenzen) nicht beeinträchtigt wird. Oberhalb 20 MV steigte die Spaltwirkung des Kontaktes stark an. Bei 22 MV wird dann aber schnelles Abklingen der Spaltaktivität, das vielleicht auch von einer leichten Senkung der Hydrieraktivität begleitet ist, beobachtet. Die Spaltung sank bei 22 MV innerhalb von 8 Tagen vollständig ab, sodaß nur die durch Phenol- und Basenreduktion bedingte Benzinbildung übrig blieb. Gegen noch höhere Temperaturen beginnt dann auch der bei 22 MV spaltinaktiv gewordene Kontakt wieder etwas Spaltung zu zeigen. Bei 24 MV wurde der Versuch abgebrochen.

Im Vergleich mit dem konzentrierten WS_2 -Kontakt 5058 und dem verdünnten Tonerde-Wolfram-Nickel-Kontakt 8376 zeigt sich folgendes (vergl. Kurvenblatt).

Sowohl hinsichtlich Hydrierung als auch hinsichtlich Raffinationswirkung zeigt Kontakt 6718 ein günstigeres Verhalten als 5058 und 8376. Die Hydrierung springt bei 4 bzw. 2 MV tieferer Temperatur an als bei 5058 und bei 8376, und bei 3 MV tieferer Temperatur als bei 5058 oder 8376 wird gute Hydrierung erreicht (AP. 47). Ausreichende Phenolreduktion (0,1 %) wird bei 2 MV tieferer Temperatur als bei 5058 und bei 0,7 MV tieferer Temperatur als bei 8376 erreicht, ausreichende Basenreduktion (unter 5 mg/I) bei fast 2 MV tieferer Temperatur als bei 5058 und 8376. Es scheint danach, als ob der Kontakt 6718 die guten Eigenschaften des 5058 als konzentrierter und des 8376 als nickelhaltiger Kontakt verbindet. Die eigenartige Abhängigkeit des Spaltverhaltens des 6718 von der Temperatur dürfte folgendermaßen zu klären sein: Der flache Kontakt zeigt bei Temperaturen bis in die Gegend von 20 MV etwa das gleiche Spaltverhalten wie 5058. Dies dürfte vermutlich durch die hohe Konzentration an WS_2 bedingt sein. In diesem Temperaturgebiet ist ein Einfluß des Nickels auf die Spaltung nicht zu beobachten. Bei 22 MV, vielleicht auch schon bei etwas tieferen Temperaturen in geringerer Geschwindigkeit, werden die diese Spaltung verursachenden aktiven Zentren unter den Bedingungen des durchgeführten Versuches zerstört. Es verbleiben dann aber noch Spaltzentren ähnlich denen der verdünnten Vorhydrierkontakte (z.B. 8376) wie das erneute, 8376-ähnliche Auftreten von Spaltung gegen höhere Temperaturen hin ausweist.

Es zeigt sich also, daß der Kontakt 6718 bei Temperaturen unter 22 MV ähnlich wie 5058 arbeitet, aber bei gleicher Spaltung und gleicher Temperatur wie dieser besser raffiniert. Es wäre deshalb für den Fall, wie er in Pölitz vorliegt, daß man in der Vorhydrierstufe etwas höhere Benzinsbildung erreichen will als bei Verwendung von Kat. 8376 allein, möglich, 6718 ganz oder teilweise anstatt 5058 hinter 8376 zu schalten. Für diesen Zweck können u.U. 6718-Ausbauten der Diisobutylhydrierung in Betracht. Man würde damit hinsichtlich der Temperatur des letzten Ofens noch etwas mehr Spielraum haben, und hinsichtlich der Erreichung ausreichender Phenol- und Basenraffination noch etwas sicherer gehen.

Vorhydrierung von P. 1271 über Kontakt 6718 (85 Gew.-% WS₂, 15 Gew.-% NiS).

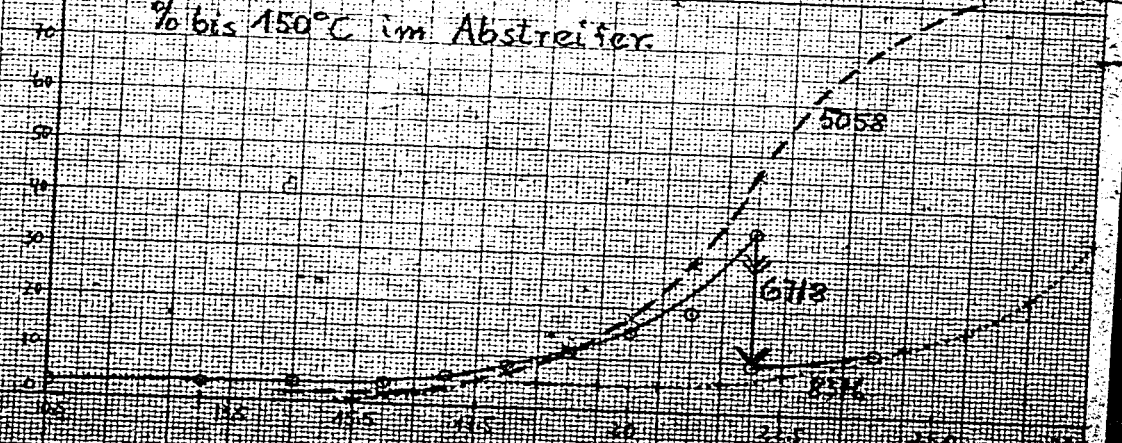
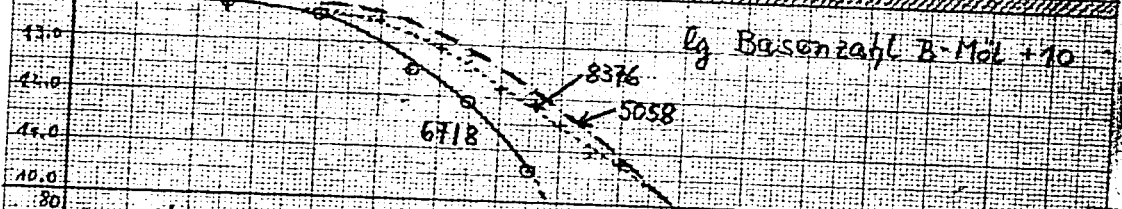
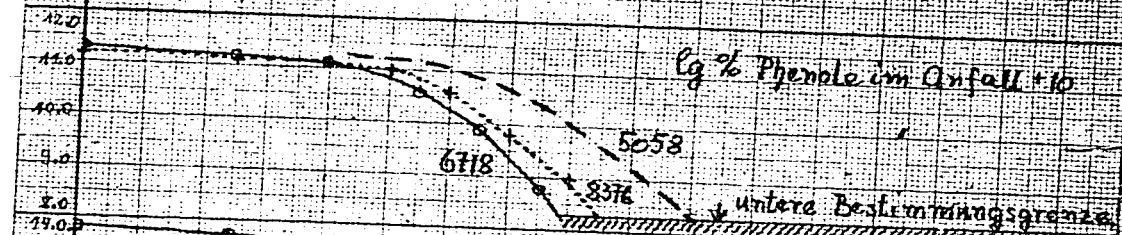
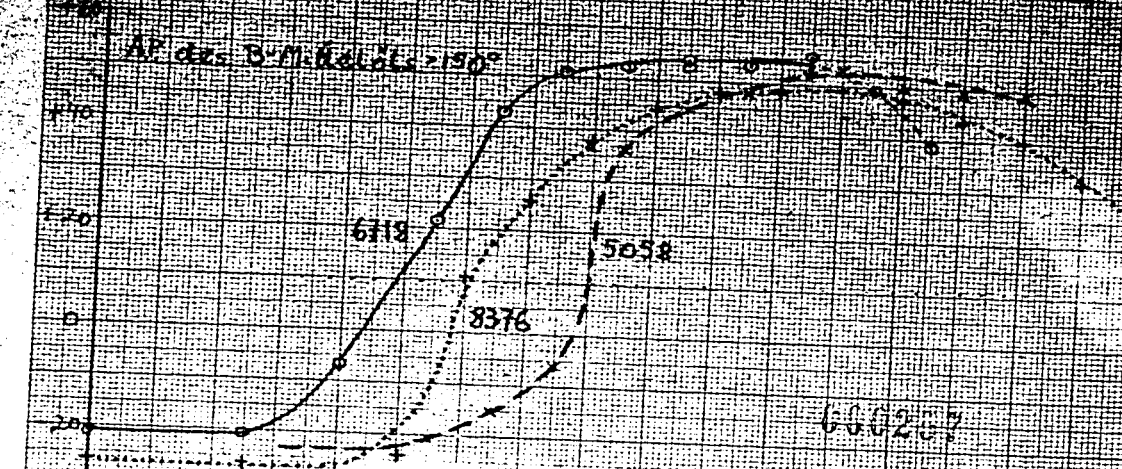
Temperatur (MV)	A b s t r o i f e r			M i t t e l ö l > 150°			
	Sp.Gew.	AP.	SB.	%-150	SE.	Phenole	Nac (verg.NE ₂ /Itr.)
Ausg. Prod.	0,970	-20,5	115	3	323	19,200	—
10,0	0,964	-20,5	96	3	330	22,000	7 225,0
13,0	0,952	-20,5	140	3	322	17,500	5 933,0
14,5	0,928	-6,5	90	4	316	12,400	2 910,0
16,0	0,883	+22,0	117	4	311	4,200	353,6
17,0	0,868	43,0	127	6	301	0,900	73,5
18,0	0,854	52,5	129	8	303	0,060	4,4
19,0	0,848	52,5	123	11	293	0,020	0,0
20,0	0,842	52,5	110	15	290	0,003	0,3
20,0	0,838	53,0	115	12	283	0,010	2,6
21,0	0,822	52,5	104	19	286	0,010	0,0
22,0	0,798	52,5	70	35	260	—	—
22,0	0,808	51,5	88	25	273	—	—
22,0	0,834	49,5	100	15	288	—	—
22,0	0,844	51,0	95	10	300	—	—
22,0	0,846	51,5	116	8	297	—	—
22,0	0,852	51,0	120	9	297	—	4,4
23,0	0,824	49,5	—	—	—	—	—
24,0	0,850	38,5	106	12	303	—	—

bei Versuchebeginn
nach Perioden bei
tieferer Temperatur

1. Tag
4. " " " "
6. " " " "
8. " " " "
9. " " " "
12. " " " "

660256

Hydrierung mit Kontakt 6118, 8376 & 5058



I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein.

Stb 15.7.44

000258

Bag 2071

Item 29

Reports on Rubrol
Processing of Bituminous
Coal Pitch

29

1. Müller
Vörsprung
Lübeck

6. März 1945 R./D.

000259

Das Verisat für Fabrik G.m.b.H. über die
Herstellung von technischer Schwelpe.
(Dezember 1944)

Geheim

2071

Einleitung

Walheim konnte auf Grund seiner Kleinapparatur-Sumpffaseverfahren
Schwelpen mit Schwelpechen aus jungen Steinkohlen an den Koks- oder Sumpffase-
eine Verarbeitung von solchem Schwelpechen allein unter den üblichen
Bedingungen der Koks- und Koks-Sumpffaseverfahren unmöglich ist.

In häufigerem Maße Kleinversuchen wurde gezeigt, dass eine
solche Verarbeitung möglich ist. Da zwischen den behandelten Sumpffase-
Koks-Sumpffasechen und der früher fast chemisch weitgehende Reifezeit
bestehen, lassen sich mit großer Wahrscheinlichkeit die großtechnischen
Erfahrungen mit früher fast (Solite und Brat) auf die nun Phase von
Sumpffasechen übertragen werden. Vorwiegend
werden dabei die Herstellungsbedingungen nicht größer sein als
bei früher fast.

Die Verarbeitung der gesamten Schwelpechen über feststehende
Katalysator setzt vollständige Abschließung des Koks-Sumpffase-
verfahrens. Die Schwelpechen enthalten ebenso wie die Sumpffasechen
liche Phase. Die Entfernung derselben erfordert in diesem Falle eine
sehr komplizierte Katalysatorvorrichtung. Da außerdem
im Vergleich zur Sumpffase bei feststehendem Katalysator keine
Leistungs- und produktive Vorteile ausgewiesen werden, erscheint
die Sumpffaseverarbeitung der Phase als zweckmäßiger.

Da die Anfertigung der löslichen Phase beim Walheim-
Koks-Sumpffaseverfahren unter dehydrierenden Bedingungen erfolgen, erge-
ben sich kleine Vorteile bezüglich der Reifezeit der Hydriar-
verfahren.

Für die Verbesserung der Reifezeit wird von Walheim
ein Viskositätsabrechnungsverfahren nach bekannter Art angewendet.

Ger. Rank

6376

In der Hochtemperatur des Hydrierwerks, welches wurde im Auftrag des Reichsinstituts für Wirtschaftswissenschaften Versuchsaufbau zur Hydrierung von Schwefelpech aus Steinkohle (Obererschlagel) aufgestellt. Dabei wurde das Pech sowohl in Dampfphase als auch in verteiltem Kontakt als auch über feststehende Kontakte mit Wasserstoff verarbeitet. Die dabei gewonnenen Ergebnisse geben einen Einblick über die Eigenschaften und die chemische Zusammensetzung des aus dem Pech erhaltene Schwefelpech.

Die bei den erhaltenen Ergebnissen ist nach bei 1200 und bei 1400 Grad Celsius Hydrierungen vorliegenden Erfahrungen folgendes zu bemerken:
1. Reaktion mit Kohlenstoffdioxid

Welheim hat seine Erfahrungen bei der Hydrierung von Hochtemperaturpech auf die Versuche zur Hydrierung des Schwefelpeches angewandt. Entsprechend wurden die Versuchsbedingungen folgendermaßen gewählt.

Druck	700 atm
Katalysator	2,7% Eisenpulver aus c. Pech
ein Gas/kg Pech	6-7,5
Temperatur	440-470°C
Durchsatz	wie bei Kohlenpech.

Durchsatz, Druck und Temperatur wurden bei den Versuchen nicht variiert, es erfolgten lediglich Veränderungen in Temperatur und Gasmenge. Rückführung von Abgasen wurde nicht durchgeführt. Die Amalgamierung des Peches erfolgte in einem Schmelzgefäß. Gefahren wurde auf praktisch asphaltfreien Abschluss.

Dabei wurden folgende Ergebnisse erhalten:

1.) Die Vorheizung verstopfte sich nach kurzer Zeit mit amorphen Ablagerungen, bestehend im Wesentlichen aus Eisenverbindungen infolge Zersetzung von siliciumhaltigen Phenolen.

2.) Im Ofen trat infolge zu dünnen Ofeninhaltes Kontaktabsatz und dadurch hervorgerufener Verkohlung auf.

Welheim schließt daraus: Eine Verarbeitung von Schwefelpech allein ist unter den für Kohlenpech und Steinkohle üblichen Bedingungen unmöglich. Eine Verarbeitung ist lediglich unter Zusatz von mindestens 20% Hochtemperaturpech möglich. Dies wird an Hand von Versuchen bestätigt.

In Ludwigshafen haben Versuche im 1,5 Liter-Dampfpech (siehe Zusammenstellung Dr. Donath vom 29.2.1945 Nr. 6514) die Möglichkeit einer Verarbeitung von Schwefelpech als in Versuchen, die obengenannten Schwierigkeiten werden bei diesen Versuchen durch Anwendung von Asbestschmelzführung beseitigt.

Wie bei den Versuchsbedingungen erwähnt, ist Welheim ohne Asbestschmelzführung gefahren. In Anbetracht wird in Welheim für die Hydrierung des Kohlenpeches Asbestschmelzführung eingesetzt.

Welheim erwähnt in seinem Bericht gleichzeitig die bekannte Tatsache, dass die Asphalte beim die Hochtemperatur des Schwefelpeches grundsätzliche Unterschiede gegenüber dem Asphalt des Kohlenpeches

2) Absolutwert aus dem Bericht nicht zu entnehmen.