

START

CODE DESIGNATIONS
AND ROLL NUMBER

INEL. NO. LF-46

SECRET

I. C. GRIESHEIM

SECRET

MEMORANDUM FOR THE DIRECTOR, FEDERAL BUREAU OF INVESTIGATION, U. S. DEPARTMENT OF JUSTICE, WASHINGTON, D. C.

REF. NO. IF-16

Source of Documents: Griesheim I. C. Central Library
Folder Nos: 1-1/I-D-6
Filmed by: JLO.
Date: December 28, 1945

GENERAL SUBJECTS

A. W. PARSONS REPORTS RE: HIGH PRESSURE
DISILLATION, ELECTROLYSIS, CATHETIC CRACK-
ING, FIELD OF FUEL CELL GROUP.

FILES OF I. G. COMPANY RE: RESEARCH ON VARIOUS
FIELDS OF CATALYTIC REACTION.

OFFICE REPORTS ON VARIOUS FIELDS OF HYDROGENATION,
SODIUM-INDUCED REACTIONS, ETC.

MISCELLANEOUS TOPICS RELATIVE TO VARIOUS FIELDS
OF RESEARCH.

VARIOUS OFFICE REPORTS ON FUEL SYNTHESIS PROCESSES
AT FORT MONROE RESEARCH LABORATORIES.

MISCELLANEOUS OFFICE REPORTS OF FORT MONROE RESEARCH
LABORATORIES.

MISCELLANEOUS OFFICE FILES OF FORT MONROE RESEARCH
LABORATORIES.

MISCELLANEOUS OFFICE REPORTS OF FORT MONROE RESEARCH
LABORATORIES.

Reel No. 1F - 46

Source of documents: Ordnance Central I. G. Library

Folder Nos. 3-1/1-E-3
 3-3/1-C-10
 3-15/III-2-9
 3-15/III-2-8
 3-15/III-2-1
 3-15/III-2-12
 3-15/III-2-7
 3-15/III-2-6

Filed by: JIOA
Date: December 23, 1945

REEL NO.

INDEX

FRAME NOS.

- 46 - 1. G. FARBENINDUSTRIE REPORTS ABOUT PRESSURE
DISTILLATION, ELECTRODE COOKS, CATALYTIC CRACKING,
FILE OF FRIL. DR. HÖRIG.
1. Über die Molekülverbindungen von Coronen mit
Coronaderivaten.
Molecular compounds of coronen with
coronen derivatives. 1
 2. Druckdestillation verschiedener Rohstoffe.
Pressure distillation of various raw
materials. 2 - 3
 3. Druckdestillation. Apparate und Mengenbedarf.
Pressure distillation apparatus and
required amounts. 4
 4. Das Druckdestillationsverfahren.
Process of pressure distillation. 5 - 12
 5. Druckdestillation von Fackelbrenner Öl.
Verschiebung der Siedekurve und Veränderung
der einzelnen Öl-Fractionen durch die Druck-
destillation.
Pressure distillation of Fackelbrenner Öl. 13 - 16
 6. Druckdestillation von Fackelbrenner Öl.
Pressure distillation of Fackelbrenner Öl. 17 - 21
 7. Über die chemische Wirkung und den Einfluss
von Katalysatoren bei der Druckdestillation.
Chemical effect and the influence of
catalysts in pressure distillation. 22 - 28
 8. Bilanz für L-Benzin aus Braunkohlenteer über
300 atm. Hydrierung und katalytisches Cracken
auf L-Benzin.
Balance for L-Gasoline from brown coal tar
via 300 atmosphere hydrogenation and
catalytic cracking for gasoline. 29 - 30
 9. Zum Katalytischen Cracken.
Catalytic cracking (appraisal of solid and
fluid catalysts). 31 - 34
 10. Crackversuche mit Si-Al-Katalysator (K 6752)
in 50 Liter-Ofen und Vergleich der Ergebnisse
mit der K 6108 Staub-Fahrweise.
Cracking experiments with Si-Al-catalysts
(K-6752) in a 50 liter furnace and comparison
of the results with the K 6108 fluid catalyst
-process. 35 - 71

FASSL NO.

TITEL

FRAGEN NOS.

- 17 - 46 11. Heizöl aus Steinkohlenschwarte über Druckdestillation.
Fuel oil from low temperature carbonization tar via pressure distillation. 72 - 74
12. Vergleich der wichtigsten thermischen Crackverfahren mit der Druckdestillation.
Comparison of the most important thermal cracking process with pressure distillation. 75 - 79
13. Über den Einfluss der Strömungsgeschwindigkeit und die Verwendung von Gaszusatz bei der Druckdestillation.
The influence of flow velocity and the effect of gas additions in pressure distillation. 80 - 86
14. Katalytisches Cracken verschiedener Mittellöle auf L-Benzine.
Catalytic cracking of various middle oils for L-gasolines. 87 - 99
15. Betr.: Erweiterung M.E.P. Katalyt. Crackanlage und Gasphasenhydrierung.
Expansion of the M.E.P. catalytic cracking and asphane hydrogenation installation. 100 - 103
16. Ein neues Kombinations-Verfahren zur Erhöhung der L-Benzinausbeute beim katalytischen Cracken.
A new combination process for the increase of L-gasoline yield in catalytic cracking. 104 - 106
17. Herstellung von 20,000 metrischen L-Benzin bei Gelsenberg durch katalytisches Cracken.
Production of 20,000 tons with L-gasoline at Gelsenberg via catalytic cracking. 107 - 110
18. Katalyt. Cracken von Mittellölen mit $AlCl_3$.
Catalytic cracking of middle oils in the presence of aluminum chloride. 111 - 125
19. Baupreisberklärung für eine katalytische Crackanlage.
Preliminary plans for a catalytic cracking installation. 126 - 131
20. Zusammensetzung und Gestehpreis für die bei der OK anzubereitende neues Lederfettungsmittel:
1) Lederfett in 3/188, 2) Gerberfett in 3/189.
New composition and price of production for a new leather fattening material. 132

RESEARCH

INDEX

FRANCE

- 5 - 16 1. Aufbereitschmelze für Elektroden nach
Pflaumann.
Assessment to the cost estimate for the
oxydation of oil according to Pflaumann. 133 - 135
22. Elektrodenkoks.
Electrode coke. 136 - 137
23. Herstellung von Elektrodenkoks in Oxydation.
Production of electrode coke in Oxydation. 138 - 141
24. Elektrodenkoks für Gleichrichter.
Electrode coke for rectifiers. 142
25. Besprechung über Elektrodenkoks am 7. 12. 1942.
Discussion about Electrode coke on Dec. 7, 1942. 143 - 147
26. Verbesserung der Bindefähigkeit von Bitumen
durch Oxydation.
Improvement of the binding properties of
bitumen by oxydation. 148
27. Hydrogenabschlüsse als Ausgangsprodukt für Elektro-
denkoks und Briquettemittel.
Hydrogenation residues as starting material
for electrode coke and briquette binding. 149 - 152
28. Elektrodenkoksbesprechung in der Länderbank
Berlin am 3. 12. 1942.
Discussion on electrode coke held in the
Länderbank at Berlin on Dec. 3, 1942. 153 - 156
29. Stand der Elektrodenkoksherstellung mittels
extrahierender Hydrogenierung.
Status of electrode coke production via
extractive hydrogenation. 157 - 160
30. Elektrodenkoks.
Electrode coke. 161 - 163
31. Erste Werte für die merkmale Verarbeitung
von Priarchitminen.
First estimates of the merkmale of primary
bitumen by hydrogenation. 164 - 166
32. Zur Frage der technischen Elektrodenkoksherstellung
auf dem Wege der extrahierender Hydrogenierung.
On the possibility of commercial electrode
coke by means of extractive hydrogenation. 167 - 169

REBEZ. NO.

Titel

FLAN. NOS.

12 - 46

37. Herstellung von Elektrodenkoks aus Speisemanganoxydhydrat und Gederol aus Ankerkammerfiltration.
Production of electrode coke from manganese dioxide hydrate and Gederol from materials. 170 - 172
38. Extraktives Hydrogenieren bei 10 Atmosphären.
Extractive hydrogenation at 10 atmospheres. 173 - 174
39. Elektrodenkoks über Primärbitumen.
Electrode coke via primary bitumen. 175
40. Betr. Filtration des Ankerkammerer Kammer 804 bei 700 atm und 25 MV mit Mittelschmelze.
Vergleich mit Kerzenfilter.
Regarding the filtration of hydrogenation residues from Chamber 804 at 700 atmospheres and 25 MV by filtration with middle oil. 179 - 181
41. Filtration des Ankerkammerer Kammer 804 bei 700 atm und 25 MV mit Mittelschmelze.
Vergleich mit Kerzenfilter.
Regarding the filtration of hydrogenation residues from Chamber 804 at 700 atmospheres and 25 MV by filtration with middle oil. 182 - 186
42. Anodenmaterial für Gleichrichter.
Anode materials for rectifiers. 187 - 188
43. Besprechung bei Schunk u. Gba. Gelsen über Herstellung von Anoden für Gleichrichter.
Anode materials for rectifiers. 189 - 190
44. Zur Kostenschätzung: 241 + Ni + Elektrodenkoks.
Cost estimate: 241 + Ni + electrode coke. 191 - 196
45. Herstellung von Elektrodenkoks durch thermisches Cracken unter Druck.
Production of electrode coke by thermal cracking under pressure. 197 - 199
46. Zwischenzeitliche Ergebnisse des Grossversuches Kammer 804 zur Herstellung von aschearmen Primärbitumen zur Elektrodenkoksproduktion aus aschehaltigen Brikettierbitumen.
Present results of the large-scale experiment Chamber 804 for the product of low ash primary bitumen for electrode coke production. 200 - 205

- F - 46
40. Über die Filtration von wasserhaltigen Rohstoffen
bei der Fabrikation von Elektroden.
Filtration of water containing residues in the
process for the production of primary bitumen. 215 - 216
 41. Bericht über Versuche mit einer Elektrode.
Report on work with the primary electrode
electrode. 217 - 219
 42. Getrocknete, pulverförmige Substanzen als
Filtermittel für Elektrodenrohstoffe für
Elektrodenherstellung.
Dried by repeated on residue solution as
filtration material as a substitute for
pitch in the production of electrode coke. 220 - 221
 43. Betrifft: Elektrodenherstellung in Elektroden.
In re: electrode coke production at
electrode. 222 - 223
 44. Primärbrennstoff für die Elektroden, Sachaufg. Gummi-
industrie.
Primary bitumen for the bitumen, sack and
rubber industries. 224 - 225
 45. Apparate zur Durchführung von Filtrations-
versuchen.
Apparatus for carrying out filtration
experiments. 226 - 227
 46. Verarbeitung von schlesischer Kohle auf Schweröl
und Elektrodenkohle.
Working Silesian coal for heavy oil and
electrode coke. 228
 47. Anzeiger über Filtrationsversuche aus dem Jahre 1937.
Remarks on filtration experiments from the
year 1937. 229 - 230
 48. Über die Herstellung von Elektrodenkohle und
niedrigstickigen Schweröl durch Druckversch-
wörung von Primärbrennstoffen.
The production of electrode coke and low
temperature coal tar of low pour point by low
temperature carbonization of primary bitumen. 231 - 232

46	54. Versuche zur Bestimmung von Stickstoff im für die Herstellung von Elektrodenkoks. Experiments for the production of primary bitumen for the manufacture of electrode coke.	232 - 234
55.	Einfluss der Filtriergeschwindigkeit von bituminösen Sympliconprodukten. Influence of factors on filtrate velocity of bituminous symplicon products.	235 - 238
56.	Filtration von amorpher Kohle. Filtration of slightly hydrogenated coal.	239 - 241
57.	Betriebskostenvergleich Sekundär- Primärbitumen bei der Filtration mit chemischen Druckfiltern. Cost comparison of infiltration of secondary bitumen with filters on commercial pressure filters.	242 - 247
58.	Einfluss des Kohlepreises auf die Herstellungskosten von Primärbitumen. Influence on the price of coal on the cost of manufacture of primary bitumen.	248 - 251
59.	Betr. Elektrodenkoks. In re: electrode coke.	252 - 254
60.	Erzeugung von Braun- und Steinkohle für die Elektrodenkoksherstellung. Preparation of brown coal and bituminous coal for the production of electrode coke.	255 - 256
61.	Elektrodenkoks. Electrode coke.	257 - 258
62.	Erzeugung von Elektrodenkoks über die Druck- destillation. Production of electrode coke via pressure distillation.	259
63.	Versuche zur Herstellung von Elektrodenkoks. Experiments on the production of electrode coke.	260 - 263
64.	Herstellung von aschefreiem Elektrodenkoks über Primärbitumen. The production of ash-free electrode coke via primary bitumen.	264 - 270

GENERAL SUBJECT

FILES OF I. G. COCHRAN LABORATORIES ON
VARIOUS TYPES OF CRYSTALLINE CRACKING.

Reel No. 1P-46

Source of documents: Griesheim I.G. Central Library

Folder No.: S-3/1-3-10

Filed by: JIOA

Date: December 27, 1945

REF. NO.

INDEX

PAGE NOS.

IF - 46

FILES OF I. G. HOCHDRUCK LABORATORIES ON VARIOUS
PHASES OF CATALYTIC CRACKING.

1. Prüfung von Magnesiumsilikatkontakten bei der
Standard.
Examination of magnesium silicate contacts by
the Standard Oil Company. 271 - 275
2. Esso Laboratories. Catalytic cracking with
powdered catalysts. 279 - 282
3. Katalytisches Kracken. Darstellung katalytischer
Krackkatalysatoren.
Catalytic cracking. Preparation of synthetic
cracking catalysts. 283 - 284
4. Standard Oil Development Company Process Depart-
ment. Report on cracking with large concentration
of suspended powdered catalysts. Report No. 1. 285 - 286
5. Auszug aus: Bericht der Esso Laboratories No. 15.
15.3.39. Entwicklung von Kontakten für katalytisches
Kracken.
Extract from report No. 15 (15.3.1939) of the
Esso Laboratories. The development of contacts
for catalytic cracking. 287
6. Standard Oil of Indiana: Summaries of reports on
"Catalytic Refining". 288 - 289
7. The M. W. Kellogg Company, New York 14723/10 22.9.38.
Wirkung von Gleich- und Gegenstromarbeitweise sowie
Druck beim katalytischen Kracken.
The effect of parallel and counter current as well
as that of pressure on catalytic cracking. 290 - 293
8. Besprechung in Lu 558 ueber katalytische Gelverar-
beitung am 23 und 24 Mai 1939.
Conference in Ludwigshafen 558 on the catalytic
treatment of oil on 23 and 24 May 1939. 294 - 308
9. Bericht ueber die Besprechung in Leuna am 24. und 25.
Januar 1939. - Katalytische Dehydrierung von Naphthenen.
Katalytische Dehydrierung von n- und i-C₄ H₁₀.
Report on the conference in Leuna on the 24. and
25. January 1939. Catalytic dehydrogenation of
naphthenes and catalytic dehydrogenation of
normal and iso C₄ H₁₀. 309 - 324

OFFICE OF THE DIRECTOR, FEDERAL BUREAU OF INVESTIGATION

WASHINGTON, D. C. 20535

Form No. 10-46

Source of Documents: *Richard A. General Library

Folder No: 7-15/III-1-9

Filed by: JHC

Date: December 24, 1945

IF - 46

OFFICE REPORTS ON VARIOUS PHASES OF HYDROGENATION.
ROCKWELL CASY VERFAHREN LABORATORIAS.

1. Die im Produktwasser der Kohle wasserstoff-synthese nach der Schaumföhreife vorkommenden organischen Stoffe. (Nach verläßlichen Analysen).
Organic matter occurring in the water of reaction of the hydrocarbon synthesis by the emulsion method. (Interim investigative investigations). 325 - 326
2. Ueber den Einfluss der Schwefelung, bei der 250 atm Aromatisierung von Steinkohlenerflussungsmitteln mit Tonerde-Terraalkontakt.
The influence of the sulfur addition during the aromatisation of middle oil from coal liquefaction over alumina (slip)-terraalum contact at 250 atm. 327 -
3. LED-Kontaktprüfungen in 100 cem-Ofen.
LED-contact examinations in 100 cem-ovens. 328 - 336
4. "Hydrierung" Dr. E. Flor.
"Hydrogenation" by Dr. E. Flor. 337 - 359
5. Besprechungsbericht. (Eine vergleichende Daten über Hydrierungsanlagen).
Some comparative hydrogenation plant data. (Report on a meeting). 360 - 363
6. Zur Fluoreszenz und Phosphoreszenz.
Fluorescence and phosphorescence. 364
7. Heizröhren für gasbeheizte Vorwärmer.
Heizröhren for gas heated preheaters. 365
8. Die bei der Schaumföhreife der Kohlenwasserstoff-synthese aufgetretenen Störungen und ihre Beseitigung.
Disturbances occurring during the emulsion method in the hydrocarbon synthesis and their elimination. 368 - 369
9. Coronen
Coronen. 370
10. Übersicht über die in der Hydrierung, Dehydrierung und Methanolsynthese verwendeten Mess- und Regelinstrumente.
Survey over the measuring and regulating instruments used in hydrogenation, dehydrogenation and methanol synthesis. 371 - 372

REEL NO.

TITEL

PAGES NOS.

- 12 - 46
1. Wärmeabfuhr und Wasserstoffbedarf.
Heat of reaction and hydrogen requirements. 375 - 376
 12. Zur Regeneration von Katalysator mit Sulfid-
verfälschung.
About the regeneration of catalyst with sulfide
contamination. 377 - 381
 13. Entparaffinierungsversuch an halbertechnischen
Erschleier mit IFR-Rückstand aus Schlitz.
De-paraffination tests on a rotating filter
with IFR-residue from Schlitz. Semi-technical
scale. 382
 14. Abrechnung am 15. Februar 1943. Übersicht über die
erforderliche Quantität und den Verbrauch verschied-
ener Materialien in den Hydrierungswerken Ludwigshafen.
Conference on 15 February 1943. Requirements
and consumption of various materials at the
hydrogenation works at Ludwigshafen. 383 - 389
 15. Betreff: Projekt Schlitz-Anlage für Entparaffini-
erung.
Concerns: Project Schlitz. Plans for the
installation of the De-paraffination plant. 390 - 391
 16. Abgang der DHE-Toluol-Anlage Di/O₂ nach II. Ausbau.
Eli-gases of the DHE-toluol plant after re-
construction/O₂ losses after the second reconstruction
(partial plant). 392 - 400
 17. Einfluss zugesetzter organischer Stickstoffver-
bindungen auf die Ergebnisse der Benzolierung
von Toluol-Gasöl über Kontakt 0434.
Influence of added organic nitrogen compounds
on the results of the "benzoling" of
petroleum-gas oil over contact 0434. 401 - 405
 18. Werkstofffragen in der Hydrierung.
Problems relating to materials of construction
in the hydrogenation process. 406 - 407
 19. Prüfung von DHE-Kontakten in 1-lit.-Ofen.
Examination of DHE-contacts in the 1 liter
oven. 408 - 422
 20. Fyrilinsgewinnung aus Braunkohle-Schluffphase-
produkten Vorversuche.
Fyrilins production from brown coal sediment
phase-products. Preliminary tests. 423 - 425

IP - 46

- 21. Verfahren zur Herstellung von Paraffin aus
Phenolgasen, wie folgt:
- Conference in Karlsruhe am 5. Februar
1942 über die Produktion von Paraffin aus
Phenolgasen. 437 - 438
- 22. Verfahren zur Herstellung von Paraffin aus
Phenolgasen, wie folgt:
- Conference in Karlsruhe am 5. Februar
1942 über die Produktion von Paraffin aus
Phenolgasen. 437 - 438
- 23. Verfahren zur Herstellung von Paraffin aus
Phenolgasen, wie folgt:
- Conference in Karlsruhe am 5. Februar
1942 über die Produktion von Paraffin aus
Phenolgasen. 437 - 438
- 24. Bericht über die Briquettingversuche
mit Braunkohlen-Öl (Mischöl) von der Union
Rheinische Kraftstoff A.G., Wesseling, Bonn, im
Briquettinglaboratorium von 15.-23.11.1942.
Report B 29 about the briquetting tests with
brown coal-oil (mix) from the Union
Rheinische Kraftstoff A.G., Wesseling, Bonn, in
the briquetting laboratory, 15. to 23.11.1942. 446 - 455
- 25. Verarbeitung von Schmelzparaffin bei 250 Grad im K
100-Ofen.
Working up of paraffin at 250 at. in a
100 ltr. oven. 456 - 471
- 26. Verbesserung von Erdparaffin durch
Hydrierende Raffination 7. Mitteilung über
Paraffin-Raffination.
Improvement of crude paraffin by hydrogenating
refination. 7. report about paraffin
refination. 472 - 476

18 - 46

- 1. Facti... Bericht Dezember 1942 - Januar 1943.
- a) Kontaktprüfung für die... (Fischer's synthesis)
- b) Kontaktprüfungen für den... (Fischer's synthesis)
- c) Neue... (Fischer's synthesis)
- d) Neue... (Fischer's synthesis)
- e) Neue... (Fischer's synthesis)
- f) Vor... (Fischer's synthesis)
- g) ... (Fischer's synthesis)
- h) ... (Fischer's synthesis)
- i) ... (Fischer's synthesis)
- j) ... (Fischer's synthesis)
- k) ... (Fischer's synthesis)
- l) ... (Fischer's synthesis)
- m) ... (Fischer's synthesis)
- n) ... (Fischer's synthesis)

Report on activities from December 1942 - January 1943.

- a) Examination of catalyst for the terra alba process, Inhabshafen.
- b) Examination of catalyst for the terra alba process, Poelitz.
- c) New catalysts for production of synthetic benzene.
- d) New contacts for aromatization at 250 at.
- e) Controlled aromatization at 500 at.
- f) Preliminary hydrogenation.
- g) Aromatization of P 1321/7-46/5754-0-middle oil.
- h) Aromatization of P 1322 (crude paraffin Insprendorf) 5,24 (500 at) E-middle oil.
- i) Testing of of Spanish (Puertollano) shale middle oil.
- j) Experiments aiming at the improvement of paraffins.
- k) Splitting of bituminous stripper heavy oil vacuum distillate over fixed bed catalysts at 600 at.
- l) Low temperature of xylol.
- m) Experiments in the hetero autoclave.

477 - 485

27. Besprechung über die Möglichkeit des Ersatzes des Kobaltkatalysators bei der Fischer's Synthese durch Eisenkontakt.

Conference about the possibility of replacing the cobalt catalyst used in Fischer's synthesis by an iron catalyst.

487 - 489

Reel No.

INDEX

PAGE NOS.

- 46 - 29. Versuche im Laboratorium und im F. trier zur
rhocher Arbeit an Schmelze bei der
Vorschmelze von kohlenhaltigen Rückständen.
Experiments carried out both in the
laboratory and in the works aiming at in-
creasing the yield in coal tar during the
low temperature carbonization of bituminous
residues. 12.5.1944. Dr. Horv. Dr. H. H. 490 - 501
30. Benziniierung von EHL-Rückstand.
Benzinization of EHL-residue. 502 - 526
31. Siebanalyse von Kohle und Kohlenrei.
Sieving analysis of coal and coal dust. 527 - 528
32. Anfahren von neuen Gasphasenkatalysen.
The starting of new gas-phase catalysts. 529 - 530
33. Entparaffinierung Zeitz.
Deparaffination Zeitz. 531 - 532
34. Über das Feinzeitz in Brikettier- und Bindemittel.
The benzol-insoluble in briquetting and
binding agents. 533 - 536

GENERAL SECTION

MISCELLANEOUS TO THE
VARIOUS FILES OF INVESTIGATION.

REF. NO. IP - 46

Source of Documents: Criesheim I. G. Central
Library
Folder No: S15/III-B-8
Filed by: JIOA
Date: December 28, 1945

REF. NO.

TITLE

PAGE NOS.

1F - 46

MISCELLANEOUS REPORTS RELATING
TO VARIOUS METHODS OF HYDROGENATION.

1. Ueber Bindemittel und ihre Zusammensetzung.
Binding agents and their composition. 537 - 543
2. Druckhydrierung von Trockenkohle.
Pressure hydrogenation of dry coal. 544 - 549
3. DHD-Versuche in 40 Ltr.-Ofen (3 DHD-Ofen
mit Zwischenaufheizung, 1 Raffinationsofen)
Verarbeitung von 6434-Benzin Scholven auf
Hochleistungsbenzin.
DHD-tests in a 40 ltr.-furnace. (3 DHD-
furnaces with intermediate heating, 1
refinement furnace). Working of 6434-
Benzene Scholven into high performance
benzene. 550 - 566
4. Hydrierversuche in Autoklaven mit Saureharz-
bitumen von Lape & Co. und mit einem weichenas-
phalt von Dollbergen.
Hydrogenation tests in the autoclave with
acid resin bitumen from Lape & Co. and
with a soft asphalt from Dollbergen. 567 - 571
5. Angenaherte Berechnung der Waermeuebergangszahl
eines Vorheizers.
Approximated calculation of the heat
transfer number of a preheater. 572 - 576
6. Elektro-Vorheizler.
Electric pre-heater. 577 - 580
7. Orientierende Hydrierungsversuche mit
Hansa-Extrakt (1 1552 v. 18.11.42) von
Zellstoff Waldhof.
Orientating hydrogenation tests with
Hansa extract (1 1552 from the
18.11.42.) from cellulose Waldhof. 581 - 583
8. Alkaliwaesche des Ofensumpfes der Kohlen-
wasserstoffsynthese zum Zwecke verstaerkter
Mitteloelbildung.
Alkali washing of the furnace sediment
of the hydro carbon synthesis for the
purpose of increasing the formation of
middle oil. 584 - 586

LF - 46

9. Untersuchung ueber das Binneverhalten
Kohlenfabrikation.
Investigations on the binning agents
in the manufacture of coal. 587 - 607
10. Derzeitiger Stand der Versuche mit
Benzin-Inhibitoren.
Present state of the tests with
benzene inhibitors. 608
11. Neue Herstellung von Toluol aus
Benzol.
New preparation of toluol from
benzene. 609 - 611
12. DID-Kontaktruerungen in 100 cem-Cefer.
9. Bericht.
DID-catalyst examinations in a 100
cem furnace. 9. report. 612 - 625
13. Notiz ueber die Herstellung von 5058
fuer DIE-Leitz.
Notes on the preparation of 5058
for DIE-Leitz. 626 - 627
14. Ueber den Einfluss des Stickstoffgehaltes
von Oelen auf ihre Benzinierbarkeit.
The influence of the nitrogen con-
tent of oils on their capability to
be "benziniert." 628 - 635

GENERAL SUBJECT

MANUAL OF THE RIGHTS
OF THE CITIZEN
OF THE STATE OF CALIFORNIA

RES. NO. IP-46

Source of Documents: Griesheim I. G. Central
Library
Folder No: S15/III-C-1
Filmed by: JIOD
Date: December 28, 1945

LF-46

VARIATION OF HIGH TEMPERATURE
 ON FURTHER REFINING OF
 HIGH MOLECULAR WEIGHT PARAFFINS

1. Verarbeitung von Steinkohlehocharten-
 praturteer mit Steinkohlezusatz.
 The working of bituminous high temp-
 erature coal tar with additions of
 bituminous coal. 636 - 656
2. Hydrierung, Dehydrierung und Spaltung von
 Coronen mit H_2 . (B.Bomben-Versuch).
 Hydrogenation, dehydrogenation and
 splitting of coronen with H_2 (B.
 Bomb-tests). 659 - 664
3. Zur Frage des Auftretens amorpher Zwischen-
 stufen bei der Herstellung von H_2
 Katalysator ueber das Ammoniumsulfowolf-
 ramat.
 The occurrence of intermediate amorphous
 stages during the production of H_2
 catalyst via ammonium sulfo tungstate. 665 - 666
4. Betrifft: Richtlinien fuer die Bauweise
 von Hydrierkammern.
 Directions for the mode of construc-
 tion of hydrogenation chambers. 667
5. H_2 bei der drucklosen Spaltung.
 H_2 during the splitting without
 pressure. 668 - 677
6. Die Verwendung von Molybdaen- und Wolf-
 ramsulfid als Katalysatoren fuer die
 Druckhydrierung.
 The use of molybdenum- and tungsten
 sulfide as catalysts for pressure
 hydrogenation. 678 - 686
7. Spaltung von hochmolekularen Paraffinen
 der Fischer Synthese ueber Kat. 5058
 und 6376 bei 250 at.
 Splitting of high molecular paraffines
 of Fischer's synthesis over cata-
 lysts 5058 and 6376 at 250 at. 687 - 691
8. Aromaten-Naphthen-Gleichgewicht.
 Aromatics-naphthenes equilibrium. 692 - 695

REEL NO.

TITLE

PAGES

IF - 46

9. Unterlagen fuer den Vergleich einer Steinkohlenhydrierung; und Steinkohlenschwelung;
Basic data for the comparison of a bituminous coal hydrogenation with a low temperature bituminous coal carbonization. 696
10. Herstellung des 6434.
Production of catalyst 6434. 697 - 698
11. Versuche zur Herstellung des Aromaten-Naphthen-Gleichgewichtes am Wolframsulfidkontakt 5058.
Tests aiming at the establishment of the aromatics-naphthene equilibrium over the tungsten sulfide catalyst 5058. 699 - 700
12. Verarbeitung von Steinkohlemitteloeel ueber Vorhydrierung/ 7846 : 250.
Benzinierung und DHD.
Working of bituminous coal middle oil by means of preliminary hydrogenation/ 7846 : 250.
"Benzinierung" and DHD. 701 - 718
13. Toluolgewinnung aus Xylol und aus "Rueckstand aus der Nitrodestillation Waldenburg."
Production of toluol from xylol and from "the residue from the nitro distillation Waldenburg." 719 - 735
14. Unterschiede verschiedener Steinkohle-Veredlungsverfahren.
Differences between various refinement methods for bituminous coal. 736 - 738
15. Konzentrationsbestimmungen von Erzeien und Pasten mit dem Brabender Plastographen.
Concentration-determinations of soft and hard pastes with the Brabender plastograph. 739 - 751
16. Die Wirkung des Schwefels bei der katalytischen Hochdruckhydrierung.
The effect of sulfur during the catalytic high pressure hydrogenation. 752 - 753

GENERAL SUBJECT

MISCELLANEOUS OFFICE RECORDS
OF HOCHDRUCKVERFAHREN LABORATORIES

REEL NO. 1F-46

Source of Documents: Griesheim I. G. Central
Library

Folder No: S15/III-B-12

Filmed by: JIC

Date: December 28, 1945

FILE NO.

FILE

NUMBER.

CF - 46

MISCELLANEOUS ARTICLES
OF HOCHDRUCKVERSUCHE LABORATORIEN

1. Bemerkungen zu der Kritik von H. ...
Schmidt an den Forschungsarbeiten des
Strassburger Institutes.
Notes on the critic offered by
H. ... Schmidt on the research work
of the Strassburg Institute. 754 - 755
2. Produktion, Entwicklung- und Forschungs-
arbeiten der Hochdruckversuche Lu.
Production, development and research
work of the Hochdruckversuche
Laboratories Lu. 756 - 765
3. Theorie der Ammoniak-Katalyse.
Theory of the ammonia catalysts. 766 - 773
4. Eisensulfat als Kontakt fuer Steinkohle.
Iron sulfate as catalyst for
bituminous coal. 774 - 780
5. Über synthetische Eichkraftstoffe für
die Überladeprüfung und über die
Abhängigkeit der Überladekurven von
Naphthengehalt.
Synthetic standard materials for
overloading examination.
The dependence of overload curves on
the contents in naphthene. 781 - 786
6. Versuche zur Toluolgewinnung durch
Dehydrierung von Fraktionen eines DED-
Abstreifers aus Steinkohle und anschlies-
sender Feindestillation der dehydrierten
Produkte.
Tests related to the production of
toluol by dehydrogenation of fractions
of a DED-stripper from bituminous coal
and subsequent final distillation of
the dehydrogenated products. 787 - 802
7. THH-Verarbeitung von Lugirschwölteer aus
Fuertollano-Schiefer.
Working up THH obtained from low
temperature carbonization Lugir-tar
from Fuertollano-oil shale. 803 - 815
8. Methylcyclopentan aus Benzol bzw. Cyclo-
hexan.
Methylcyclopentane from benzene or
cyclohexane. 816 - 819

REEL NO.INDEXPAGE NOS.

IF - 46

9. Die Frage des Kobaltersatzes durch Eisen.
The problem of replacing cobalt by iron. 820 - 821
10. Die Frage des Kobaltersatzes durch Eisen.
The problem of replacing cobalt by iron. 822 - 825
11. Einfluss des Stickstoffgehaltes auf die Benzinierbarkeit und Bestimmung des Stickstoffgehaltes.
Influence of the contents in nitrogen on the capability to be "benziniert" and on the nitrogen determination. 826 - 837
12. Zum Problem: Hochkondensierte Aromaten, Asphalte und Kontakte.
Highly condensed aromatics; asphalts and contacts. 838 - 840
13. Hydrierersuche mit spanischen Kohlen in Drehautoklaven (Vorläufige Ergebnisse).
Hydrogenation experiments with Spanish coals in the rotary autoclave. (Intermediate results). 841 - 843
14. WS_2 als Kontakt für die Perhydrierung von mehrkernigen Aromaten.
 WS_2 as catalyst for the perhydrogenation of polynuclear aromatics. 844
15. Wolframsulfid-Kontakt.
Tungsten sulfide catalyst. 845 - 846
16. Hydrierende Verarbeitung von Extrahartwachsen der Fischer-Synthese ueber Kontakt 8376 bei 250 at.
Hydrogenative treatment of specially hard waxes of Fischer's synthesis over catalysts 8376 at 250 at. 847 - 869
17. Erhöhung der Schwelausbeute durch Zugabe von Katalysatoren und zusätzlichen Wasserdampf.
Increasing the low temperature carbonized yield by additions of catalyst and excess of steam. 870 - 876
18. Technische Herstellung von 5058.
Production of 5058 on a technical scale. 877 - 878

REEL NO.

INDEX

PAGE NOS.

IF - 46

19. Herstellung von anhydrierter Kohle.
Production of slightly hydrogenated coal. 879 - 885
20. Betrifft: Bauweise von Hydrierkammern.
Construction mode of hydrogenation chambers. 886 - 893
21. Die Phenolbestimmung in Mittelölen.
Determination of phenol in middle oils. 894 - 895
22. Kristallstruktur und röntgenographische
Untersuchungen am Sb_2 -Katalysator.
Crystal structure and X-ray examinations of the Sb_2 -catalyst. 896 - 897
23. Nachtrag zu dem Bericht ueber "Laboratoriums-
versuche zur Erhöhung der Ausbeute an
Schwefelprodukt bei der Verschwelung von
asphaltartigen Rückständen."
Appendix to the report on "Laboratory
experiments aiming at increasing the
yield in low carbonization product
during the low temperature carboniza-
tion of bituminous (asphalt-contain-
ing) residues." 898 - 900

GENERAL SUBJECT

DISCONTINUED OFFICE FILE
OF
ROCHELLE S. VERPAREN LABORATORIES

REF. NO. IP-46

Source of documents: Griesheim I.G. Central
Library

Police No. 311/111-B-7

Filed by: JIGa

Date: December 28, 1945

ENTW. NO.

TITEL

SEITE NOS.

MISCELLANEOUS RESEARCH PAPER
OF
HOCHDRUCKVERFAHREN UND LABORAT. 13

1. Auswaschung des Schwefeldioxyds bei der
Regeneration der MID-Einheitenkammern.
The washing out of sulfur dioxide
during the regeneration of the MID-unit
chambers. 901 - 907
2. Ueber den Einfluss von Druck bei der
Aromatisierung von Steinkohlenverflues-
sigungsmittelöl mit Ferrana Kontakt.
The influence of pressure during the
aromatisation of bituminous coal lique-
fication middle oil with Ferrana-
catalyst. 908 - 915
3. Schnellbestimmung von Blei in Flugkraft-
stoffen nach DVL (vereinfachtes Verfahren).
Quick determination of lead in
aviation fuels according to DVL
(simplified method). 916 - 920

GENERAL SUBJECT

DISSEMINATION'S OFFICE REPORTS

TOP

HOCHBERG/VERFAHREN LABORATORIES

REEL NO. 1F - 46

Source of documents: Griesheim I.G. Central
Library

Folder No. 517/111-B-6

Filed by: JICA

Date: December 26, 1945

FILE NO.

TITLE

FILE NO.

IF - 46

MISCELLANEOUS OFFICE REPORTS
OF
HOCHWALDENFABRIK A.G. LABORATORIES

1. Stand der Versuche zur Herstellung von Fettungsmitteln fuer Militaerleder.
Present state of the tests aiming at the production of fattening agents for the top leather in military equipment. 921 - 924
2. Klopfversuche mit Aromatengemischen.
(Fortsetzung zur Zusammenstellung v. 9.10.42).
Knocking tests with aromatic mixtures. (Continuation of the survey from the 9.10.42.) 925 - 934
3. DID-Kontaktprüfungen in Loo-com-öfen.
8. Bericht.
DID-catalyst examinations in Loo com furnaces. 8. report. 935 - 942
4. Über maximale Flüssiggasgewinnung aus Stabilisierabgasen.
Maximum liquid gas production from stabilization waste gases. 943 - 959
5. Thermodynamische Berechnungen zur Pyridinsynthese nach der Nernstschen Näherungsformel.
Thermodynamic calculations concerning the synthesis of pyridine, according to Nernst' approximating formulae. 960 - 964
6. Die Raffinationswirkung der Dampfphase.
The raffination effect of the liquid phase. 965 - 969
7. Prüfung von im Labor hergestellten DID-Kontakten im 1 Ltr-Löfen.
Examination of DID-catalysts prepared in the laboratory. 970 - 975

SECRET

I. C. HARRINGTON, JR. IS A MEMBER OF THE
DISTRICT, ELECTRIC CO., ANALYTIC SECTION.
OFFICE OF F. I. S. 10-104.

S-1/L-D-6

Titelblatt

1. Über die Molekülverbindungen von Coronen mit
Coronenderivaten.
molecular compounds of coronen with
coronen derivatives.

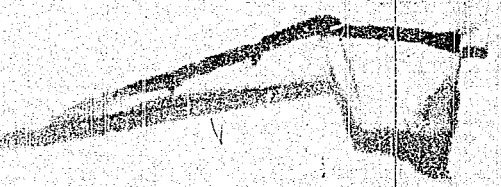
Page no. 1

1

Die folgenden Angaben sind für die Zwecke der...

Die folgenden Angaben sind für die Zwecke der...

Die folgenden Angaben sind für die Zwecke der...



INDEX

1. Druckdestillation verschiedener Substanzen.
Pressure distillation of various and
required amounts.

TABLE OF CONTENTS 1-3

Druckdestillation verschiedener Rohstoffe.
=====

In der Anlage sind Versuchsergebnisse bzw. Schätzungen über die Druckdestillation von Braunkohlenschwelteeren und von Erdölen zusammengestellt.

Schwelteere: Deubener Teer
Hirschfelder Teer

Erdöle : Mistersdorfer Öl
Pechelbronner Öl
Reitbrook Öl
Rumänisches Öl paraffinarm (A I)
Rumänisches Öl paraffinreich (D).

Über die Ausbeute bei der Druckdestillation asphalthaltiger Produkte ist zu bemerken, daß mit steigendem Asphaltgehalt des Produktes die Rückstandsmenge vergrößert wird. Im Rückstand findet eine starke Anreicherung von Hartasphalt statt. Dies führt zu hohen Schmelzpunkten des Rückstandes und damit zu Schwierigkeiten im Anbringen. Außerdem neigen diese hochasphaltalthaltigen Stoffe bei Überhitzungen leicht zur Verkokung.

Bei Produkten mit höherem Asphaltgehalt ist es außerdem wegen der Verkokungsgefahr notwendig, die Strömungsgeschwindigkeit in den Reaktionschlangen stark zu erhöhen bzw. Wasserstoff oder ähnlich wirkende Gase zuzusetzen.

Die Verwendung von Wasserdampf als Spülgas kann bei Erdölen zu schwer trennbaren Emulsionen führen. Es werden zweckmäßig andere technische Gase, welche keinen freien Sauerstoff enthalten, als Spülgase eingesetzt.

Die Druckdestillationsrückstände können infolge ihres hohen Asphaltgehaltes zur Verwendung als Straßenasphalt und als Priettiermittel in Frage. Bei Vorfiltration der Rohstoffe und Wahl eines geeigneten Katalysators können sie als Ausgangsmaterial für die Elektrodennachherstellung dienen.

Tabelle

Bez. Tank

Produkt							
Versuch							
Versuchsart							
Durchschnitt							
Prozent							
Abweichung							
Standardabweichung							
Signifikanz							
Probabilität							
Ergebnis							
Abweichung							
Standardabweichung							
Signifikanz							
Probabilität							
Ergebnis							

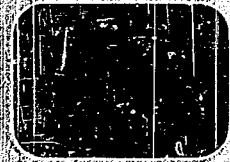
Produkt	Leistung	Durchschnitt	Rückgang	Standardabweichung	Durchschnitt	Rückgang	Leistung
4 Festes	1,2	0,001	10,4	0,001	0,005	13,6	0,2
4 flache H.G.	0,12	0,002	1,4	0,01	0,005	3,6	0,04
spez. Gewicht	0,931/50	0,901/50		0,980/50	0,910/50		0,984/50
Gewichte-Englär							
0 -200 °C	0	1,3					0
-325	2,9	1,1		2,9	12,1		45,8
-350	35,4	12,1		10,9	42,9		55,2
Var. Rückst. 125	1,2	1,0		1,0	4,0		14
4 -Ammoniak	2,1	0,3	22,5	1,1	0,2		4,2
4 Propanessig	13,2	0,5	10,5				-
4 Paraffin-Holde							6,0
Erweichungspunkt °C			15				-

Infolge ungenügender Verteilung der Probe konnte der geplante Durchschnitt nicht gemittelt werden. Infolgedessen ist die Messung ungenügend.

Hellwägen Teer	Hirschhorn Teer
16 442	20-30 410	20 442
20 w. Frischöl	2 w. Grude
Wasserstoff	Wasserstoff
4 m/kg Frischteer	10-15	0,32 m/kg Frischöl

931	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	100	
ck-and	leicht- ölfrei er Teer	Druck- destill- lat	Rück- stand	leicht- ölfrei er Teer	Druck- destill- lat	Rück- stand	leicht- ölfrei er Teer	Druck- destill- lat	Rück- stand	leicht- ölfrei er Teer	Druck- destill- lat	Rück- stand
0,008	13,6	0,2	0,01	14,7	0,02	0,02	10,0	0,2	0,01	10,4	0,01	10,4
0,005	3,6	0,04	Spar	4,5	0,015	0,02	Spar	2,0	0,1	0,0015	0,0015	3,9
0,910/ 50°		0,34/ 50°	0,312/ 50°		0,302/ 20°	0,303/ 20°	0,316/ 100°	0,376/ 20°	0,357/ 120°			
32,1		0	1		3,4	5,1		0,3	0,5			
42,9		45,2	54		27,7	3,7		43,2	4,0			
4,0		53,2	55		37,4	1,6		20,5	2,3			
0,2		14	5		24,3	1,4		13,7	4,8			
		4,2	0,3	2,7	0,5	3,2	13,4	1,4	0,15	10,5		
		6,0			6,8	1,8						
					4,2	4,6						
	+ 53			ca. 50			40,3					+ 28°

Minuten Durchsatz B.O. nicht gefahren werden.



Reinigungsöl
 Versuch 500 g
 benzinfreies Rohöl
 30 g, Filter
 1 g Gra
 Wasserdampf
 60

benzinfreies Rohöl
 20 g, Filter
 0,5 g Gra
 Wasserdampf
 20-30

benzinfreies Rohöl
 30 g, Filter
 0,5 g Gra
 Wasserdampf
 25-30

42
 2)

Rückstand	benzinfreies Rohöl	Druck-destillat	Rückstand	benzinfreies Rohöl	Druck-destillat	Rückstand	benzinfreies Rohöl	Druck-destillat	Rückstand
10,4	0,3	0,01		0,01	0,01		0,16	0,01	16,8
3,9	0,15	0,01		Spur	Spur		0,05	Spur	5
	0,93% / 50 ^g	0,01% / 20 ^g		0,02% / 20 ^g	0,002% / 20 ^g		0,069% / 20 ^g	0,055% / 20 ^g	
	14	25		33	45		5,3		
	24	35		40	50		39,8	45	
	56	25		31	15		44,8	54	
19,5	1,9	0,3	20	0,4	0,1		0,26	0,05-0,1	6-7
+ 23 ^o			40	1,0	0,2		0,8	ca. 0,2	
									30-40

210 (100^o)
 125
 31
 20

3. Druckbestimmung. ... rate und ... bedarf.
... räumliche ...
... räumliche ...

Druck 108.4

Druckdestillation.

Apparate und Mengenbedarf.

An Apparaten sind vorhanden:

- 1) 1 Kleinapparat mit 200 cm³
Ofeninhalt für die Verarbeitung von 3 - 5 kg Rohprodukt/Stunde.
- 2) 1 Halstechnische Apparat mit ca 10 l Ofeninhalt
für die Verarbeitung von 60 - 100 kg Rohprodukt/Stunde.

Die Halstechnische Apparat ist im Umbau begriffen. (Fertigstellung 15. Mai 1941)

Für Kleinversuche (Versuchsdauer etwa 14 Tage) sind demnach 1,5 - 2,0 Tonne benzinfreies Produkt erforderlich.

Für einen halstechnischen Versuch (Versuchsdauer etwa 1 Monat) sind ungefähr 70 - 80 Tonne benzinfreies Produkt erforderlich.

gez. Hank

1828

4. Das Antragsverfahren.
Process of application.

nos. 5 - 12

④ Das Druckdestillationsverfahren.
=====

Das Verfahren besteht aus einer Druckerhitzungsbehandlung von Teeren und Ölen in flüssiger Phase unter Zugabe von feinverteiltem Katalysator und einer anschließenden Destillation unter Normaldruck unter Zusatz von Spülgas. In der Destillation werden die Asphalte und festen Anteile in Form von Fack abgetrennt.

I. Chemischer Effekt der Druckdestillation.

Bei der Druckdestillation treten infolge der Druckerhitzung der Produkte folgende chemischen Effekte auf ¹⁾:

A) Hartasphalte.

Die absolute Menge der Hartasphalte bleibt unverändert bzw. kann bei schärferen Bedingungen unter Weiterpolymerisation niedrigerer Asphalte zunehmen.

B) Propanasphalt.

Die Menge der Propanasphalte wird vermindert ²⁾. Die im Druckdestillat noch vorhandenen Propanasphalte haben einen niedrigeren Schmelzpunkt als der Propanasphalt des eingesetzten Rohproduktes, sind also mehr harz- als asphaltähnlich.

C) Vakuurrückstand.

Die absolute Menge des Vakuurrückstandes > 325° wird vermindert.

D) Schmierölfractionen.

Die höchst siedenden Ölfractionen werden in ihrer Viskosität gebrochen. Die Ausbeute an hochviskosen Schmierölen sinkt infolgedessen durch die Druckdestillationsbehandlung 2)3).

E) Siedekurve 1)4).

Abgesehen von den bereits angeführten Veränderungen unterscheidet sich die Siedekurve des Druckdestillates von der des Ausgangsproduktes durch Zunahme der Anteile zwischen 350° bei 760 mm und 325° im Vakuum. Die Anteile zwischen 325° und 350° (760 mm) werden kaum vermehrt. Hingegen tritt eine Vermehrung der Mittelöl-Anteile bis 325° (760 mm) ein. Die Benzinbildung bleibt auf etwa 1 % beschränkt.

F) Gasbildung.

Die Vergasung bleibt unter 1 %. Das Gas enthält etwas Wasserstoff.

G) Veränderung der Elementarzusammensetzung.

Die Unterschiede zwischen der Elementarzusammensetzung des Ausgangsproduktes und des Druckdestillates hängen sowohl von der Schärfe der Bedingungen als auch von der Menge des abgeschiedenen wasserstoffarmen Rückstandes ab. Es kann sowohl eine Steigerung des Wasserstoffgehaltes wie auch eine Verminderung desselben im Druckdestillat gegenüber dem Ausgangsöl eintreten.

II. Arbeitsbedingungen.

A) Temperatur: Je nach der Art des zu verarbeitenden Produktes gelangen Temperaturen zwischen 420 - 460° zur Anwendung. Die Verweilzeit bei diesen Temperaturen beträgt 1,5 - 2 Minuten.

B) Druck: Die verwendeten Drücke liegen zwischen 10 und 30 Atmosphären.

C) Durchsätze: Je nach Art des zu verarbeitenden Produktes betragen die Durchsätze bezogen auf das Volumen des Schlangensofens 4,0 - 10,0 kg pro Stunde und Liter.

D) Katalysator 1)5): Der Katalysator wirkt als Adsorbens für die zur Verkokung neigenden höchsten Asphalte. Bei Verwendung größerer Kontaktmengen als 1 % wurde auch katalytische Wirkung im engeren Sinne beobachtet, welche Senkung der Temperatur und Verminderung der Verweilzeit erlaubte. Der hauptsächlich verwendete Katalysator ist Braunkohlengeneratorstaub. Höherer Asphaltgehalt des Öles erfordert größere Katalysatormengen.

E) Spülgas: Zur Anwendung können Wasserdampf, Stickstoff, Wasserstoff oder sonstige technische Gase gelangen, welche keinen freien Sauerstoff enthalten. Die Menge ist abhängig von dem Gehalt an Hochsiedenden im zu verarbeitenden Produkt. Das Spülgas wird nach der Entspannung vor dem Eintritt in die Destillationskolonne bzw. im Sumpf der Destillationskolonne zugegeben. Bei Ölen mit höheren Asphaltgehalten ist es zweckmässig, Wasserstoff oder ähnlich wirkende Gase bereits in der Vorheizung zuzugeben, um Koksabscheidungen zu verhindern.

F) Strömungsgeschwindigkeit: Es ist zur Vermeidung von Koksabscheidungen günstig, möglichst hohe Strömungsgeschwindigkeiten anzuwenden (1-2 m).

G) Destillationskolonne: Die Erfahrung zeigte, daß Verkokungen in der Kolonne nicht auftreten, wenn Rückführung von Druckdestillationsrückstand erfolgt, auch muß neuerliche Aufheizung in der Kolonne vermieden werden.

H) Vorbereitung des Einspritzproduktes: Es werden zweckmäßig vom Benzin befreite Öle verwendet.

III. Ausbeuten.

Die Menge des Druckdestillationsrückstandes hängt ab vom Asphaltgehalt des verarbeiteten Produktes. Bei asphaltarmen Ölen kann auf geringere Rückstandsmengen gearbeitet werden als bei asphaltreichen. Die Asphaltanreicherung im Rückstand verursacht hohe Schmelzpunkte und damit Schwierigkeiten im Ausbringen.

IV. Charakterisierung des Verfahrens.

Das Verfahren kann als milde Krackung und Viskositätsbrechung aufgefaßt werden, bei der gleichzeitig eine Entölung und Abtrennung der Asphalte erfolgt. Zum Unterschied zur normalen Destillation und insbesondere zur Vakuumdestillation, welche das Produkt möglichst schonen, wird bewußt eine chemische Veränderung durch Erhitzung unter Druck herbeigeführt. Weitgehende Ähnlichkeit besteht mit den bekannten thermischen Krackverfahren, insbesondere mit der Viskositätsbrechung des Houdry-Verfahrens. Andererseits liegt auch ein Vergleich mit der Sumpphasehydrierung von Teeren⁶⁾ und Ölen nahe, wo in der Vorheizung eine Druckcrackung in Gegenwart von Wasserstoff stattfindet.

V. Beispiele für Druckdestillation.

Als charakteristische Beispiele werden die Druckdestillation von mitteldeutschen Braunkohlenteer und von Zistersdorfer-Erdöl aufgeführt.

A) Druckdestillation von Daubener Teer. 7)

(Halbtechnischer Versuch in der 100 kg-Apparatur).

Ausbaute

Aus 100 kg Teer wurden erhalten:

- 21,6 kg Druckdestillat
- 7,4 kg Rückstand (= 0,4 % Kontingenz gerechnet)
- 2,0 kg Gas + Verlust.

Produkteigenschaften.

	Rohteer	Druckdestillat	Rückstand
% Festes	1,2	0,01	10,4
% Asche 1. G.	0,12	0,002	1,4
spez. Gewicht	0,931/50°	0,901/50°	
Siedekurve % - 200°	0	1,3	
% - 325°	21,9	31,1	
% - 350°	36,4	42,5	
% Vak -RM > 325°	13,2	3,8	
s-Asphalt 1. G.	2,1	0,5	21,5
Propanasphalt 1. G. (Schmelzpunkt)	15,2 (57°)	7,5 (43°)	70,9 (79°)
Erweichungspunkt	—		43°

Verschiebung der Absolutmenge Vakuumrückstand > 325° : 25 %
 " " " Propanasphalt : 27 %

B) Druckdestillation von Zisterdorfer Erdöl 8)

(500 cm³ Apparatur)

Ausbeute:

Aus 100 kg Rohöl werden erhalten:

96,3 kg Benzin + Druckdestillat

3,5 kg Rückstand

2,7 kg Verlust

Produkteigenschaften

	Rohöl	Druckdestillat + Benzin	Rückstand
% Asche	0,02	0,02	10,6
% Asche i.G.	0,016	Spur	2,0
spez. Gew.	0,902/20°	0,888/20°	
Siedekurve % -200°	3,4	5,1	
% -325°	27,7	36,8	
% -350°	37,4	46,6	
% Vak. Rückst. > 325°	26,8	13,4	96,0 (v. Öl)
% n-Asphalt v. Öl	0,5	0,2	18,4 (v. Öl)
% Propanasphalt	6,8	1,8	
% Paraffin (Schmelzpkt)	4,2 (+54,5°)	4,6 (+48°)	
Erweichungspunkt			40,3
Elementaranalyse			
% C	84,83	86,77	
% H	12,66	12,43	
% O	1,80	0,54	
% N	0,08	0,05	
% S	0,17	0,20	

Verminderung der Absolutmenge Vakuumrückstand > 325° : 42 %
 " " " Propanasphalt : 31 %

VI. Hydrierung von Druckdestillaten
über festangeordneten Katalysator. 9)

Druckdestillat aus Braunkohlenscheitelpol konnte mit dem 3-fachen Durchsatz im Vergleich zu Originalteer über TTK verarbeitet werden.

Zum Unterscheid von Kohlen lassen sich Druckdestillate infolge ihrer Reinheit bezüglich Asche und Sphulthalt über festen Katalysator hydrieren.

1931. Kank

Verzeichnis der ausführlichen Zusammenstellungen:

12

- 1) Nr. 17 133 1 v. 2.VIII.40 Über die chemische Wirkung und den Einfluß von Katalysatoren bei der Druckdestillation (Rank)
- 2) Nr. 17 121 1 v. 24.VIII.40 Über das Verhalten der Schmierölfractionen von Reitbrooköl bei der Druckerhitzung (Rank)
Nr. 17 100 1 v. 27.VIII.40 Druckbehandlung von Pechelbronner Öl (Fehrenbach)
- 3) v. 27.VI.39 Untersuchung von Reitbrooköl bzw. Druckdestillat aus Reitbrooköl auf Heizbleigenschaften (Rank)
- 4) Nr. 17 734 1 v. 2.XI.40 Druckdestillation von Pechelbronneröl Verschiebung der Siedekurve und Veränderung der einzelnen Ölfractionen (Rank)
- 5) Nr. 16 847 1 v. 24.VI.40 Einfluß des Kontaktzusatzes bei der Druckdestillation (Rank)
Nr. 17 280 1 v. 10.IX.40 Druckdestillation und Druckerhitzung (Rank)
Nr. 17 487 1 v. 19. X.40 Druckdestillation. Kurzer Überblick über den Stand der Versuche (Rank)
- 6) Nr. 15 805 1 v. 18. I.40 Vergleichende Betrachtung der Sumpffasehydrierung und Druckdestillation (Rank, Krönig)
- 7) Nr. 15 737 1 v. 16.II.40 Halbtechnische Druckdestillation von mitteldeutschem Braunkohlenschwefel (Rank)
- 8) Nr. 15 782 1 v. 6.I.40 Druckdestillation von Zisterdorfer Erdöl (Rank, Löcker)
- 9) Nr. 13 837 1 v. 1.III.40 Stand der Versuche über Druckdestillation usw. (Krönig).

Inhalt

5. Druckdestillation von echelbronner Öl.
Verschiebung der Siedekurve und Veränderung
der einzelnen G-l Fraktionen durch die Druck-
destillation.
Pressure distillation of echelbronner Öl.

Frame Nos. 13 - 16

Druckdestillation von Pechelbronner Öl.
=====

Verschiebung der Siedekurve und Veränderung der einzelnen
Öl-Fractionen durch die Druckdestillation.

Bei einem Druckdestillationsversuch mit Pechelbronner Öl (siehe Zusammenstellung Bank vom 15.10.40) wurde eine genauere Untersuchung über die Verschiebung der Siedekurve und die Veränderung der Eigenschaften einzelner Fractionen durch die Druckdestillationsbehandlung vorgenommen. In Anlage I sind die Eigenschaften des Druckdestillates den Eigenschaften des bis 200°C gestrippten Rohöles gegenübergestellt.

Die in Anlage II graphisch aufgetragenen Siedekurven zeigen zunächst, dass durch die Druckdestillationsbehandlung eine Ausgleichung der Siedekurve erfolgt. Die Anteile unter 275°C werden nur unwesentlich vermehrt. Hingegen ist bereits eine starke Vergrößerung der Fraction von 275°-325°C festzustellen. Die Fraction 325°-350°C behält ihre Menge ungefähr bei. Die Fractionen >350°C nehmen nur wenig zu. Bei der Druckdestillation findet also im wesentlichen eine Aufspaltung der über 325°C im Vakuum siedenden Anteile statt, wobei insbesondere Mittelölanteile zwischen 275 und 325°C entstehen. Beim Pechelbronner Öl wird (unter Berücksichtigung der Ausbeute an Druckdestillat von 90 % die Fraction 275°-325°C von 16,7 % auf 22,7 % vermehrt ¹⁾).

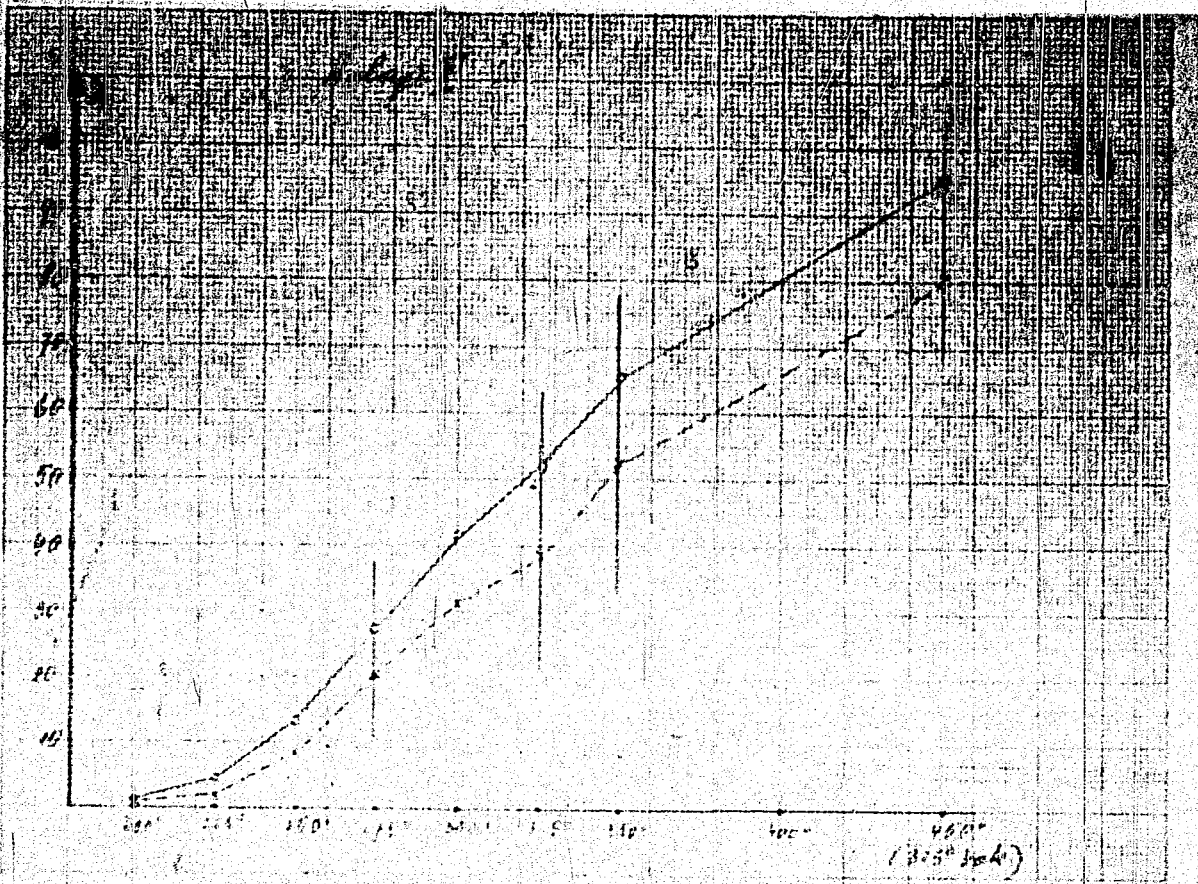
Aus dem Vergleich der spezifischen Gewichte und Anilinpunkte entsprechender Fractionen von Rohöl und Druckdestil-

¹⁾ bezogen auf -200° gestripptes Rohöl

In wie weit geht es bei der Brackdestillation
 bei verschiedenen Fraktionen eine gleiche Krönung stattfindet
 welche eine geringe Krönung d. h. eine Fraktion von höherer und
 einer von niedrigerer Qualität als die ursprüngliche sind.
 Die Krönung bei den Fraktionen 20% beträgt ein Star
 1/4 und rund die Hälfte davon.

2. Anhang.

Untersuchtes Produkt	Feuchtelbröner 21 200°C	Druckdestillat aus Feuchtelbröner 21 200°C
Wasser %	0,2	0
Festes %	0,2	0,06
Asche i. G. %	0,2	0,03
n-Asphalt %	1,5	0,2
Paraffin % (Schmelzpunkt)	4,1 (+ 4 °)	3,8 (+ 46 °)
spez. Gewicht/20°C	0,880	0,858
Gew. Engler: Siedebeginn °C		
% -200 °C	183	181
-325	0,6	1,0
-350	38,5	51,3
Vakuum-Rückstand 325°C/11 mm	52,4	65,4
	20	4,7
Fractionen:		
-200 °C: spez. Gewicht	0,780/20°	0,781/20°
Anilinpunkt	+ 82,2°	+ 54,7°
200-225 °C: spez. Gewicht	0,781/20°	0,792/20°
Anilinpunkt	+ 64,3°	+ 50,1°
225-350 °C: spez. Gewicht	0,835/20°	0,837/20°
Anilinpunkt	+ 73,6°	+ 72,1°
350-420 °C: spez. Gewicht	0,865/20°	0,873/20°
Anilinpunkt	+ 84,2°	+ 83,2°
Kolonnenzerlegung: % -200°C		
-325	-	3,6
>325	38,0	51,8
	61,9	41,8
Mittelöl 200-325°C roh:		
spez. Gewicht/20°C	0,825	0,828
Anilinpunkt	+ 71,1	+ 70,7
Phenole	0,46	0,6
Gew. Engler: Siedebeginn °C		
% -225°C	208	210
-250	2,5	1,8
-275	20,7	18,4
-300	51,8	45,4
-325	80,6	72,9
	95,7	74,1
Mittelöl 200-325°C entphenoliert:		
spez. Gewicht/20°C	0,824	0,828
Anilinpunkt	+ 71,5	+ 71,5
unges. KW %	3,1	3,6
Fractionen:		
210-230 °C: spez. Gewicht	0,795/20°	0,800/20°
Anilinpunkt	+ 65,6°	+ 64,3°
240-270 °C: spez. Gewicht	0,815	0,817/20°
Anilinpunkt	+ 69,3	+ 68,0
280-310 °C: spez. Gewicht	0,834	0,832/20°
Anilinpunkt	+ 74,5	+ 73,6
Rückstand 325°C: spez. Gewicht		
Vak. Kurve: -225 °C { spez. Gew. }	0,900/50°	0,873/50°
-275 % { " " }	25,1 (0,864/20°)	25,4 (0,872/20°)
-325 % { " " }	50,4 (0,868/40°)	69,2 (0,869/40°)
	67,8 (0,882/60°)	88,8 (0,880/60°)



TITEL SEITE

6. Druckdestillation von Bechelbronner Öl.
Pressure distillation of Bechelbronner Öl.

Frame Nos. 17 - 21

Druckdestillation von Pechelbronner Öl.

Zusammenfassung:

Es wurde ein Druckdestillationsversuch mit Pechelbronner Öl durchgeführt. Dabei zeigte sich das Pechelbronner Öl für die Verarbeitung durch Druckdestillation als gut geeignet. Aus dem Rohöl wurden 90,6 % Destillat und 7,4 % Rückstand erhalten. Die Verwendung von Stickstoff als Spülgas anstelle von Wasserdampf erwies sich als vorteilhaft.

Es wurde ein neuntägiger Versuch zur Druckdestillation von Pechelbronner Öl durchgeführt. Dabei wurde im Gegensatz zu früheren Versuchen mit anderen Erdölen der Wasserdampf als Spülgas durch Stickstoff ersetzt. Versuchstechnisch hat die Vermeidung von Wasserdampf zunächst den Vorteil, dass die Notwendigkeit entfällt, anfallende Wasser-Öl-Emulsionen zu trennen. Wie das beiliegende Schema der Apparatur zeigt, wurde der Stickstoff bereits vor dem Ölvorheiser zugegeben, wodurch die Strömungsgeschwindigkeit in den Schlangen, welche bei der Kleinapparatur sehr ungünstig liegt, wesentlich erhöht¹⁾ und damit den Strömungsverhältnissen der Grossapparatur angenähert wurde. Wie zu erwarten war, hat sich die erhöhte Strömungsgeschwindigkeit sehr günstig bezüglich Vermeidung von Asphaltverkrustungen^{an} der Schlangewänden ausgewirkt.

- 2 -

1) auf etwa das 20-fache.

Versuchsbedingungen:

Druck	20 atm
Temperatur Vorheizer	422°C
" Schlangenofen	442°C
Frischöldurchsatz ¹⁾	6,7
Frischöl: Abschlamm- rückführung	1:0,3
atm Stickstoff/ kg Frischöl	0,32
Kontakt	1 % Generatorstaub Me
Strömungsgeschwindig- keit (Gas+Öl)	ca 38cm/sec. ²⁾

Als Ausgangsmaterial wurde auf 200°C gestripptes Pschel-
brenner Öl (5% -200°C) verwendet³⁾.

Aus 100 kg Rohöl wurden bei der Verarbeitung durch Druck-
destillation erhalten:

- 5 kg Benzin -200°C
- 85,6 kg Druckdestillat
- 7,4 kg Abschlamm (6,4 kg kontaktfrei)
- 3,0 kg Gas+Verlust⁴⁾

- 1) auf Ofenvolumen bezogen
- 2) ohne Gassgabe vor der Vorheizung nur etwa 2 cm/sec.
- 3) Ebenso gut kann als das benzinhaltige Rohöl als Einspritzprodukt verwendet werden.
- 4) davon Vergasung etwa 0,5 kg.

Produkteneigenschaften

Produkt	Rohöl gestr. -200	Druck- destillat	Abschlamm
% vom Rohöl	95	85,6	7,4
% Festes	0,2	0,03	10,4
% Asche im Festen	50,0	5	37,1
Spez. Gewicht	0,876/20°	0,857/20°	0,979/15° ¹⁾
Siedekurve: % -200°C	0,9	0,9	-
% -325°C	43,2	48,0	8,1 ¹⁾
% -350°C	56,5	62,8	18,8 ¹⁾
Vak. Rückstand über 325°C	18,7	4,8	80,0 ¹⁾
n-Asphalt %	1,4	0,18	18,5
Schmelzpunkt °C	-	-	+26
Datum 622/Kol. III	-	24/27.9. 1940	24/27.9. 1940

Vakuumrückstand und n-Asphalt

	Vakuumrückstand	n-Asphalt
im Frischöl ein	17,8 %	1,33 %
Aus im Druckdestillat	4,1 %	0,15 %
im Abschlamm	5,3 %	1,23 %
Summe	9,4 %	1,38 %
Abbau bzw. Neubildung	-47 %	+4 %

Bei der Druckdestillation von Pechelbronner Öl werden 90,0 % Benzin + Druckdestillat erhalten. Gleichzeitig fallen 7,4 % Rückstand (6,4 % kontaktfrei gerechnet) an. Das Druckdestillat enthält nur noch 4,8 % Vakuumrückstand über 325°C und etwa 0,2 % Asphalt (gegen 18,7 % bzw. 1,4 % im gestrippten Rohöl) und ist praktisch frei von Asche (ca. 0,0015 %). Durch die Druckdestillation wurden von dem

1) vom Öl.

singehenden Vakuumrückstand etwa 47 %¹⁾ in niedriger siedende Anteile übergeführt, die Asphaltneubildung ist gering. Nach neuntägiger Betriebsdauer zeigte der Schlangenofen praktisch keinen Koksansatz (nur 4 % Volumabnahme). Die gleichzeitig aufgetretene Volumenabnahme des Vorheizers um etwa 25 % ist vermutlich durch zu grosse Über-temperaturen bei der verwendeten Backkonstruktion zu erklären. Auf Grund dieses sehr befriedigenden Ausbaues und der erreichten Qualität des Druckdestillates kann das Pechelbronner Rohöl als gut geeignet für die Verarbeitung durch Druckdestillation bezeichnet werden.

Versuche zur Verarbeitung des Druckdestillates über fest-angeordnetem Kontakt und durch katalytisches Kracken sind in Arbeit. Die Eignung des Druckdestillationsrückstandes als Strassenasphalt wird geprüft.

Der Versuch hat auch gezeigt, dass der bisher als Spülgas verwendete Wasserdampf ohne weiteres durch Stickstoff bzw. durch irgend ein anderes Sauerstoff-freies Gas ersetzt werden kann. Trotzdem durch die Gaszugabe vor der Vorheizung die Verweilzeit des Öls im Ofen vermindert wurde, zeigt das Druckdestillat gute Qualität.

Da ein vorhergehender Druckdestillatversuch mit Pechelbronner Öl unter Anwendung von Wasserdampf als Spülgas etwas schlechteres Druckdestillat lieferte, liegt die Vermutung nahe, dass die Verwendung von Wasserdampf verschlechternd auf die Destillateigenschaften wirkt.

Gemeinsam mit:

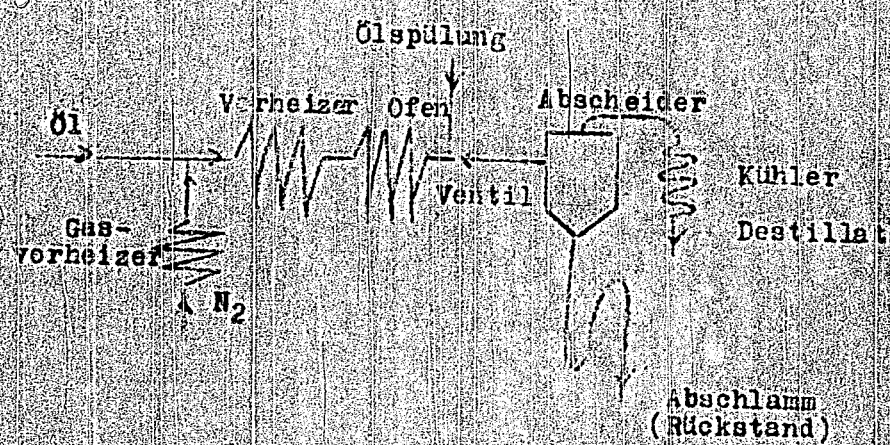
Dr Schiffmann
Dr v Hartmann
Dr Hupfer

gez. Rank

Anlage.

1) berechnet unter Berücksichtigung des im Druckdestillationsrückstand vorhandenen Vakuumrückstandes.

Schema der Apparatur unter Anwendung von Stickstoff als Spülgas.



7. Über die chemische Wirkung und den Einfluss
von Katalysatoren bei der Druckdestillation.
Chemical effect and the influence of
catalysts in pressure distillation.

Page Nos. 22 - 28

Frl. Dr. Mering

⑦ Über die chemische Wirkung und den Einfluss
von Katalysatoren bei der Druckdestillation.

Zusammenfassung.

Es wurde die Wirkung verschiedener Katalysatoren auf den Druckerhitzungs- (Druckdestillations-)prozess untersucht. Dabei wurden die katalytischen Erfahrungen des katalytischen Crackens und der Sumpphase als Grundlage benützt. Als bisher beste Kontakte erwiesen sich aktivierte Holzkohle und synthetisch hergestelltes Aluminiumsilikat.

Der chemische Effekt der Druckdestillation wird erreicht durch eine Erhitzung der Produkte bei erhöhtem Druck in flüssiger Phase. Die nachfolgende Destillation wird mit Hilfe von Spülgas unter Atmosphären-Druck ausgeführt und dient lediglich dazu, die höchst siedenden bzw. asphalt- und festhaltigen Teile in Form von Pech abzutrennen.

Durch die Druckerhitzung von Erdölen werden folgende chemische Veränderungen verursacht:

- 1.) Die Menge des Propanasphalts wird vermindert.
- 2.) Die Menge der s- bzw. n-Asphalte wird vermehrt.
- 3.) Es tritt eine geringe Festeneubildung (Koks) auf.
- 4.) Der Vakuumrückstand $> 325^{\circ}$ wird vermindert.
- 5.) Die Anteile zwischen 350° (760 mm) und 325° (12 mm) = ca 470° (760 mm) nehmen zu.
- 6.) Die Anteile zwischen 325° und 350° (760 mm) bleiben ungefähr gleich bzw. werden bei Anwendung schärferer Bedingungen sogar vermindert.
- 7.) Es tritt eine Zunahme der Anteile bis 325° ein.
- 8.) Die auftretende Vergasung liegt in der Größe e

ordnung von 1 %. Das Gas kann bis 10 % Wasserstoff enthalten.

Aus diesen Ergebnissen kann man sich über den Verlauf des Prozesses folgendes Bild machen. Primär erfolgt wohl eine Entquellung der Asphalte. Ein Teil der höheren Asphalte wird weiter polymerisiert und geht teilweise in Koks über. Die mittleren Asphalte werden in Öl verwandelt. Die höchst siedenden Ölanteile werden, wie auch Schmieröluntersuchungen zeigten,¹⁾ in ihrer Viskosität gebrochen und teilweise heruntergespalten. Es entstehen daraus im wesentlichen Schweröl und hochsiedendes Mittelöl, sowie auch Anteile unter 325°. Der Wasserstoffgehalt des auftretenden Gases deutet einen milden Crackprozess an.

Die Druckdestillation kann also einerseits verglichen werden mit einem verschärften Visbreaker-Prozess, sowie mit einem milden Crackprozess, andererseits liegt ein Vergleich mit der Sumpfphase bei der Hydrierung von Erdölen sehr nahe. Bei der Sumpfphase müssen infolge der Aufheizung der Öle unter Druck ja abgesehen von der Wasserstoffeinwirkung auch notwendigerweise alle Effekte der Druckerhitzung auftreten. Der bei der Druckdestillation verwendete Kontakt wurde primär aus der Überlegung zugesetzt, dass der Kontakt die zur Verkokung neigenden höchsten Asphalte adsorbieren und damit ein Ansetzen derselben an den heißen Rohrwänden verhindern sollte. Doch kann im Hinblick auf die Erfahrungen beim katalytischen Cracken einerseits und auf die Kontaktwirkung bei der Sumpfphase andererseits auch eine Lenkung der Reaktion durch den zugesetzten Kontakt erwartet werden. Von dem bei der Druckdestillation zu verwendenden Kontakt muss eine Lenkung der Reaktion in dem Sinne verlangt werden

1) 7. Stellung, Rank v. 24.XII.40 Nr. 170811

dass, bei einer möglichst geringen Bildung von Koks und hohen Asphalten der Vakuumrückstand (Fropandasphalt) des Öles möglichst weitgehend verringert wird, ohne dass dabei grössere Mengen von niedrig siedenden Anteilen (unter 200°) entstehen.

Es wurden zu diesem Zweck in Bomben-Versuchen die Eignung verschiedener Kontakte in dieser Hinsicht untersucht. Dabei wurden aus den oben angeführten Erwägungen sowohl bekannte Krackkontakte, wie auch bekannte Sumpfhase-Kontakte in Betracht gezogen. Aus den Resultaten der diskontinuierlichen Bomben-Versuche kann auf das Verhalten der untersuchten Katalysatoren bei der kontinuierlich arbeitenden Druckdestillation geschlossen werden. In der anliegenden Tabelle werden vorläufige Ergebnisse mit einer Reihe von Kontakten aufgeführt. Die Wirkung der Kontakte wurde dabei durch folgende Zahlen charakterisiert:

- 1.) Festeneubildung bei der Druckerhitzung bezogen auf im Öl eingehenden Vakuumrückstand $> 325^{\circ}$.
- 2.) Nach der Druckerhitzung im Öl noch vorhandener Vakuumrückstand auszüglich Festeneubildung.
- 3.) s-Asphaltneubildung bezogen auf vor der Druckerhitzung vorhandenen s-Asphalt.

Der Kontakt ist umso besser, je kleiner gleichzeitig die 3 genannten Grössen werden.

Die Versuche wurden mit -200° gestripptem Reitbrooköl durchgeführt, von welchem kontinuierliche Druckdestillationsversuche bekannt sind; die Kontakte wurden in feingemahlener Form zugegeben.

Die in der Tabelle aufgeführten Versuche sind sämtlich bei 429° ausgeführt und deshalb vergleichbar. Die Bedingungen wurden so gewählt, dass keine oder nur geringe Kokeausscheidung aus dem druckerhitzten Produkt stattfand.

Spalte 1: Wird ohne Anwendung von Kontakt druckerhitzt, so bleibt bei einer Festeneubildung von 2,9 % auf eingehenden Vakuumrückstand 50,3 % Restvakuumrückstand übrig. Die Asphaltneubildung beträgt 147 %.

Spalte 2: Bei Anwendung von 1 % Generatorstaub Me wird gegen die reine Druckerhitzung ohne Kontakt keine Ausbesserung erreicht. Dies entspricht den Ergebnissen eines kontinuierlichen Druckdestillationsversuches mit Braunkohlenteer ¹⁾ welcher aber andererseits zeigte, dass die Anwesenheit von Kontakt notwendig ist, um Verstopfungen im Entspannungsventil zu verhindern.

Spalte 3: Bei Zusatz von 5 % Generatorstaub wird im Vergleich zum Versuch ohne Kontakt bei höherer Festeneubildung von 6,5 % der Vakuumrückstand auf 45,2 % vermindert und auch etwas weniger Asphalt neugebildet.

Abschliessend kann über die Verwendung von Generatorstaub als Katalysator gesagt werden, dass kein wesentlicher Einfluss auf den Reaktionsablauf stattfindet.

Spalte 4 und Spalte 5: Die bei der Sumpfphase von Erdöl- und Teerrückständen gebräuchlichen Kontakte Grude-Eisen-Titan und Grude-Molybdän bieten bei der Druckerhitzung in Abwesenheit von Wasserstoff keinen wesentlichen Vorteil gegenüber der Verwendung des Kontaktträgers allein.

Spalte 6 und Spalte 7: Zusatz von 5 % aktivierter Grude verglichen mit dem Versuch ohne Kontakt (Spalte 1) zeigt bei gleicher Temperatur und Verweilzeit (Spalte 6) bei etwa 3 mal so grosser Festeneubildung einen starken Effekt im Abbau des Vakuumrückstandes (Restvak. Rückstand nur mehr 34,6 %), auch wird verhältnismässig wenig n-Asphalt neugebildet. Bei Herabsetzung der

1) siehe Zus.Stell. Bank v. 24.XI.40 Nr. 168471

der Verweilzeit auf die Hälfte (Spalte 7) ist die Festeneubildung mit 7,5 % noch immer sehr hoch, während gegenüber dem Versuch ohne Kontakt der Abbau des Vakuumrückstandes und die Asphaltneubildung keine wesentlichen Vorteile bringt. Bei Verwendung von aktivierter Grude als Kontakt kann die Verweilzeit in der Erhitzungszone verkürzt werden, doch ist erhöhte Koksbildung zu erwarten.

Spalte 8. Ein Versuch mit 5 % Petrolkoks zeigte gegen das Fahren ohne Kontakt bei gleicher Verweilzeit und Temperatur einen geringen Vorteil bezüglich Festeneubildung.

Spalte 9. Zusatz von 5 % A-Kohle-Chrom-Vanadin-Kontakt (Aromatisierungskontakt) gab bei etwas höherer Koksbildung eine Abnahme des Vakuumrückstandes auf 42 %.

Spalte 10. Bei der Anwendung von 5 % aktivierter Holzkohle zeigte sich ein deutlicher Kontakteffekt. Gegen den Versuch ohne Kontakt wurde bei halber Verweilzeit und gleicher Festeneubildung der Vakuumrückstand stärker abgebaut (47 % Restvak. Rückstand) und gleichzeitig betrug die Asphaltneubildung nur etwa ein Drittel wie beim Fahren ohne Kontakt.

Spalte 11 und Spalte 12. Bei Verwendung von 5 % Terrane als Kontakt kann die Verweilzeit verkürzt werden, es ist jedoch keine Verbesserung des Abbaues des Vakuumrückstandes zu erwarten.

Spalte 13. 5 % Bauxit-Zusatz erlaubt bei ungefähr gleichem Effekt wie beim Fahren ohne Kontakt, die notwendige Verweilzeit auf etwa die Hälfte herabzusetzen.

Spalte 14, 15 und 16. Das beim katalytischen Cracken verwendete synthetisch hergestellte Aluminiumsilikat wurde in 2 Formen verwendet, bei der Herstellung langsam erhitzt und schnell erhitzt. Wie beim katalytischen Cracken erwies sich der schnell erhitzte Kontakt als aktiver. Er gibt schon bei halber Verweilzeit bei nicht erheblich höherer Festeneubildung eine Verbesserung

im Abbau des Vakuumrückstandes und eine Verminderung der
Asphaltneubildung gegenüber dem Versuch ohne Kontakt.

Die Kontaktprüfung wird fortgesetzt.

Gemeinsam mit:

Dr. Krönig
Dr. Schiffmann

Spalte	1	2	3	28	5	6	7
Öl	Reitbrook-Rohöl, estrip t -						
Art des Kontaktes	ohne	Braun- kohlen Genera- tor Staub Me (5998 Ch 12)	=	Grude -Eisen -Titan (7509 b Ch 12)	Grud Moly dän (547 Ch 1)	-	akti- vierte Grude (5978 Ch 16)
Menge des Kontaktes %	0	1	5	5	5	5	5
Temperatur	429°	429°	429°	429°	429°	429°	429°
Verweilzeit Minuten	20	20	20	20	20	20	20
erreichter Höchstdruck atm	90	55	98	95	70	16	16
auf einge- henden Vakuarrückst.	% Festeneubil- dung	2,9	1,4	6,5	5,0	4,5	8,3
	% Rest-Vakuum- rückst. + Festeneubildung	50,3	55,0	45,2	46,1	45,7	34,5
auf eingehen- den n-Asphalt	% n-Asphalt- neubildung	147	162	135	130	155	94
Versuchsnummer	II/ 906 II/ 918	II/ 935	II/ 900	II/ 929	II/ 932	II/ 925	II/ 932

INDEX

8. Bilanz für L-Benzin aus Braunkohlenteer über
300 atm. Hydrierung und katalytisches Cracken
auf L-Benzin.
Balance for L-gasoline from brown coal
tar via 300 atmosphere hydrogenation
and catalytic cracking for gasoline.

Frame Nos. 29 - 30

⑨ Milens für L-Benzin

aus Braunkohlenteer über 300 atm Hydrierung
und katalytisches Cracken auf L-Benzin.

(Vgl. Stellung Dr. Free, Grundlage f. Verarbeitungsgang vor 15.7.)

1 000 kg mitteldeutscher Braunkohlenteer + Leichtöl
100 kg Abschlämms-Rückführung (40% -325°, 85,0/12)
1 200 kg

300 atm Heißwasser 24 MV
4 500 cbm Kreislaufgas und Kaltgas

170 kg Abschlämms $\left\{ \begin{array}{l} 70 \\ 200 \end{array} \right.$ [85/11,0]

930 kg Destillat
070 kg Cracköl (14,8)

1 000 kg Gesamt in Kontakttöfen

K 0370, Temp. 17-23 MV, Vergasung 2,5

Gesamtdurchsatz 1,2 auf Kontakt = 1,5 cbm Katvol.
H₂-Verbrauch

30 kg O vergast [25,0] chem. 450 cbm 150/705/8 Torr

1 722 kg Abstreifer Verl. 29

9 kg Dest. Verl. Sol. 49

Sol. 980

150 kg Benzin -170° Ap. 50, Öl. 50 [16,0]

1 329 kg Mittelöl 170-325° Ap. 70 (davon 855 kg aus Crack-H₂O)

262 kg Schweröl > 325° Ap. 90 [15,6] 470 kg H₂-H₂O [15,8]

↓ K.K.

92 kg B1 -170°, Jz. 73/90 → NaOH-Wäsche → 91 kg raff. B1

19 kg Gas (38% C₄, 3% n C₄, 17% C₄H₈, 15% C₃H₈, 20% C₂H₆)

0 kg Koko

112 kg C-H₂O 170-325°, Ap. 70 (Hydr. Ap. 75)

1 305 kg H₂O

↓ K.K.

310 kg Benzin, Jz. 21, Oz. 75/92 → NaOH-Wäsche → 306 kg raff. B1

115 kg Gas (38% C₄, 4% n C₄, 16% C₄H₈, 11% C₃H₈, 7% C₂H₆)

10 kg Koko

712 kg C-H₂O 170-325°, Ap. 62 (Hydr. Ap. 72)

772
(162)
1094

111
407
700
211

1150

Abgas-Zuschrift (95%)

Hy-Abgas		$0,6 \cdot 10^6$ WSt/tonne Teer
Wackgas $195 \cdot 0,95 = 184$ kg		
(ca. 40% Olefine)	10900 WSt	$= 2,6 \cdot 10^6$ WSt/tonne Teer
	Sum.	$2,6 \cdot 10^6$ WSt/tonne Teer

Berechnung der Benzinqualität

170 kg Hy-Benzin	JZ. 1	OB. 58/78
91 kg III B1 aus Schweröl	JZ. 35	OB. 75/90
306 kg " " " Mittelöl	JZ. 21	OB. 75/92
<hr/>		
667 kg Gesamt-I-III	JZ. 19	OB. 71/89.

Dr. H. Donsth

V. S. ... um Katalytischen Kernen.
Catalytic cracking (appraisal of solid
and fluid catalysts).

Frame Nos. 32 - 34

Ein Katalytisches Krackere

Anlagenkosten:

Fest angeordneter Kontakt:

Versuchsanlage für 200-250 kg/Std.
Durchsatz

800 000.- RM mit Dest.

Staubkontakt:

Versuchsanlage für rd. 200-250 kg/Std.
Durchsatz

550 000.- RM ohne Dest.

Im Großen dürfte (nach Ansicht von Herrn Dipl.-Ing. Kummel) die Staubanlage etwas billiger werden als die mit festem Kontakt, da in der Staubversuchsanlage s.T. schon grobtechnische Apparate eingebaut sind.

Kontakte:

Die Staubkontakt-Versuche wurden mit dem in grobem Mengen vorhandenen 6108 durchgeführt (= Ferran, unbehandelt). In Bericht Dr. Kommandacher sind die Ergebnisse mit diesem gleichen Kontakt in Staubform und fest angeordnet verglichen, wobei sich eine deutliche Überlegenheit des Staubkontaktes ergab; in Bericht Dr. Frey werden die Ergebnisse mit Staubkontakt 6108 verglichen mit dem besten Krackkontakt 6752 (synthetisches Al-Silikat). Es ergibt sich dann bei den verschiedenen Kontakten

- | | |
|------------------------------|--|
| a) für wasserstoffreiche Öle | gleicher Umsatz, gleiche Produktverteilung, gleiche Ausbeute; mit festem Kontakt geringere Jedmal. |
| b) für wasserstoffarme Öle | ähnlich (die Ergebnisse mit dem festen Kontakt günstiger zu liegen, doch sind hier noch Vergleiche nötig). |
| c) für schwere Öle | schien noch die Vergleichsversuche mit festem Kontakt. Bei Anwendung des 6108 war der Staubkontakt bei der angestrebten Fahrweise besonders stark überlegen. |

Versuche mit Staubkontakt 6752 sind noch in Gange und werden aller Wahrscheinlichkeit nach bessere Ergebnisse liefern als der bisher angewandte 6108.

Vergleich zwischen festangeregnetem Al-Silikat und staubförmiger Terrana
als katalytischer Katalysator

In den folgenden zwei Tabellen sind die Ergebnisse aufgeführt die bei der Verarbeitung von paraffinbasischem und gemischtbasischem Erdöl über festangeregneten synthetischen Aluminiumsilikatkontakt (Tabelle 1) und mit staubförmiger Terrana erhalten werden. (nach Bericht von Dr. Fr. vom 24.6.43 und von Dr. Donath/Se vom 25.6.43)

Der Vergleich der beiden Tabellen zeigt, daß bei der Verarbeitung von paraffinbasischem Erdöl praktisch die gleichen Ergebnisse (auch hinsichtlich der Viskosität der Benzine) erhalten werden, während bei der Verarbeitung von gemischtbasischem Erdöl festangeregnetes Aluminiumsilikat etwas besseren Umsatz und etwas geringere Gas- + Koksbildung als staubförmige Terrana liefert.

Ein Vergleich von festangeregnetem und staubförmigem Al-Silikat liegt noch nicht vor. Es sei jedoch darauf hingewiesen, daß der entsprechende Vergleich zwischen festangeregnetem und staubförmiger Terrana einen Vorteil der Staub-Fahrweise ergab.

2/16/43

Arbeitsweise: Leitangor Meter Kontakt 6752 (Al-Silikat)

Temperatur: 420°C

Zyklus: 15 min bei Durchsatz 0,5 kg/L x Std.

Ausgangsmaterial	Gasöl aus fraktionaler Kolöl	Gasöl aus Reitbrocker Kolöl	Gasöl aus Kolöl
Ausgangsmaterial:			
Gas % Benzol - 165 ¹⁾	35,0	29,0	36,0
Gas % Benzol - 180 ²⁾	44,0	37,0	44,0
Gasöl	42,2	35,1	38,7
H ₁ C ₃ C ₂	1,0	1,0	1,1
C ₃ C ₄ 3)	3,3	4,9	8,2
Koks	4,5	2,0	8,0
% Gas + Koks / Benzol - 180 ²⁾	23,9	17,6	28,2
Benzol - 180 ²⁾			
% - 100°	13,5	38	40,5
Jodsahl	21,0	26,8	ca 30
% Aromaten	ca 26	26,0	30
Oktanahl M M.	74,0	74,5	77,2
Gasöl:			
Anilinpunkt	51	58	31,0

1) C₄-frei

2) mit ca 5 Gew % Butan bezogen auf Benzol - 180°

3) ohne das in Benzol befindliche Butan

Arbeitsweise: Standardmäßiger Kontakt (Torrana)

Anfangsmaterial	Gasöl aus Bridgwater Rohöl	Gasöl aus Walthamstow Rohöl
Ausbeuten:		
Gew. Benzol - 185° ¹⁾	33	32
Benzin - 180° ²⁾	41,0	38
Gasöl	52,5	44,4
" 2 0 1 0 2	1,0	1,6
" 3 0 4	5,0	7,0
Koks	2,5	3,0
Gas + Koks bei -180° + Gas + Koks	17,2	31,5
Benzin - 180° ²⁾		
" - 200°	21,40	53
Jodsahl	26	47
% Aromaten	20	27
Oktansahl H H	73	78
Gasöl		
Siedepunkt	54	30

1) C₄-frei

2) mit ca. 5 Gew. % Naphthalin bezogen auf Benzol - 180°

3) ohne das in Benzol befindliche Naphthalin

10. Krackversuche mit Si-Al-Katalysator (K 6752)
im 50 Liter-Ofen und Vergleich der Ergebnisse
mit der K 6108 Staub-Fahrweise.

Cracking experiments with Si-Al-catalysts
(K-6752) in a 50 liter furnace and
comparison of the results with the K 6108
fluid catalyst process.

Frame Nos. 35 - 71

Bochum, 1933

1. 1933 Rechnung
 2. 1933 Rechnung
 3. 1933 Rechnung
 4. 1933 Rechnung
 5. 1933 Rechnung
 6. 1933 Rechnung
 7. 1933 Rechnung
 8. 1933 Rechnung
 9. 1933 Rechnung
 10. 1933 Rechnung
 11. 1933 Rechnung
 12. 1933 Rechnung
 13. 1933 Rechnung
 14. 1933 Rechnung
 15. 1933 Rechnung
 16. 1933 Rechnung
 17. 1933 Rechnung
 18. 1933 Rechnung
 19. 1933 Rechnung
 20. 1933 Rechnung
 21. 1933 Rechnung
 22. 1933 Rechnung
 23. 1933 Rechnung
 24. 1933 Rechnung
 25. 1933 Rechnung
 26. 1933 Rechnung
 27. 1933 Rechnung
 28. 1933 Rechnung
 29. 1933 Rechnung
 30. 1933 Rechnung
 31. 1933 Rechnung
 32. 1933 Rechnung
 33. 1933 Rechnung
 34. 1933 Rechnung
 35. 1933 Rechnung
 36. 1933 Rechnung
 37. 1933 Rechnung
 38. 1933 Rechnung
 39. 1933 Rechnung
 40. 1933 Rechnung
 41. 1933 Rechnung
 42. 1933 Rechnung
 43. 1933 Rechnung
 44. 1933 Rechnung
 45. 1933 Rechnung
 46. 1933 Rechnung
 47. 1933 Rechnung
 48. 1933 Rechnung
 49. 1933 Rechnung
 50. 1933 Rechnung
 51. 1933 Rechnung
 52. 1933 Rechnung
 53. 1933 Rechnung
 54. 1933 Rechnung
 55. 1933 Rechnung
 56. 1933 Rechnung
 57. 1933 Rechnung
 58. 1933 Rechnung
 59. 1933 Rechnung
 60. 1933 Rechnung
 61. 1933 Rechnung
 62. 1933 Rechnung
 63. 1933 Rechnung
 64. 1933 Rechnung
 65. 1933 Rechnung
 66. 1933 Rechnung
 67. 1933 Rechnung
 68. 1933 Rechnung
 69. 1933 Rechnung
 70. 1933 Rechnung
 71. 1933 Rechnung
 72. 1933 Rechnung
 73. 1933 Rechnung
 74. 1933 Rechnung
 75. 1933 Rechnung
 76. 1933 Rechnung
 77. 1933 Rechnung
 78. 1933 Rechnung
 79. 1933 Rechnung
 80. 1933 Rechnung
 81. 1933 Rechnung
 82. 1933 Rechnung
 83. 1933 Rechnung
 84. 1933 Rechnung
 85. 1933 Rechnung
 86. 1933 Rechnung
 87. 1933 Rechnung
 88. 1933 Rechnung
 89. 1933 Rechnung
 90. 1933 Rechnung
 91. 1933 Rechnung
 92. 1933 Rechnung
 93. 1933 Rechnung
 94. 1933 Rechnung
 95. 1933 Rechnung
 96. 1933 Rechnung
 97. 1933 Rechnung
 98. 1933 Rechnung
 99. 1933 Rechnung
 100. 1933 Rechnung

Unter
 Dr. Meier
 Dr. Feller
 Dr. D...

01 B 13

Kyso

... ..
... ..
... ..
... ..
... ..

X 6732-

0
0
0
0
0
0

Diese Öle entsprechen in ihrer Beschaffenheit ziemlich genau den auch für die Staubkontaktversuche benutzten, sodaß die Ergebnisse in dieser Hinsicht ohne weiteres vergleichbar sind.

Unterschiede der Verfahren:

Abgesehen von kleineren Unterschieden in der Fahrtemperatur (beim Staubkatalysator wird meistens mit höherer Temperatur gefahren) und apparativ bedingten Verschiedenheiten bestehen die Hauptunterschiede

- a) in der Verweilzeit des Katalysators im Öldampf
- b) im Verhältnis von Ölmenge: Katalysatormenge/Zeiteinheit

Ad a) Beim Staubverfahren ist die Verweilzeit von Öl und Katalysator im Krackraum gleich; sie hängt ab von der Geschwindigkeit des Gas-Staubstromes und dem Volumen des Krackraumes. Die Verweilzeit ist bei einer gegebenen Größe des Krackraumes nach unten begrenzt durch den an der engsten Stelle der Apparatur (Krackschlange) sich einstellenden Leitungswiderstand oder durch Verminderung des Umsatzes unter eine bestimmte noch wirtschaftliche Höhe. Nach oben ist ihr durch die Fallgeschwindigkeit des Katalysatorstaubs und durch evtl. Überkrackung eine Grenze gesetzt. In der Praxis arbeitet man mit Verweilzeiten des Staub-Dampfgemisches im Krackraum von < 1 Minute.

Die Länge der als Krackzyklus bezeichneten Periode beträgt also bei der Staubfahrweise nur Bruchteile von Minuten. Das Verfahren müßte daher am vorteilhaftesten mit Katalysatoren hoher Anfangsaktivität und -selektivität, die natürlich ohne Aktivitätseinbuße regenerierbar sein müßten, arbeiten.

Reaktionen, die bei der vorhandenen Temperatur und Katalysatorkonzentration zu ihrem Ablauf mehr Zeit als etwa 1 Minute erfordern, oder die nur durch einen länger als etwa 1 Minute im Reaktionsraum vorhanden gewesenen Katalysator (Kokawirkung) ausgelöst werden, können demnach beim Staubverfahren nicht auftreten. (Produktunterschiede!)

Beim Fahren über fest angeordneten Katalysator bleibt der Katalysator 10 bis 60 Minuten (evtl. noch länger) im Öldampf, bei einer Verweilzeit des Öldampfes im Krackraum von ca. 10 bis 150 Sek. Der Katalysator muß also hier bei z.B. 15 Minuten-Zyklen und einer Verweilzeit des Öldampfes im Krackraum von 30 Sek. (entsprechend einem Öldurchsatz von 0,5 Vol/Vol/Std. bei 420°C) bei gleicher Leistung die 30 fache Menge Öl umsetzen gegenüber der Staubfahrweise mit 30 Sek. Verweilzeit.

Unter der - wohl ziemlich richtigen - Voraussetzung, daß die praktisch erreichbaren Umsätze bei beiden Verfahren gleich sind, erfordert daher die Fahrweise mit fest angeordnetem Kontakt Katalysatoren hoher Daueraktivität und -selektivität. Es ist also durchaus nicht gesagt, daß ein für die eine Fahrweise bewährter Katalysator auch für die andere gut ist.

Ad b) Beim Staubverfahren verhält sich die im Crackraum (s. 11) vorhandene Ölmenge zur Katalysatormenge verhältnismäßig etwa wie 1:2 bis 1:20 (gewichtsmäßig), d.h. die Katalysatorkonzentration ist relativ klein. Beim Fahren über fest angeordneten Kontakt ist dies Verhältnis ganz anders. Beispielsweise bei einem 50 Liter-Ofen ca. 31 kg Katalysator (Schuttgewicht = 0,12). Bei Durchsatz 1 Vol/Vol/Std. verhält sich die in 10 Sek. durchgesetzte Ölmenge (D = 0,820) (entsprechend einer Verweilzeit beim Staubverfahren von 10 Sek.) zur gleichzeitig vorhandenen Katalysatormenge wie 1:272. Die Katalysatorkonzentration im Crackraum wäre demnach hier ca. 14 bis 140 mal höher.

Unter gleichen Verhältnissen würde bei 30 Sek. / Zyklus (entsprechend einer Verweilzeit beim Staubverfahren von 30 Sek.) das Konzentrationsverhältnis ca. 1:90 betragen.

Während beim Staubverfahren über beispielsweise alle 10 bis 30 Sek. frischer Katalysator in den Crackraum gelangt, geschieht dies bei fest angeordnetem Kontakt erst alle 15 - 60 Min. (900-3600 Sek.). Die Zyklusdauer bei fest angeordnetem Kontakt ist also 30 bis 360 mal länger, d.h. aber, daß fest angeordnete Katalysatoren, auf gleiche Öl : Katalysatorkonzentration bezogen, aktiver sein müssen als staubförmig verwendbare, wenn beide Verfahren bei gleicher Temperatur und gleichem Durchsatz den gleichen Umsatz geben sollen, denn 14 - 140 mal höhere Katalysatorkonzentration erlaubt 30 - 360 mal längere Zyklen oder das Verhältnis der Katalysatoraktivitäten ist ca. 1:2,15 bis 1:2,60, wobei vorausgesetzt ist, daß das Verhältnis Spitzen- / Daueraktivität bei beiden Katalysatoren gleich ist.

1.) Versuche mit Reithrook Gasöl (P 1338) 193 - 350°C.

a) Einfluß der Temperatur

Temperatur	P 1338		K 6752	
	Du = 0,5 Vol/Vol/Std.		15 Min. Zyklusdauer	
	Gew. % Mittelölumsatz	Gew. % ^{x)} Benzin - 180°	Gew. % ^{xx)} Bi-165 (stab.)	
420°	54,5	39,8	31,6	
450°	47,0	31,4	28,5	
Du = 0,5 Vol/Vol/Std.		30 Min. Zyklusdauer		
420°	41,0	32,0	26,9	
450°	43,2	35,2	28,6	

x) Gew. % Bi - 180° = siederechtes Auto-Benzin (39% -100°C) von richtigem Dampfdruck bezogen auf Einspritzung

xx) Gew. % Benzin - 165° = C₄-freies Benzin bezogen auf Einspritzung

Auffallenderweise sinken Mittelölumsatz und % Benzol bis 180° und 165° bei Steigerung der Kracktemperatur von 420° auf 450° C in 15 Minuten Zyklen. Da bei 420° die Koksmenge (als Differenz bestimmt) 8,2 %, bei 450° aber nur 5,8 % betrug, wäre bei 420° ein Verlust an Rückstandsmittelöl denkbar. In einem solchen Fall würden aber die bei 420° erhaltenen % Benzol noch weiter ansteigen. Wenn keine Versuchsfehler vorliegen, müßte ein Umsatzminimum durchlaufen werden. Bei 30 Minuten Zyklen steigen sowohl Mittelölumsatz wie % Benzol mit der Kracktemperatur an (s. Kurvenblatt 1).

b) Einfluß des Durchsatzes (Verweilzeit)^{x)}

P 338

K 6752

420°

15 Minuten

Da (Verw. Zt.)	% Mittelöl-umsatz	% Bi -180°	% Bi -165° (stab.)
0,2 (76 Sek.)	60,5	43,3	36,0
0,5 (30,5 Sek.)	54,5	39,8	31,6
1,0 (15 Sek.)	35,0	27,5	21,2
<u>420° 30 Minuten</u>			
0,5 (30,5 Sek.)	41,0	32,0	26,9
1,0 (15 Sek.)	26,6	23,5	17,2

Durchsatzhöhung, entsprechend Verringerung der Verweilzeit der Öldämpfe im Krackraum führt bei 15 und 30 Minuten Zyklen zu Umsatzverringierungen und Abnahme der Benzinausbeuten entsprechend Kurvenblatt 2 und 2 a.

^{x)} Berechnet nach:

$$\frac{273 \times \text{Kat. Vol. in cc} \times \text{Vers. Dauer in Sek.}}{\text{Vers. Temperatur in } ^\circ\text{K} \times \text{Öl (gasförm.) in Norm cc}} = \frac{\text{Sek.}}{\text{Kat. Raum}}$$

c) Einfluß der Zyklus-Länge

P 1338

6752

420°

D_u = 0,5

Dauer (Minuten)	Ø Mittelöl- umsatz	Ø Bi -180°	Ø Bi -165° (stab.)
15	54,3	39,8	31,6
30	41,0	32,0	26,9
60	34,3	28,4	21,7

420°

D_u = 1

15	35,0	27,4	21,2
30	26,6	23,5	17,2

450°

D_u = 0,5

15	47,0	34,4	28,5
30	43,2	35,2	28,6

Steigerung der Zyklus-Länge führt in allen Fällen zu Umsatz-
erniedrigung. Bei 450° und Durchsatz = 0,5 bleibt die Benzin-
ausbeute bei Übergang von 15 auf 30 Minuten Zyklen konstant.
In den anderen Fällen sinkt sie ab, entsprechend Kurvenblatt 3.

2.) Versuche mit Bruchsaler Gasöl (P 1203) 172 - 331°C

41

a) Einfluß der Temperatur

P 1203		K 6752	
Du = 0,5		15 Minuten	
Temperatur	% Mittelöl-umsatz	% Bi -180°	% Bi -165° (stab.)
400°	40,3	28,4	21,9
420°	39,6	32,4	21,5
440°	45,5	37,2	29,2

Temperatursteigerung von 400° auf 420° führt auch hier zu einer kleinen Umsatzverminderung. Die Ausbeute an 180er Benzin steigt dabei aber an. Die 165er Benzinsmenge wird kaum verändert. Weitere Temperaturerhöhung auf 440° führt zu stärkerem Umsatz und höheren Benzin-Ausbeuten. Bei geringerem Umsatz sind die Benzinausbeuten besser als bei Reitbrook Gasöl P 1338. (Kurvenblatt 4).

b) Einfluß des Durchsatzes (Verweilzeit)

P 1203		K 6752	
440°		15 Minuten	
Du (Verweil-Zt.)	% Mittelöl-umsatz	% Bi -185°	% Bi -165° (stab.)
0,3 (31 Sek.)	57,0	42,4	-
0,5 (30,5 Sek.)	45,5	37,2	29,2

Durchsatzernhöhung (Verkürzung der Verweilzeit) führt zu Absinken des Umsatzes und der Benzin-Ausbeute (Kurvenblatt 5, 5a).

Produktverteilung in Abhängigkeit von den Versuchsbedingungen.

a) Vom Umsatz (bei gleicher Temperatur)

Während mit zunehmender Bi-180°-Konzentration bei P 1338 die Flüssiggas- und Koks mengen stark ansteigen, nehmen die Trockengasmengen im Bereich kleiner Benzin-Konzentrationen (bis ca. 30 % Benzin) etwas zu. Bei Benzin-Konzentrationen über 30 % bleibt die Trockengasmenge gleich. (Kurvenblatt 6, 6a).

Bi-Konz. -180°	% Öl Umsatz	Trocken-gas	Flüssig-gas	Koks	Benzin 180°	Benzin 165°	Tro. Gas+ Koks/Bi (180°) + Fl. Gas+	Gesamt-Gas + Koks Bi -180°
24 %	26,6	0,3	1,8	1,0	23,5	17,2	4,9%	11,6%
29,8 %	34,3	0,5	2,7	2,7	28,4	21,7	9,4%	17,2%
33,8 %	41,0	1,2	3,4	4,4	32,0	26,9	13,6%	22,0%
46 %	54,5	0,8	5,7	8,2	39,8	31,6	16,5%	27,0%
50,8 %	60,5	1,1	8,2	7,9	43,3	36,0	14,9%	28,4%

Die verschiedenen Umsätze bei gleicher Krucktemperatur wurden durch Variation des Durchsatzes (von 0,2 bis 1,0) und der Zyklus-Länge (von 15 bis 60 Minuten) erhalten.

Für P 1203 gilt bei Benzinkonzentrationen zwischen 40 und 50 % das für P 1338 gefundene Verhalten ebenfalls. Gefahren wurde hier in 15 Minuten Zyklen bei Durchsatz = 0,5 bzw. 0,3.

P 1203		440°			K 6752			
Bi-Konz. -180°	% Öl Umsatz	Trocken-gas	Flüssig-gas	Koks	Benzin 180°	Benzin 165°	Tro. Gas+ Koks/Bi (180°) + Fl. Gas+	Gesamt-Gas+Koks Bi -180°
39,7 %	45,5	1,0	4,9	2,4	37,2	29,2	7,5 %	18,3 %
42,8 %	57,0	1,0	8,3	5,3	42,3	-	11,2 %	25,7 %

b) von der Temperatur (Kurvenblatt 7, 7a)

Steigende Temperatur führt (bezogen auf gleichen Umsatz) bei P 1338 zu einer nur geringen Zunahme des Trockengases, jedoch zu starker Zunahme des Flüssiggasanteils. Die Koksmenge nimmt mit Steigerung der Kracktemperatur beträchtlich ab.

P 1338 $D_1 = 0,5$ 30 Minuten K 6752

Temperatur	% M'Öl Umsatz	Trockengas	Flüssiggas	Koks	Benzin 180°	Benzin -165°	Tr. Gas + Koks/Bi (180°) + Fl. Gas +	Gesamt-Gas + Koks/Bi (180°)
420°	41 %	1,2 %	3,4 %	4,4 %	32,0	26,9	13,6 %	22,0 %
450°	43,2 %	1,3 %	4,7 %	2,0 %	35,2	28,6	7,7 %	18,5 %

Für P 1203 gilt (auf gleichen Umsatz bezogen) etwa dasselbe wie für P 1338.

P 1203 $D_1 = 0,5$ 15 Minuten K 6752

Temperatur	% M'Öl Umsatz	Trockengas	Flüssiggas	Koks	Benzin -180°	Benzin -165°	Tr. Gas + Koks/Bi (180°) + Fl. Gas +	Gesamt-Gas + Koks/Bi (180°)
420°	39,6	0,4	2,2	4,6	32,4	21,5	12,6 %	18,2 %
440°	45,5	1,0	4,9	2,4	37,2	29,2	7,5 %	18,2 %

Produktionsqualität in Abhängigkeit von den Versuchsbedingungen.

a) von Umsatz (bei gleicher Temperatur) (Kurvenblatt 8)

P 1338 420° K 6752

Bi-Erzs. -180°	M'Öl Umsatz	Benzin -165° (C.-frei)				Benzin -180° (stab.)			b-M'Öl 18 A.P.
		% -70	% -100	Jod-Z. 0.2.	% -100	Jod-Z. 0.2.	Jod-Z. 0.2.		
24,0	26,6	9,5	41,5	57,8	73,5	36,0	67,2	74,5	52,5°
29,6	34,3	10,5	40,5	48,2	75	38,0	50,2	76,0	48°
33,8	41,0	11,0	43,5	51,99	75,5	43,0	34,6	77,5	42,5°
46,0	54,5	17,0	46,0	19,6	77,5	42,5	57,6?	79,3	36,5°
50,8	60,5	21,0	49,5	16,1	76	40,5	34,3?	77,2	31°

Mit steigendem Benzin- (180°)-Konzentration wächst die Flüchtigkeit der 165° Benzine aus P 1338. Die 180° Benzine nehmen bei Konzentrationen über 40 % in der Flüchtigkeit wieder etwas ab.

Die Jod-Zahlen beider Benzine nehmen mit steigendem Umsatz anfänglich stark, dann schwächer ab. (Die drei mit ? bezeichneten Werte sind offenbar Fehlbestimmungen). Die C₄-freien 165° Benzine haben niedrigere Jod-Zahlen als die 180° Benzine.

Die Oktan-Zahl erreicht bei etwa 55 % Mittelmöhlumsatz ein Maximum.

Der Anilinpunkt des Krack-b-Mittelöls fällt mit steigendem Umsatz.

Benzin-Zusammensetzung

Di-Konz. -180°	Mittel Umsatz	Benzin -165° (C ₄ -frei)				Benzin -180° (stab.)			
		% Paraf- fin	% Naph- then	% Aro- maten	% Ole- fin	% Paraf- fin	% Naph- then	% Aro- maten	% Olefin
24,0	26,6	52,5	15,5	26,0	6,0	53,5	13,5	27,5	5,5
29,8	34,3	49,5	18,5	35,0	7,0	54,0	14,5	27,0	4,5
33,8	41,0	54,0	18,0	24,0	4,0	54,0	13,5	26,0	6,5
50,8	60,5	51,5	17,0	24,5	7,0	50,0	15,0	28,0	7,0

Die Zusammensetzung der bei gleicher Temperatur aus P 1338 erhaltenen Benzine ist vom Umsatz nahezu unabhängig. Dies gilt ganz besonders hinsichtlich des Aromatengehaltes.

P 1203

440°

IK 6752

Di-Konz. -180°	Mittel Umsatz	Benzin -165° (C ₄ -frei)				Benzin -180° (stab.)			b-Mittel >180° A.P.
		%-70°	%-100°	Jod-Z.	O.Z.	%-100°	Jod-Z.	O.Z.	
39,7	45,5	15,5	45,5	32,0	73	38,0	26,8	71,5	58,0
48,8	57,0	-	-	-	-	43,5	25,0	-	51,0

Bei P 1203 liegen für diesen Vergleich nur wenige brauchbare Zahlen vor, doch dürften hierin allgemeinen die gleichen Gesetzmäßigkeiten gelten wie bei P 1338. Die Jodzahl des 165°-Benzins ist hier höher als die des entsprechenden 180°-Benzins. Die Oktanzahl der Benzine liegt erheblich unter den P 1338-Benzinen.

b) von der Temperatur (Kurvenblatt 9)

P 1338

D₂ = 0,5

30 Minuten

K 6752

Temperatur	Mittel Umsatz	Benzin - 165° (G ₂ -frei)				Benzin - 180° (stab.)			b-Mittel >180° A.P.
		%-70	%-100	Jod-Z.	O.Z.	%-100	Jod-Z.	O.Z.	
420°	41%	11,0	43,5	51,99	75,5	43	34,6	77,5	42,5°
450°	43,2%	12,5	43,5	41,4	77,6	44	41,1	77,9	39°
		Benzin - 165°		Benzin - 180°					
		%Par.	%Naph.	%Arom.	%Olef.	%Par.	%Naph.	%Arom.	%Olef.
420°	41%	54,0	18,0	24,0	4,0	54,0	13,5	26,0	6,5
450°	43,2%	48,0	14,5	33,0	4,5	48,0	13,0	32,5	6,5

P 1203

D₂ = 0,5

15 Minuten

K 6752

Temperatur	Mittel Umsatz	Benzin - 165° (G ₂ -frei)				Benzin - 180° (stab.)			b-Mittel >180° A.P.
		%-70	%-100	Jod-Z.	O.Z.	%-100	Jod-Z.	O.Z.	
420°	39,6	14,5	44,0	23,1	71	36,0	21,8	75	62°
440°	45,5	15,5	45,5	32,0	73	38,0	26,8	71,5	60°
		Benzin - 165°				Benzin - 180°			
		%Par.	%Naph.	%Arom.	%Olef.	%Par.	%Naph.	%Arom.	%Olef.
420°	39,6	61,0	15,5	18,5	5,0	61,5	13,5	18,5	6,5
440°	45,5	56,5	12,5	24,0	7,0	57,5	8,5	26,0	8,0

Bei beiden Ölen wächst mit steigender Cracktemperatur Flüchtigkeit und Jod-Zahl der Benzine, ebenso (bis auf eine Ausnahme, bei der wohl Überschneidung der Benzin-Siedekurve mit der Siedekurve des Einspritzöls vorliegt) die Oktanzahl.

Eine weitere Folge der Temperaturerhöhung ist in allen Fällen ein starkes Ansteigen der Aromaten auf Kosten der Paraffine und Naphthene. (s.a. Ber. 19580 i Fr. v. 20.11.41).

Der Anilinpunkt des b-Mittelöls ändert sich auf gleichen Umsatz bezogen, kaum mit der Temperatur.

Gaszusammensetzung

a) in Abhängigkeit vom Umsatz (Kurvenblatt 10 und 11)

Die Zusammensetzung der gasförmigen Reaktionsprodukte wurde durch Podbielniak Analyse ermittelt. Die C₅- und höheren Kohlenwasserstoffe, die in geringer Menge im Gas vorhanden sind, wurden dem Benzin zugeschlagen und erscheinen in den folgenden Tabellen nicht.

P 1338

420°

K 6752

Bi-Konz. -180°	% H ₂	% CH ₄	% C ₂ H ₆	% C ₃ H ₈	% iC ₄ H ₁₀	% nC ₄ H ₁₀	% C ₂ H ₄	% C ₃ H ₆	% C ₄ H ₈	% Olef.
24 %	0,02	0,02	0,14	0,37	0,63	0,06	0,13	0,50	0,24	0,87
29,5%	0,05	0,05	0,25	0,45	1,18	0,09	0,17	0,60	0,31	1,08
33,5%	0,05	0,13	0,46	0,49	1,60	0,21	0,58	0,30	0,76	1,64
46,0%	0,08	0,06	0,44	1,12	3,05	0,17	0,26	0,87	0,37	1,50
50,9%	0,06	0,06	0,81	2,07	4,73	0,41	0,27	0,69	0,27	1,23

Das Verhältnis Trockengas : Flüssiggas bei den einzelnen Versuchsbedingungen geht bereits aus den Kurvenblättern 5, 6a und 7, 7a hervor. Die Trockengasmenge ist im Vergleich zum Flüssiggas gering.

Bei P 1338 (Kurvenblatt 10) steigt der Anteil der gesättigten Kohlenwasserstoffe (linke Seite des Blattes) mit Ausnahme von CH₄ mit steigendem Umsatz (Benzin 180°-Konzentration) an und zwar um so höher, je C-reicher diese Kohlenwasserstoffe sind (Ausnahme n-C₄H₁₀). Die H₂- und CH₄-Bildung ist in allen Fällen gering, sie beträgt meist weniger als 0,1%, bezogen auf Einspritzung. Den mengenmäßig größten Einzelanteil der Vergasung stellt das iC₄H₁₀ dar.

Die ungesättigten Kohlenwasserstoffe (rechte Seite des Blattes) durchlaufen bei steigendem Umsatz ein Maximum das bei etwa 35 % Benzin (180°)-Konzentration liegt. (Ausnahme: C₃H₆). Der Anteil der gesättigten Kohlenwasserstoffe ist erheblich größer als der der ungesättigten. Über die Mengenverhältnisse geben Tabelle und Kurvenblatt erschöpfende Auskunft.

P 1203

440°

K 6752

Bi-Konz. -180°	% H ₂	% CH ₄	% C ₂ H ₆	% C ₃ H ₈	% iC ₄ H ₁₀	% nC ₄ H ₁₀	% C ₂ H ₄	% C ₃ H ₆	% C ₄ H ₈	% Olef.
39,7	0,05	0,03	0,59	0,88	2,35	0,40	0,36	0,69	0,61	1,66
48,8	0,05	0,19	0,59	2,95	4,80		0,18	0,38	0,15	0,91

Für P 1203 liegen im Bereich niedriger Umsätze keine Werte vor. Bei Benzin (180°)-Konzentrationen zwischen 40 und 50 % herrschen ähnliche Verhältnisse wie bei P1338 (Ausnahme: CH₄), sodaß die Wahrscheinlichkeit besteht, daß im Bereich niedriger Konzentrationen ebenfalls ähnliche Verhältnisse gelten. (Kurvenblatt 11).

Tabelle und Kurvenblatt geben über die zahlenmäßigen Verhältnisse auch hier Auskunft.

b) in Abhängigkeit von der Temperatur (Kurvenblatt 12).

Die gesättigten Kohlenwasserstoffe und der H₂ der Gasung nehmen mit steigender Temperatur zu und zwar die höheren mehr als die niedrigmolekularen. Eine Ausnahme bildet iC₄H₁₀, dessen Menge sich bei P 1338-Spaltung bei Temperaturerhöhung von 420° auf 450° nicht steigert. Von den ungesättigten Kohlenwasserstoffen nimmt nur das C₃H₆ stark an Menge zu, während C₂H₄ und C₄H₈ mit Temperaturerhöhung abnehmen. Die C₃H₆-Zunahme ist aber erheblich größer als die Abnahme von C₂H₄ + C₄H₈, sodaß der Gesamtanteil an ungesättigten Gasen bei Erhöhung der Spalttemperatur von 420 auf 450° bei P 1338 von 1,64 % auf 2,23 % (bezogen auf eingespritztes Öl) ansteigt.

P 1338 ca. 34 % Benzin 180° a. Einspritz. K 6752

Temp.	Mil'81 Umsatz	% H ₂	%CH ₄	%C ₂ H ₆	%C ₃ H ₈	%iC ₄ H ₁₀	%nC ₄ H ₁₀	%C ₂ H ₄	%C ₃ H ₆	%C ₄ H ₈	%Olef.
420°	41%	0,05	0,13	0,46	0,49	1,60	0,21	0,58	0,30	0,76	1,64
450°	43,2%	0,08	0,15	0,60	1,02	1,60	0,32	0,44	1,19	0,60	2,23

Bei Verarbeitung von P 1203 steigert sich die Menge aller gasförmigen Reaktionsprodukte mit Erhöhung der Spalttemperatur von 420 auf 440° C. Am stärksten ist die Zunahme beim iC₄H₁₀.

P 1203 Da = 0,5 1/5 Minuten K 6752

Temp.	Mil'81 Umsatz	% H ₂	%CH ₄	%C ₂ H ₆	%C ₃ H ₈	%iC ₄ H ₁₀	%nC ₄ H ₁₀	%C ₂ H ₄	%C ₃ H ₆	%C ₄ H ₈	%Olef.
420°	39,6	0,02	0,01	0,21	0,51	0,95	0,12	0,14	0,43	0,18	0,75
440°	45,5	0,05	0,03	0,59	0,85	2,35	0,40	0,36	0,59	0,61	1,66

Vergleich Staubfahrweise (K 6108) gegen festangeordneten K 6752

1) Ausbeute bei vergleichbarer Umsatzen (Kursenblatt 13)

a) P 1338 Reitbrook Gasöl

Bei etwa gleichem Mittelölsatz ergeben sich für beide Verfahren folgende Ausbeuten an Benzin:

Verfahren	% Mittelöl Umsatz	Benzin -180°	Benzin -150° bzw. 165°
Staub (6108)	41,6	27,5	18,9
	51,5	31,7	22,7
Fest (6752)	41,0	32,0 (30,4)	26,9
	43,2	35,2 (33,4)	28,6
	54,5	39,8 (37,8)	31,6

b) P 1203 Bruchsaler Gasöl

Verfahren	Mittelöl Umsatz	Benzin -180°	Benzin -150° bzw. 165°
Staub (6108)	37,3	30,2	17,9
	42,4	33,1	20,5
	45,5	34,9	21,9
	45,8	36,1	23,2
	47,5	33,6	22,5
Fest (6752)	39,6	32,4 (30,8)	21,5
	40,3	28,4 (27,0)	21,9
	45,5	37,2 (35,3)	29,2
	57,0	42,4 (40,3)	-

Daneben gibt der festangeordnete K 6752 gegenüber dem staubförmigen K 6108 bei Verarbeitung von P 1338 Gasöl bei gleichem Mittelölsatz bessere Benzinausbeuten (-180°).

Berücksichtigt man, daß das 180° Benzin der Staubfahrweise C₁-frei, das vom K 6752 aber nur stabilisiert ist und noch ca. 5 % C₁ enthält, so muß man um exakt vergleichen zu können, diese C₁ Menge in Abrechnung bringen, wobei man die eingeklammerten Zahlen erhält. Auch dann ist der festangeordnete K 6752 noch im Vorteil.

Für P 1203 Gasöl ist ausbautemäßig kein nennenswerter Unterschied zwischen den beiden Verfahren vorhanden, wenn man die Zahlen für C₄-freies 180° Benzol vergleicht.

2) Produktverteilung bei vergleichbarem Umsatz.

a) P 1338 Gasöl

Verfahren	Mi'öl Umsatz	% Benzol -180°	% Trocken-gas	% Flüssig-gas	% Koks	fl. Gas + Koks / Bi (180°) + fl. Gas +	Ges. Gas + Koks / Benzol (180°) +
Staub (6108)	26,2	18,4	1,0	4,6	2,2	12,2	29,8
	52,1	32,0	1,9	8,8	9,4	21,7	38,6
	46,9	30,0	1,7	8,0	7,2	19,0	36,0
Fest (6752)	26,6	23,5 (22,3)	0,3	1,8	1,0	4,9	11,6
	54,5	39,8 (37,8)	0,8	5,7	8,2	16,6	27,0
	43,2	35,2 (33,4)	1,3	4,7	2,0	7,7	18,5

b) P 1203 Bruchsealer Gasöl

Staub (6108)	45,8	36,1	0,86	6,5	2,3	6,9	21,2
Fest (6752)	45,5	37,2 (35,3)	1,0	4,9	2,4	7,5	18,3

Fest angeordneter K 6752 gibt bei Verarbeitung von P 1338 Gasöl günstigere Produktverteilung als staubförmiger K 6108 (Kurveblatt 14). Bei P 1203 Gasöl sind zwischen den beiden Verfahren auch in der Produktverteilung bei vergleichbarem Umsatz keine ins Gewicht fallenden Unterschiede vorhanden. K 6752 gibt etwas weniger Flüssiggas anfall.

3.) Produktqualität bei vergleichbarem Umsatz.

a) P 1338 Gasöl

Verfahren	Mittelöl Umsatz	Benzine -150° x) bzw. -100° xx)	Jod-Z.	Oktan-Z.	b-Mi'öl >190° A.P.
Staub (6108)	39,9	-	57	77	41,0°
	52,1	-	65,5	77,3	37,5°
Fest (6752)	34,3	10,5	40,5	48,2	48,0°
	41,0	11,0	43,5	51,9°	42,5°
	54,5	17,0	46,0	19,6	77,5

x) % der Benzine vom Staubverfahren

xx) % der Benzine vom festangeordnetem K 6752

b) P 1203 Gasöl

Verfahren	Mittelöl Umsatz	Benzin (-150° x) bzw. 165° xx)				b-Mittelöl > 18 A.P.
		% -70°	% -100°	Jod-Z.	Oktan-Z.	
Staub (6108)	46,9	22	51	70	74,2	60°
Fest (6752)	45,5	15,5	45,5	32	73	60°

Die größten Unterschiede zwischen den beiden Verfahren liegen offensichtlich in der Produktqualität und zwar bei beiden Mittelöltiger (mehr % -100°), selbst unter Berücksichtigung ihres niedrigeren Siedepunktes, als die über festangeordneten K 6752 erhaltenen und haben wohl daher eine um 1 bis 2 Punkte höhere Oktan-Zahl.

Erheblich höher sind die Jod-Zahlen der Benzine des Staubverfahrens.

Der Anilinpunkt der b-Mittelöle > 180° weist bei beiden Verfahren bei gleichem Umsatz keine erheblichen Unterschiede auf (Kurveblatt 15).

Verarbeitung von K 6752-Krackbenzin nach dem DHD-Verfahren.

Eine größere Menge K 6752-Krackbenzin mit E = 175° aus Bruchsaler Gasöl (P 1203) ist inzwischen fertiggestellt und an Dr. Donath zur Weiterverarbeitung nach dem DHD-Verfahren gegeben worden. Über die Ergebnisse der Versuche wird gesondert berichtet.

Ergebnisse der Einzelversuche.

Die für die Zusammenstellung erforderlich gewesen Einzelversuche und ihre Ergebnisse sind in den angehängten Tabellen 1 - 5 zusammengestellt. Eine nähere Erläuterung dieser Tabellen dürfte sich erübrigen.

Das in Tabelle 1, Spalte 1 angeführte O₂-freie 165-er Benzin (31,6% bezogen auf Einspritzung) aus P 1338 wurde noch zusätzlich in eine Fraktion -160° und einen Rückstand > 150° zerlegt. Hierbei wurden 87,3% eines 150-er Benzins (entsprechend 27,6% O₂-freies 150-er Benzin bezogen auf Einspritzung) erhalten. Das 150-er Benzin hatte folgende Eigenschaften:

Spez. Gewicht	0,724
Anilinpunkt	42°
Beginn	50°
-70°	22,0 %
-100°	58,0 %
-120°	77,0 %
-140°	92,0 %
Endpunkt = 150°	99,0 %
RU	1 %

Der über 150° liegende Rückstand hatte ein spez. Gewicht von 0,818 und Anilinpunkt = 140°.

x) B der Benzine vom Staubverfahren

xi) B der Benzine vom festangeordneten K 6752

Tabelle 1

Ergebnisse der Einzelversuche

51

a) mit P 1338 Reitbrook Gasöl

Spalte	1	2	3	4	5	6	7	8
Temperatur °C	420°	420°	420°	420°	420°	450°	450°	420°
D: (V/V/Std.)	0,5	0,5	0,5	1,0	1,0	0,5	0,5	0,2
Dauer (Minuten)	15	30	60	15	30	15	30	15
% Benzin -180°	39,8	32,0	28,4	27,5	23,5	34,4	35,2	43,3
% Mittelöl >180°	45,5	59,0	65,7	65,0	73,4	53,0	56,8	39,5
% Gas	6,5	4,6	3,2	2,4	2,1	6,8	6,0	9,3
% Koks + Verlust	8,2	4,4	2,7	5,1	1,0	5,8	2,0	7,9
<u>Podbi. Analyse</u>								
% Benzin -165° (C ₄ -frei)	31,6	26,9	21,7	21,2	17,2	28,5	28,6	36,0
% Mittelöl >165°	50,7	62,0	70,1	67,8	78,3	56,1	60,4	44,3
% C ₄ v. Stab.	3,0	2,2	2,3	3,5	1,4	2,8	3,0	2,5
% Gas	6,5	4,6	3,2	2,4	2,1	6,8	6,0	9,3
% Koks + Verlust	8,2	4,4	2,7	5,1	1,0	5,8	2,0	7,9
% CH ₄	0,06	0,13	0,05	0,04	0,02	0,15	0,15	0,00
% C ₂ H ₄	0,26	0,58	0,17	0,14	0,13	0,31	0,44	0,27
% C ₂ H ₆	0,44	0,46	0,25	0,14	0,14	0,50	0,60	0,81
% C ₃ H ₆	0,87	0,30	0,60	0,50	0,50	0,86	1,19	0,69
% C ₃ H ₈	1,12	0,49	0,45	0,40	0,37	1,58	1,02	2,07
% C ₄ H ₈	0,37	0,76	0,31	0,29	0,24	0,69	0,60	0,27
% iC ₄ H ₁₀	3,05	1,60	1,18	0,77	0,63	2,39	1,60	4,73
% nC ₄ H ₁₀	0,17	0,21	0,09	0,08	0,06	0,24	0,32	0,41
% H ₂	0,08	0,05	0,05	0,02	0,02	0,07	0,08	0,06
Summe %	6,42	4,58	3,15	2,38	2,11	6,79	6,00	9,31
% iC ₄ in C ₄ H ₁₀	95,0	88,1	93,0	90,7	91,0	90,8	83,4	82,2

Ergebnisse der Einzelversuche.

b) mit P 1203 Braunschweiger Gasöl

Spalte	1	2	3	4
Temperatur °C	400°	420°	440°	440°
Du (V/V/Std.)	0,5	0,5	0,5	0,3
Dauer (Minuten)	15	15	15	15
% Benzin -180°	28,4	32,4	37,2	42,4
% Mittelöl >180°	59,7	60,4	54,5	43,0
% Gas	2,2	2,6	5,9	9,3
% Koks + Verl.	9,7	4,6	2,4	5,3
% Benzin -165° (C ₄ -frei)	21,9	21,5	29,2	
% Mittelöl >165°	63,1	68,7	57,9	
% C ₄ v. Stab.	3,1	2,6	4,6	
% Gas	2,2	2,6	5,9	
% Koks + Verl.	9,7	4,6	2,4	
<u>Podbi-Analyse</u>				
% CH ₄	0,01	0,01	0,03	0,19
% C ₂ H ₄	0,14	0,14	0,36	0,18
% C ₂ H ₆	0,19	0,21	0,59	0,59
% C ₃ H ₆	0,38	0,43	0,69	0,38
% C ₃ H ₈	0,45	0,51	0,85	2,95
% C ₄ H ₈	0,17	0,18	0,61	0,15
% iC ₄ H ₁₀	0,71	0,95	2,35	4,80
% nC ₄ H ₁₀	0,08	0,12	0,40	
% H ₂	0,02	0,02	0,05	0,05
Summe %	2,15	2,57	5,93	9,29
% iC ₄ im C ₄ H ₁₀	90,0	89,0	85,5	-
Vers.-Nr.	440- 443	444- 445	447- 454	479- 480

Tabelle 4

Eigenschaften der Spaltbenzine aus Tab. 2

b) aus P 1203 Braunschwerer Gasöl

Spalte in Tab. 2	1	2	3	4
1) Benzin -180°				
Spez. Gewicht	0,723	0,726	0,726	0,719
Anilinpunkt I	48,0°	48,5°	43,0°	45,0°
Anilinpunkt II	63,5°	64,5°	66,0°	-
Beginn	30°	34°	39°	30°
- 70°	18,0	21,0	21,0	30,0
-100°	35,0	36,0	38,0	47,5
-120°	45,0	48,0	50,0	56,0
-150°	59,0	67,5	72,0	75,5
-160°	96,0	95,0	-	96,0
Endpunkt	187	189	181°	190
Jod-Zahl	26,4	21,8	26,8	25,0
Oktanzahl (M)	71,7	75,0	71,5	
+ 0,12 % Pb	87,0	90,0	89,0	
% Paraffin	59,0	61,5	57,5	
% Naphthene	16,0	13,5	8,5	
% Aromaten	18,5	18,5	26,0	
% Olefine	6,5	6,5	8,0	
2) Benzin -165°				
Spez. Gewicht	0,728	0,726	0,727	
Anilinpunkt I	49,5°	48,0°	43,5°	
Anilinpunkt II	64,5°	64,0°	64,5°	
Beginn	50°	57°	53°	
- 70°	17,5	14,5	15,5	
-100°	44,0	44,0	45,5	
-120°	58,0	62,5	61,5	
-150°	83,5	95,5	86,5	
-160°	92,5	94,5	94,5	
Endpunkt	170	170	171	
Jod-Zahl	15,6	23,1	32,0	
Oktanzahl (M)	69,0	71,0	73,0	
+ 0,12 % Pb	86,4	88,2	88,2	
% Paraffin	63,5	61,0	56,5	
% Naphthene	14,0	15,5	12,5	
% Aromaten	17,5	18,5	24,0	
% Olefine	5,0	5,0	7,0	

Tabelle 5

Eigenschaften der Spalt-b-Mittelöle der
Tabelle 1 und 2

55

a) aus F 1330 Reithroos-Gasöl

Spalte in Tab. 1	1	2	3	4	5	6	7	8
1) Mittelöl > 180°								
Spez. Gewicht	0,872	0,869	0,857	0,856	0,853	0,867	0,866	0,873
Anilinpunkt	36,5	42,5	46,0	46,0	52,5	40,5	39,0	31,0
2) Mittelöl > 155°								
Spez. Gewicht	0,866	0,854	0,855	0,859	0,848	0,863	0,860	0,865
Anilinpunkt	34,5	41,5	47,0	46,5	52,0	38,0	40,5	38,0

b) aus P 1203 Bruchsaaler Gasöl

Spalte in Tab. 2	1	2	3	4
1) M1'81 > 180°				
Spez. Gewicht	0,822	0,821	0,825	0,816
Anilinpunkt	62,0	62,0	60,0	61,0
2.) M1'81 > 165°				
Spez. Gewicht	0,818	0,816	0,820	-
Anilinpunkt	60,5	61,0	58,0	-

1338
Benzol

b) Benzol - 100

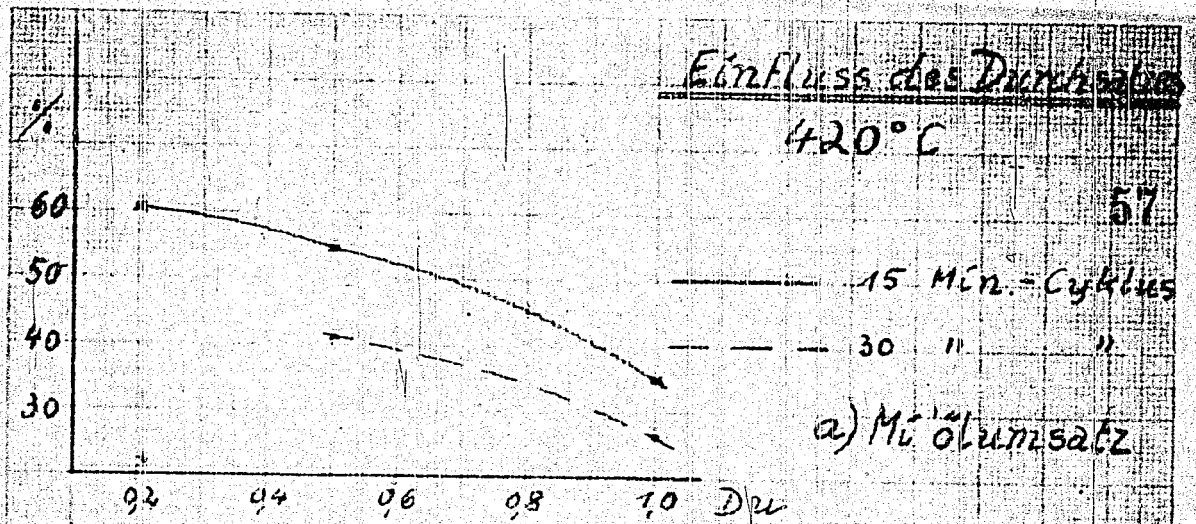
c) Benzol - 100

1338 Reithrock Gasöl Blatt 1

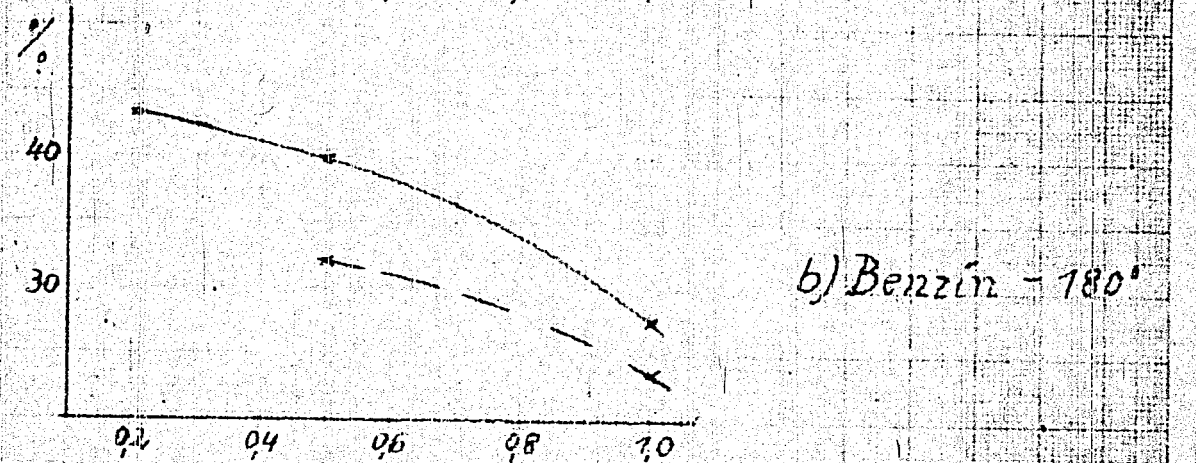
Einfluss des Durchsatzes

420°C

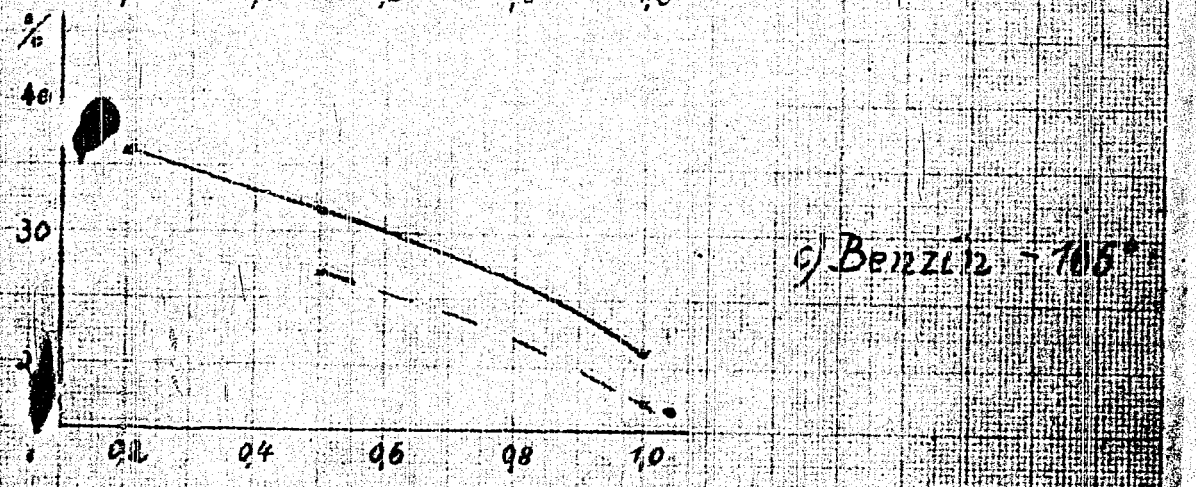
57



a) M¹ölumsatz



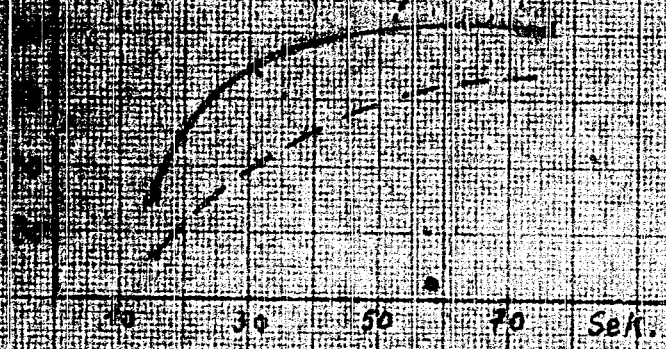
b) Benzin - 180°



c) Benzin - 165°

Einfluss der Verdichtungszeit

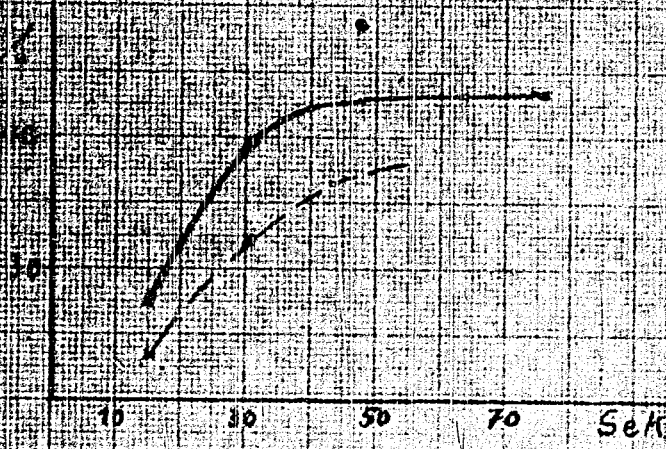
420°C - 50



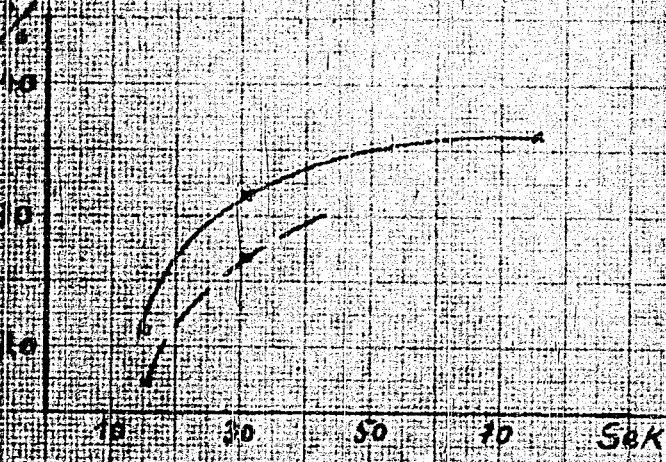
— 15 Min-Zyklus

- - - 30 " "

a) Mittelblumensalz



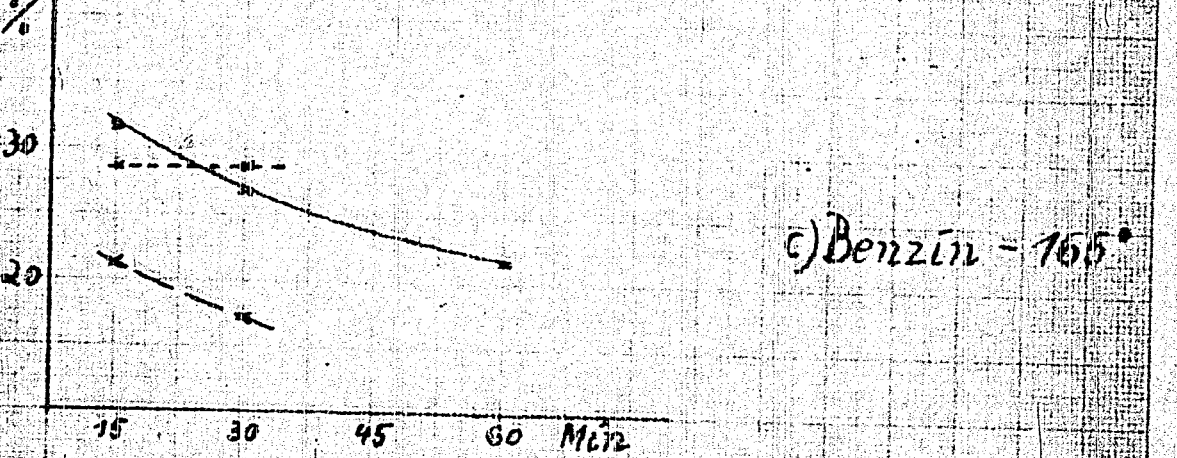
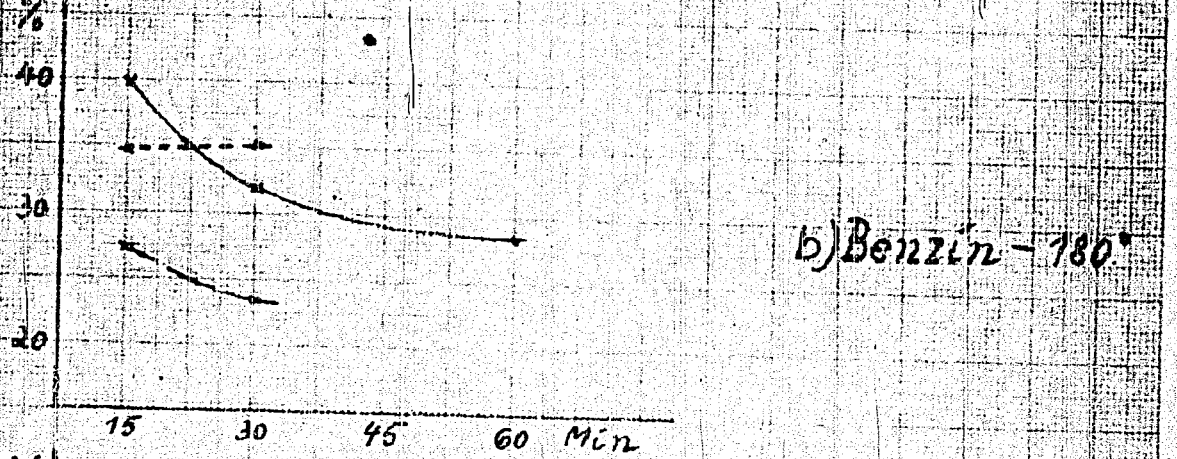
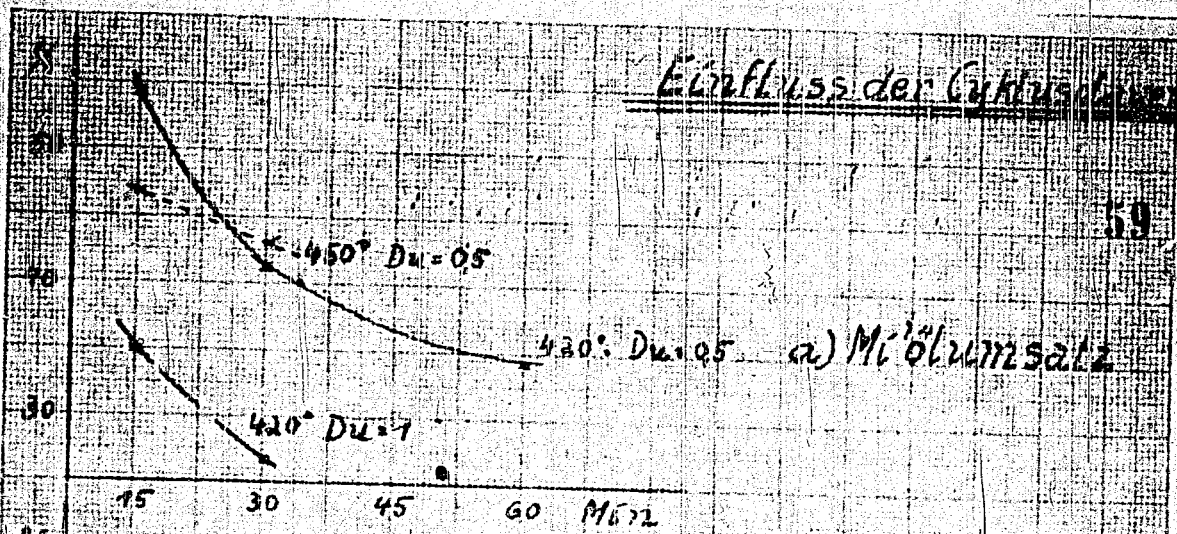
b) Benzol - 180°



c) Benzol - 165°

Einfluss der Zyklusdauer

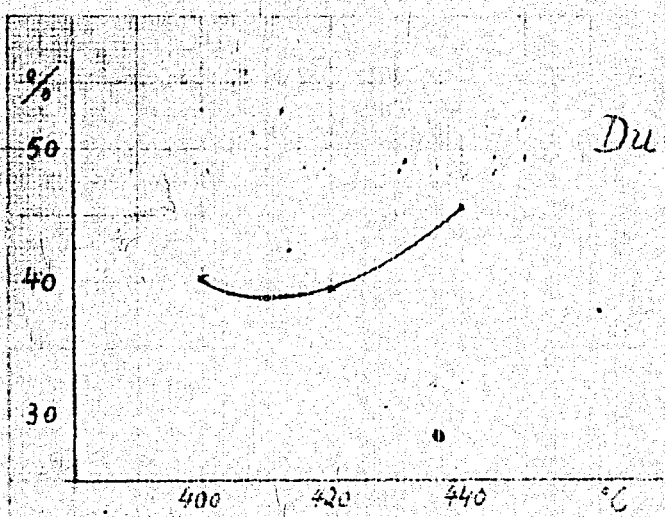
59



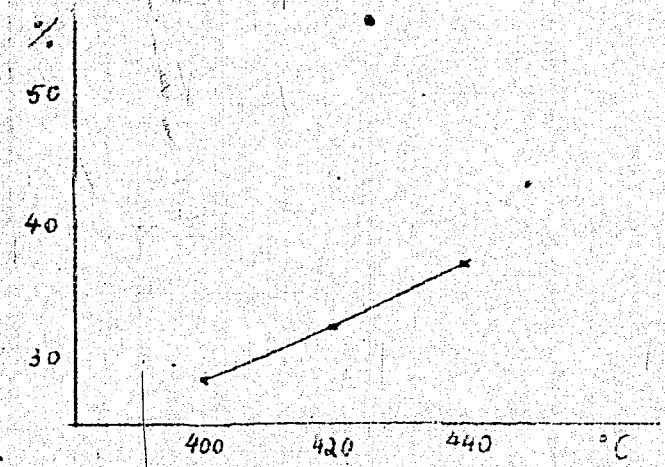
Einfluss der Temperatur

$Du = 0.5 \text{ Vol/Vol/Std.}$ 15 Min

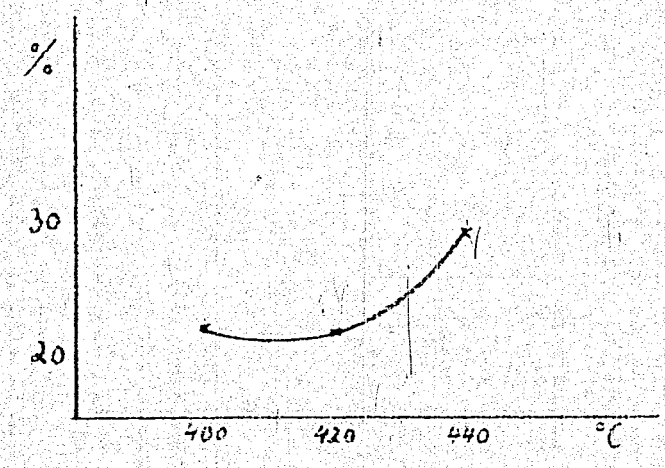
60



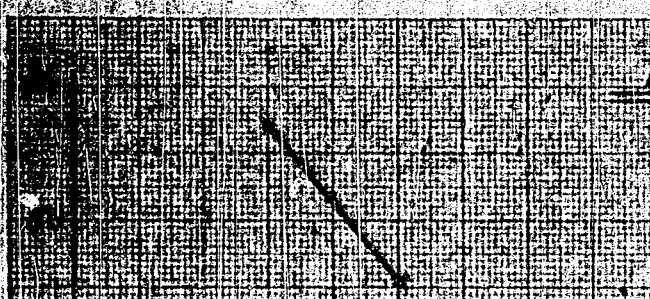
a) Mittelölumsatz



b) Benzin - 180°

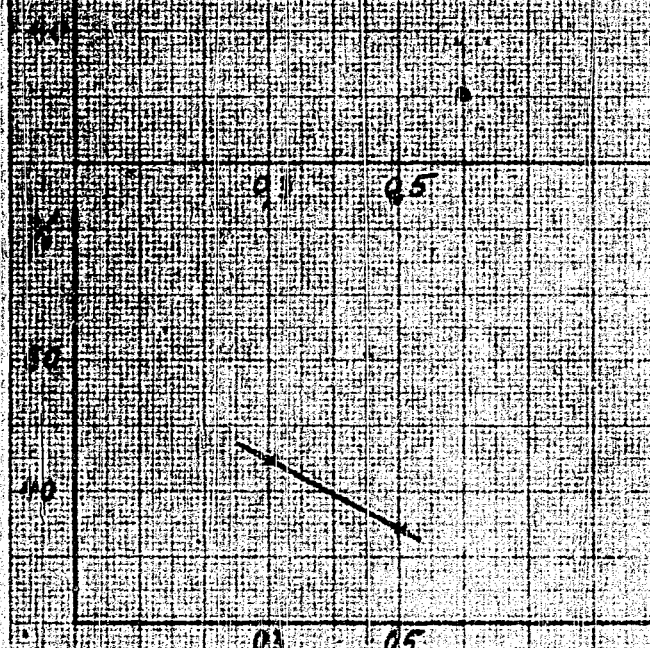


c) Benzin - 165°

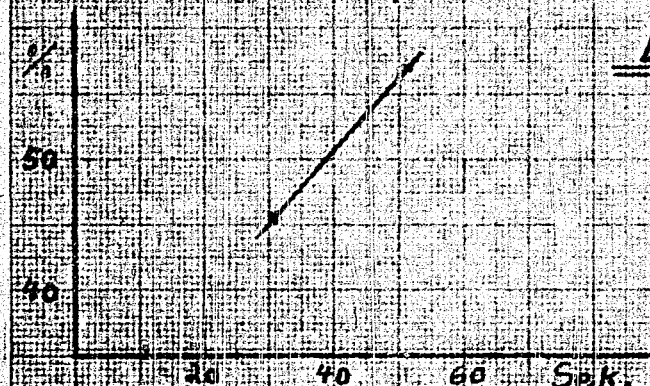


Einfluss der Temperatur
40° 75°

a) Mittelölumsatz

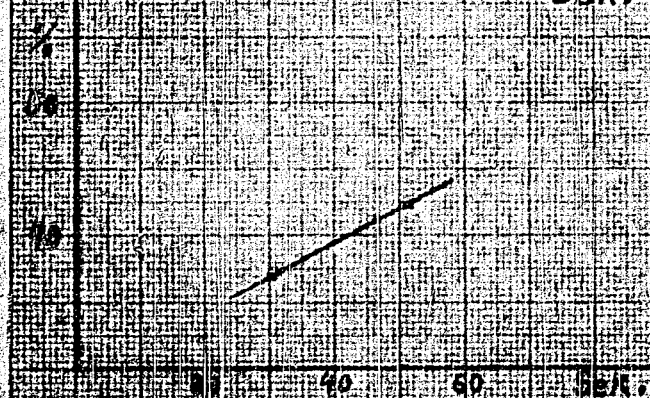


b) Benzol - 780°

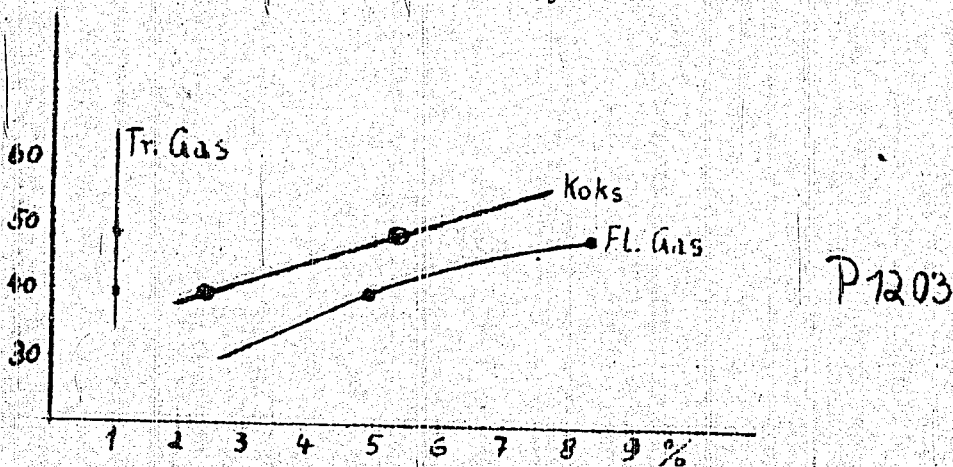
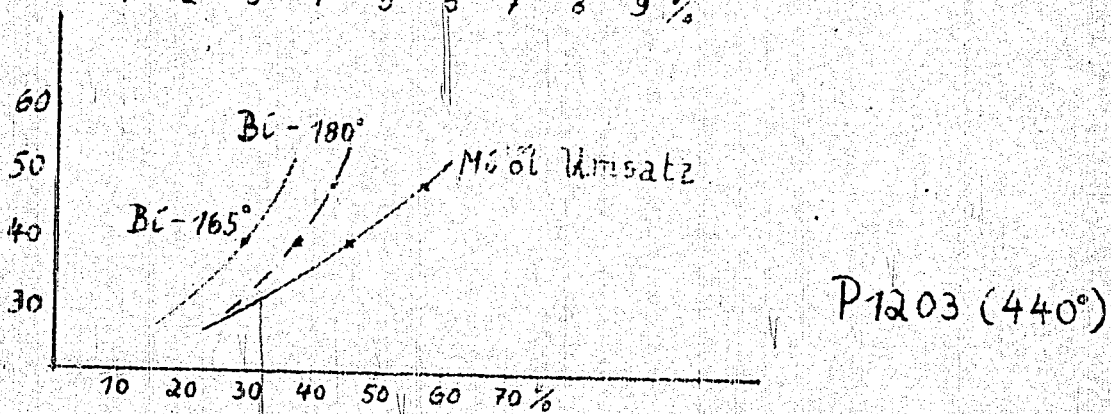
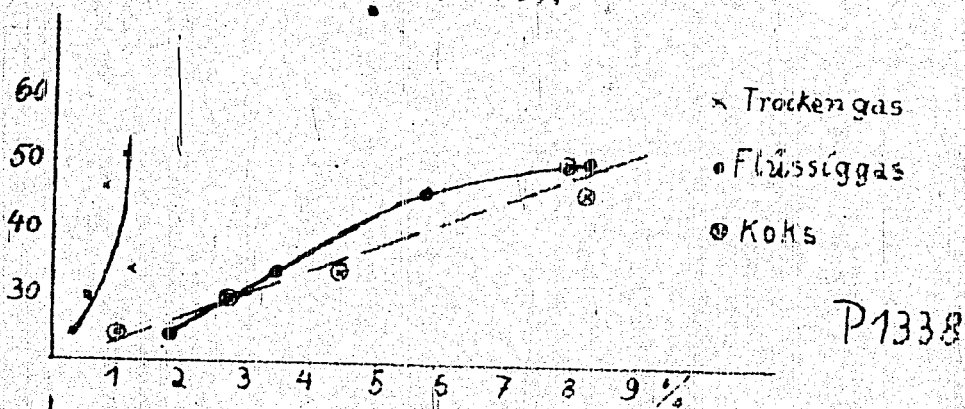
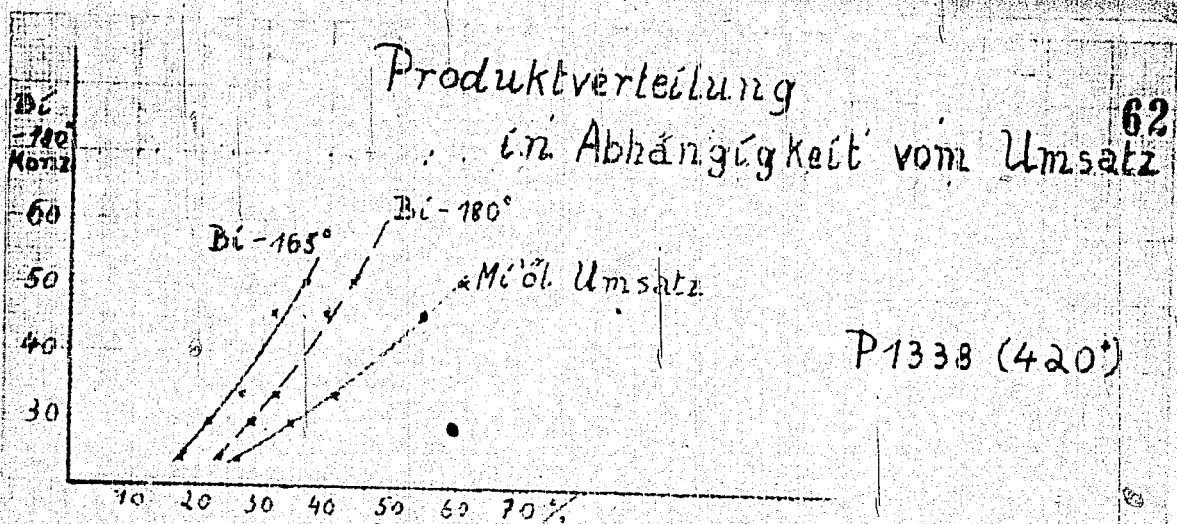


Einfluss der Verweilzeit (50)

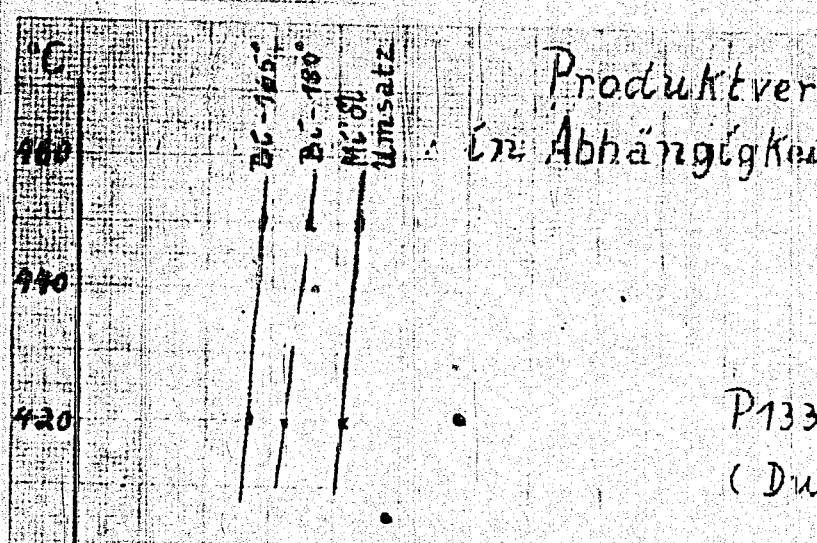
a) Mittelölumsatz



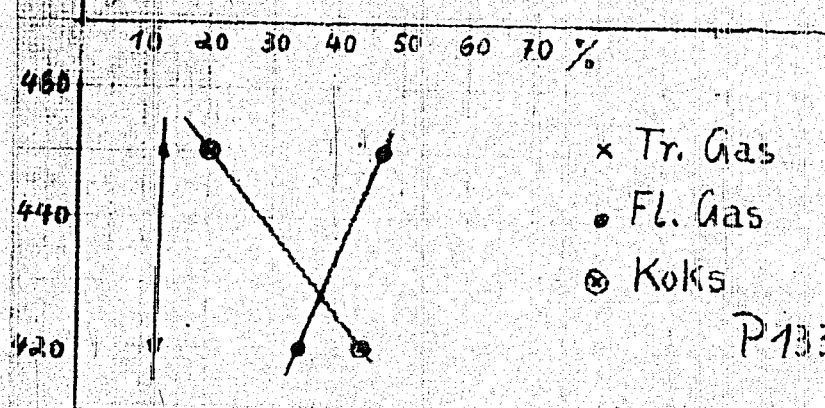
b) Benzol - 780°



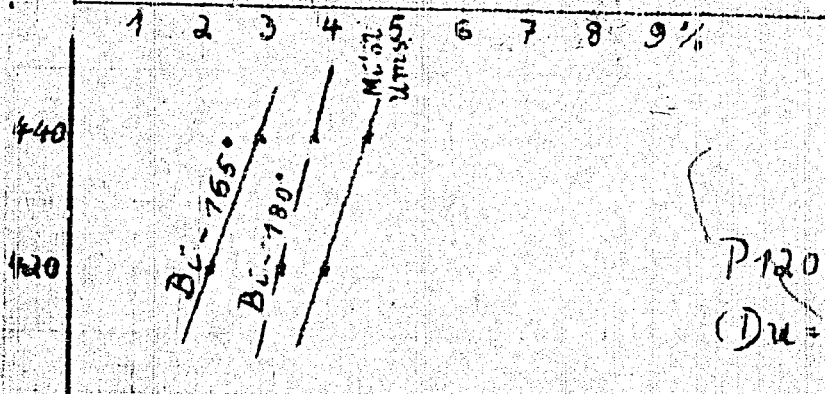
Produktverteilung
in Abhängigkeit von der Temp.



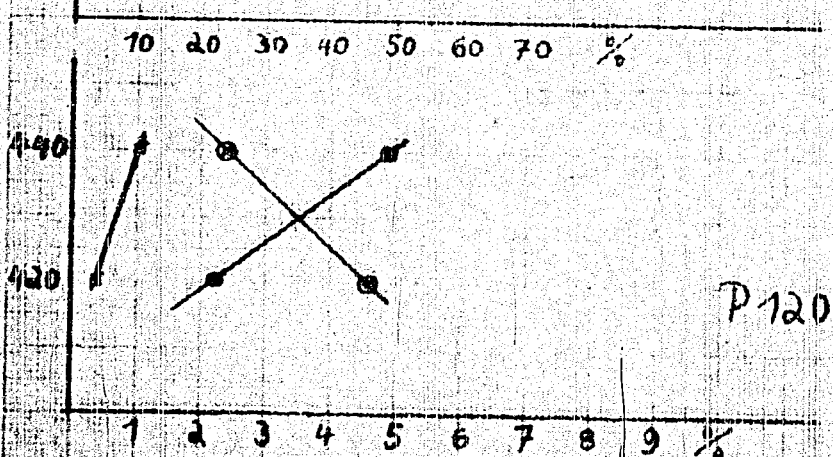
P1338
(D_u = 0.5; 30 Min)



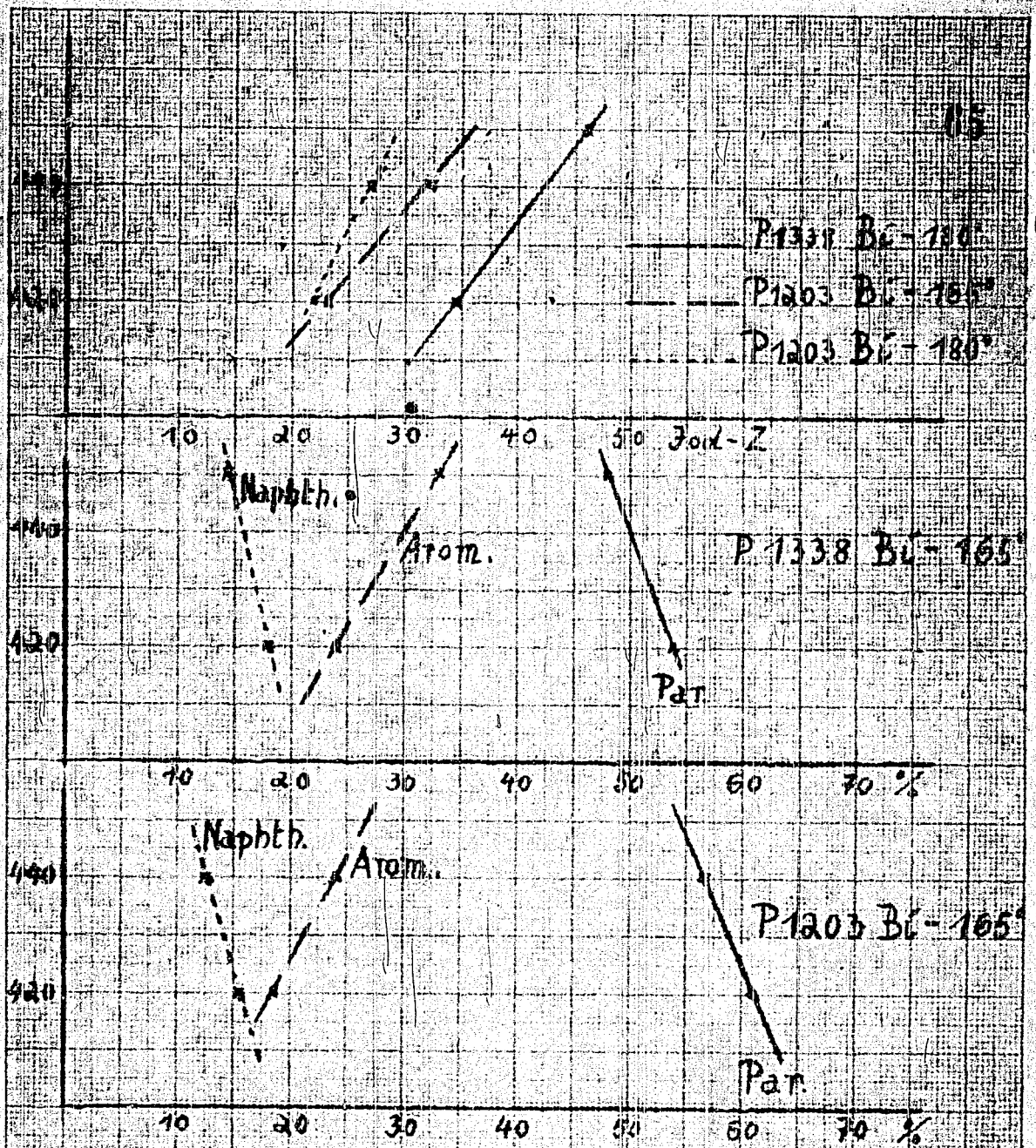
P1338



P1203
(D_u = 0.5; 15 Min)



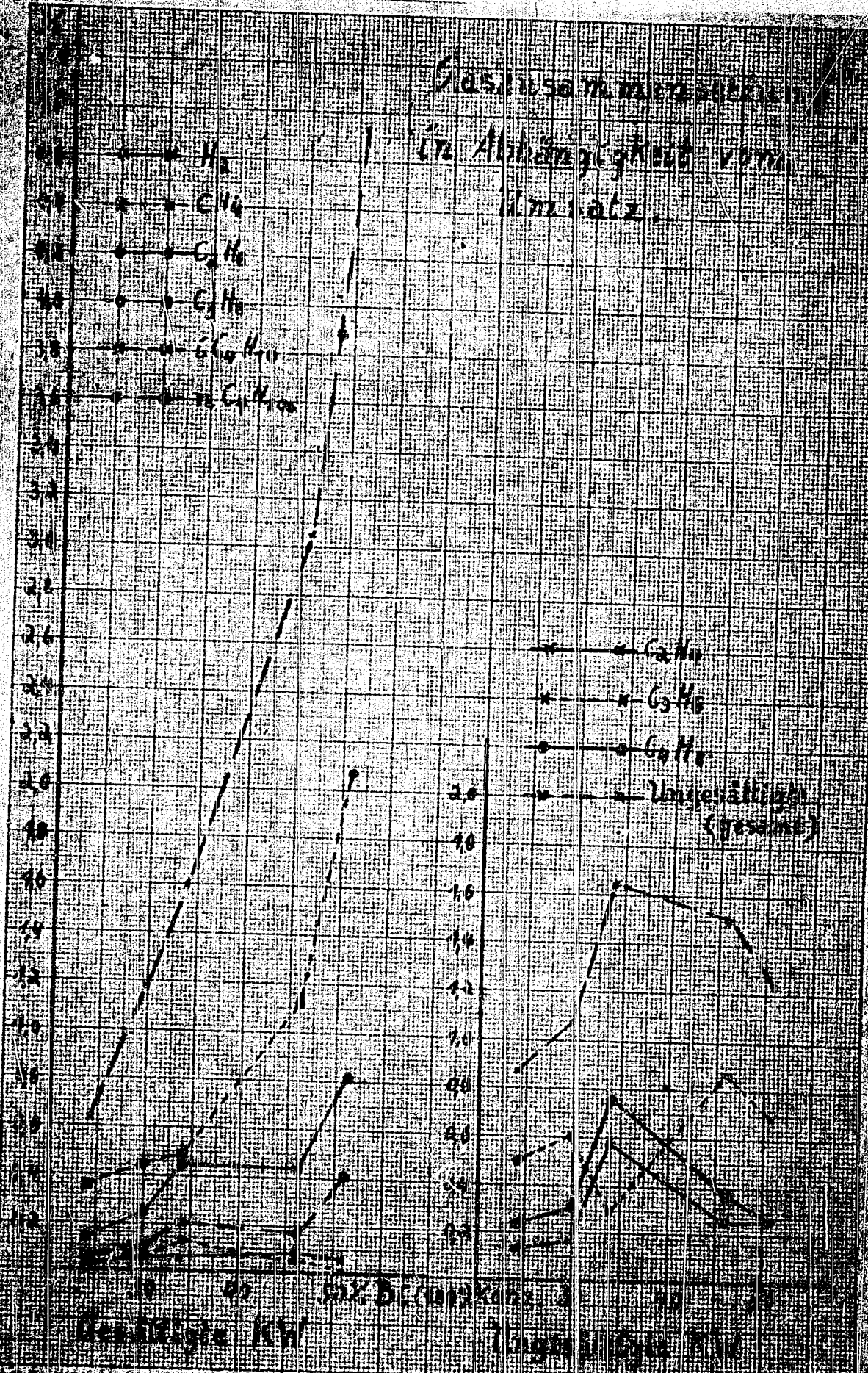
P1203



Produktqualität in Abhängigkeit
von der Temperatur.

Gaszusammensetzung

in Abhängigkeit vom Umsatz



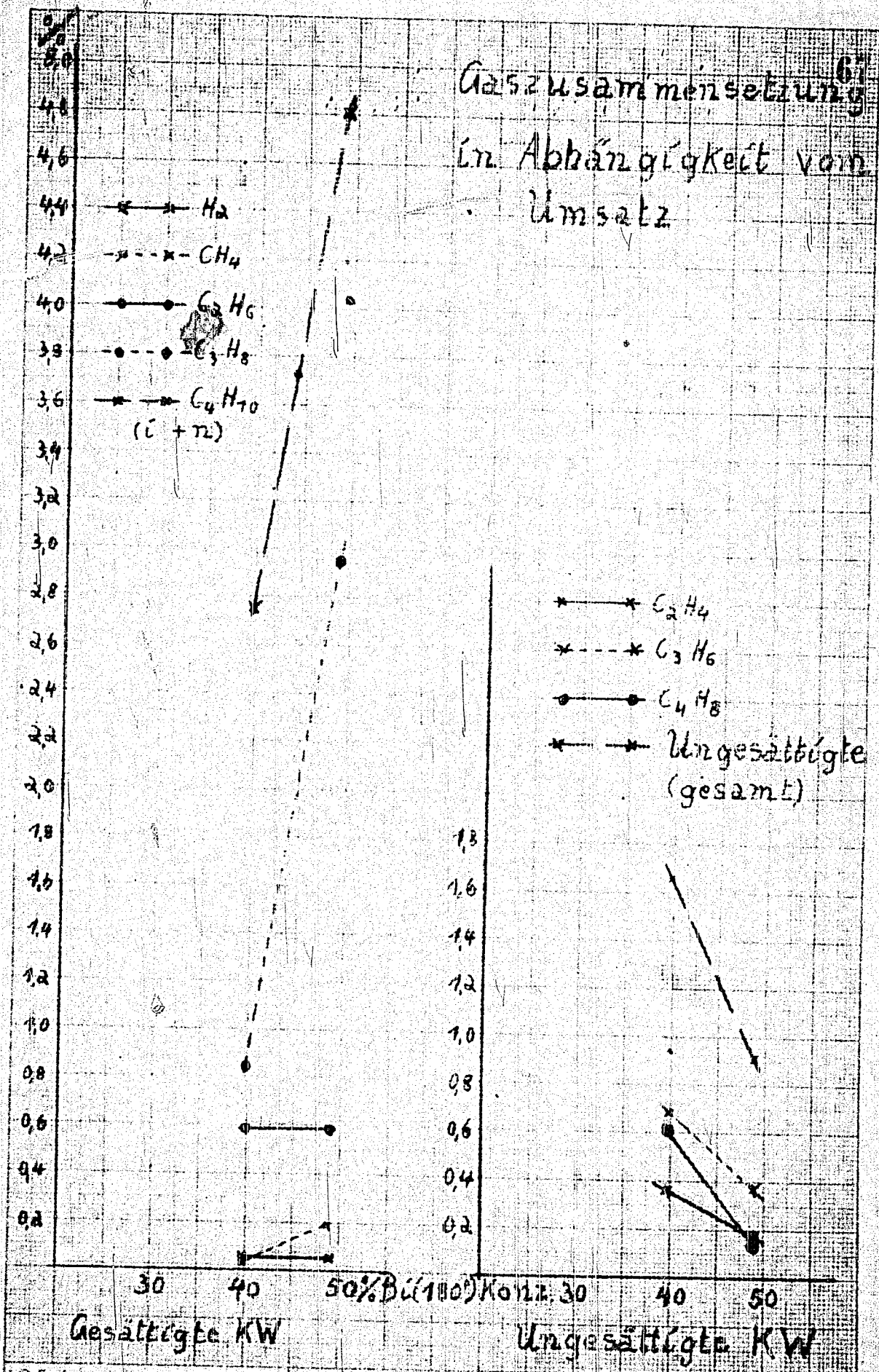
Beim 1. KW Beim 2. KW

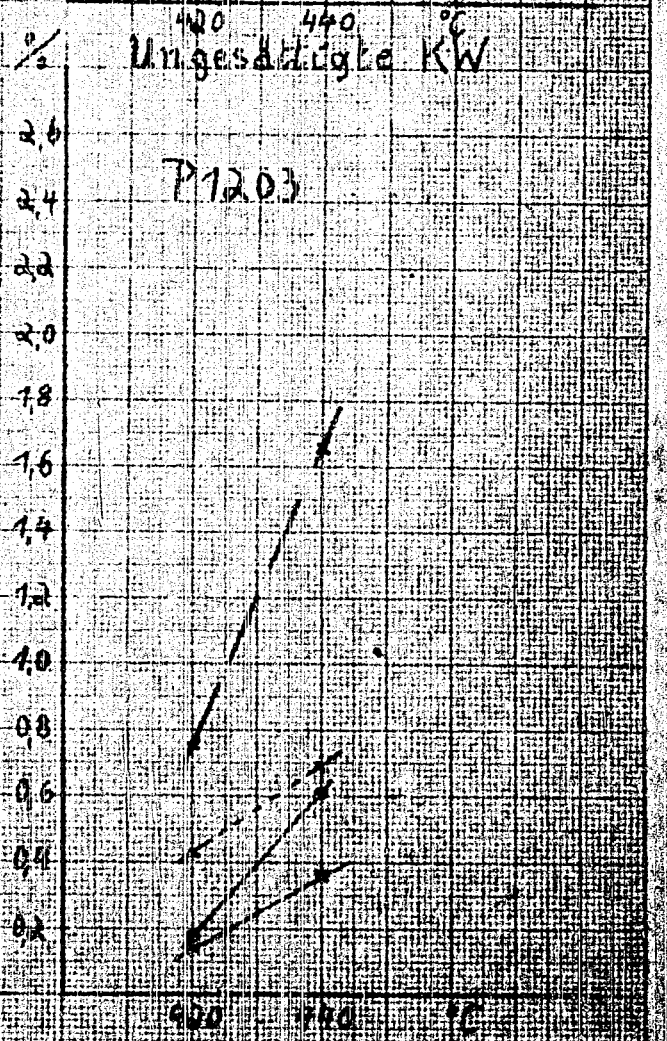
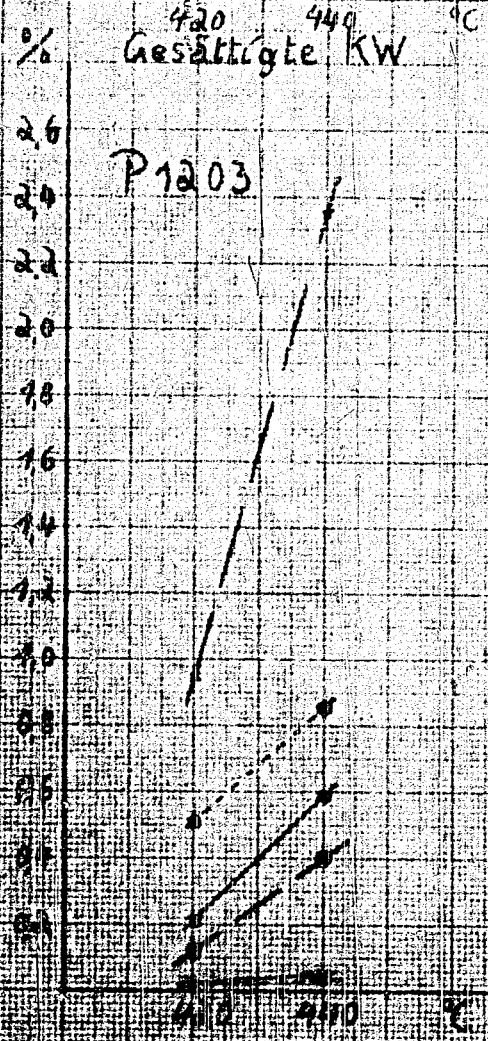
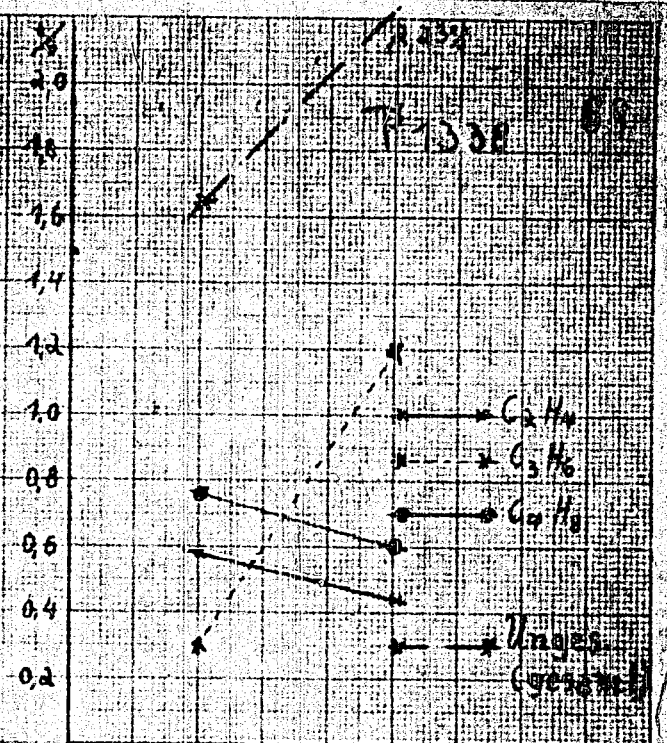
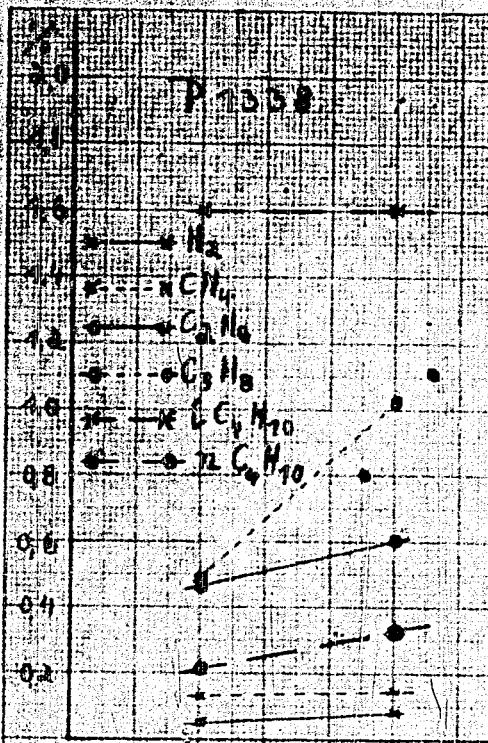
IGW Industrielle Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein

P-7338 Reitbrook Gasöl Blatt 70

Norm Form A 47 (20 x 25 mm)

Gaszusammensetzung in Abhängigkeit vom Umsatz





Wassersamensetzungen in Abhängigkeit von der Temperatur

G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
 Ludwigshafen a. Rhein. P1338 P1203 Gasöle Blatt 70

2000



100
 200
 300
 400
 500
 600
 700
 800
 900
 1000

10 20 30 40 50 60 70 80 90 100 (C. - 100)

2000

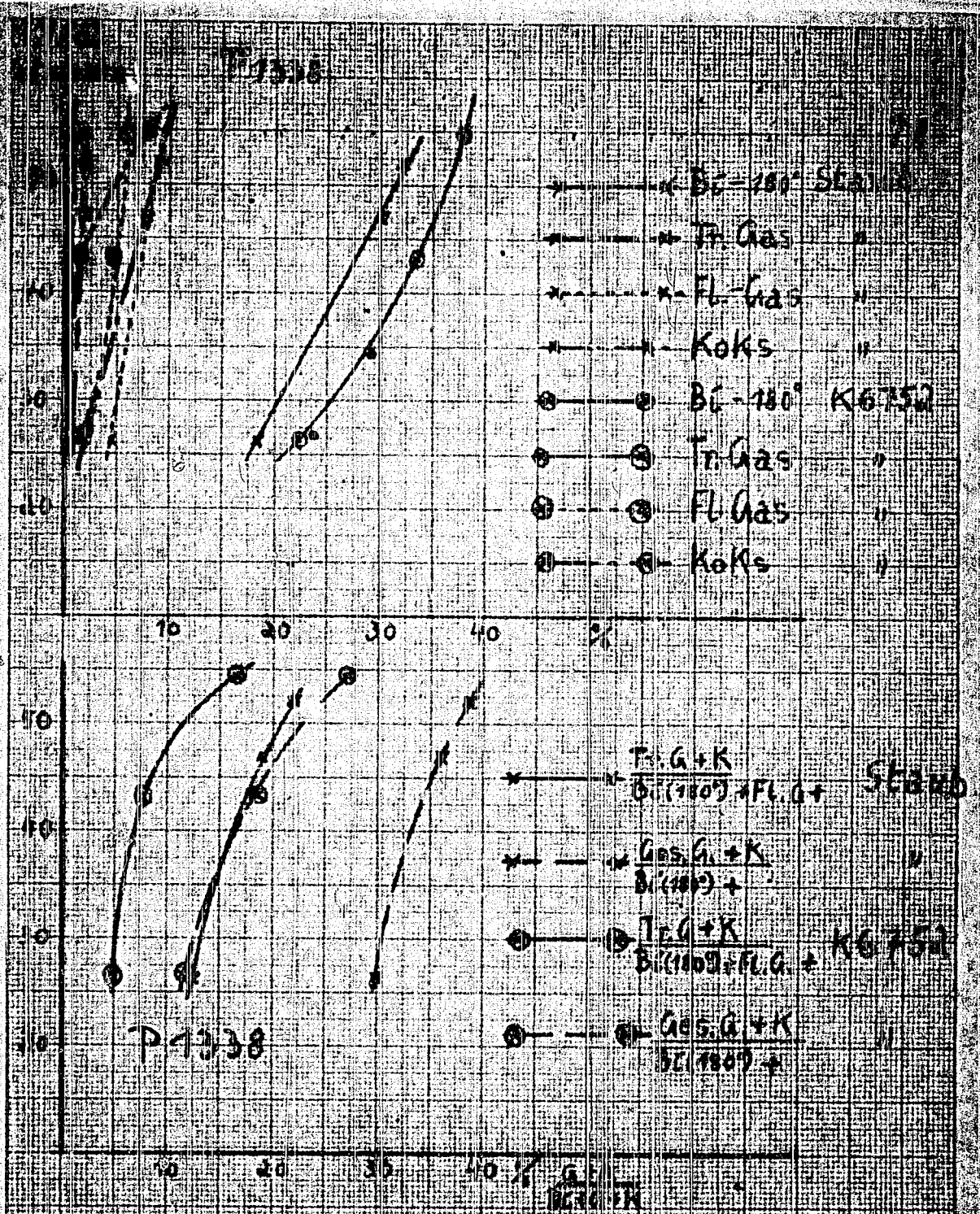


10 20 30 40 50 60 70 80 90 100 (C. - 100)

Virginia State Board of Education

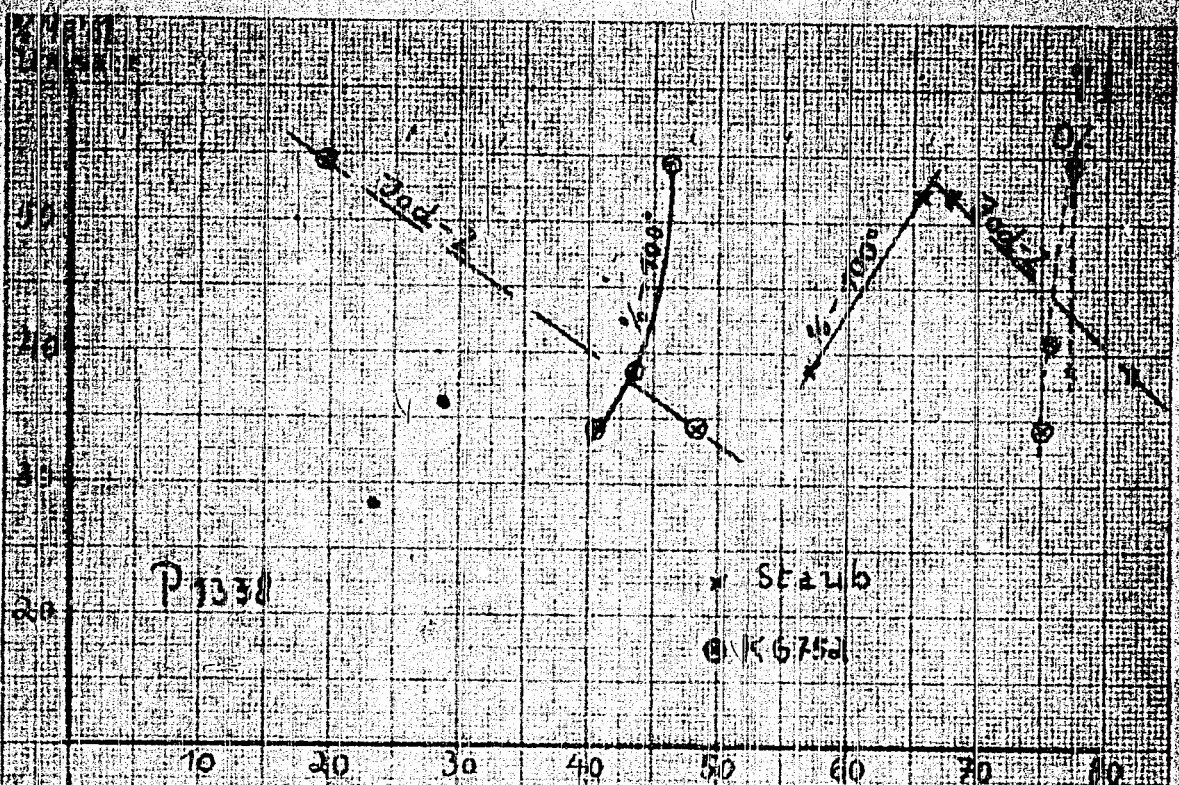
ALBANY

1912



Vergleich: 0108 Staub 0762 fest

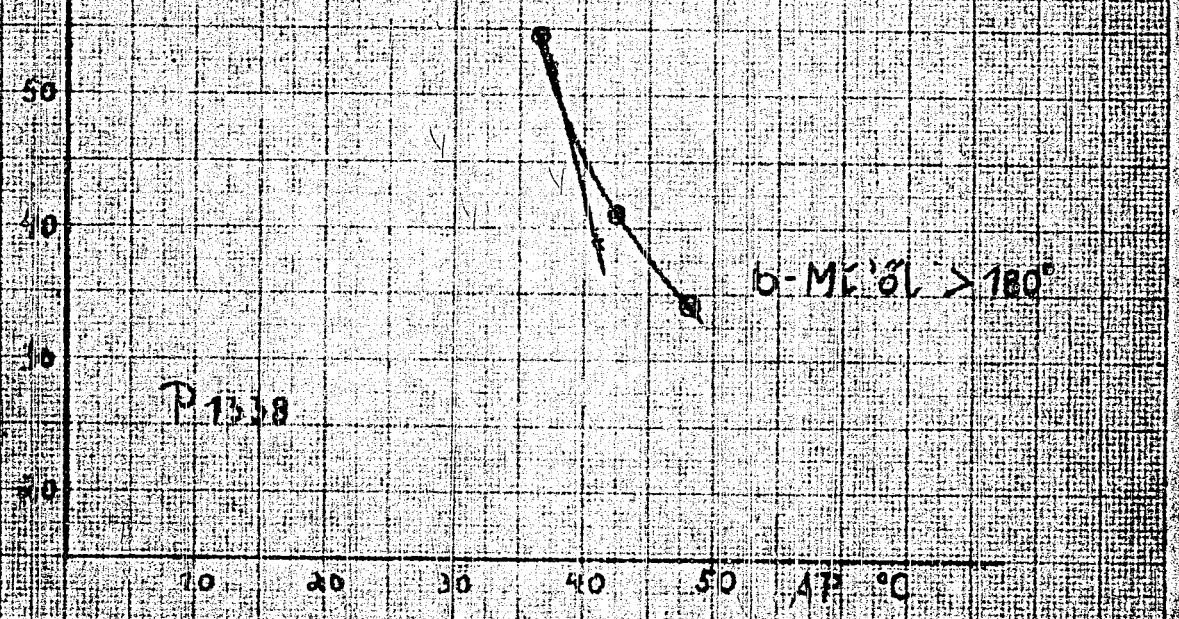
Produktverrechnung



P1338

x Staub

o K6752



P1338

b-Meöl > 180°

Vergleich: 6708 Staub: 6752 fest

Produktqualität

10. Firmenbuchver. Mergesh...

P1338 Reitbrook Gasöl Blatt 15

St. Pauli 44 100, 100, 100



El. Heizöl aus Steinmonlenschwefel über
Druckdestillation.
Fuel oil from low temperature carbon-
ization tar via pressure distillation.

Frame Nos. 72 - 74

8

11) Heizöl aus Steinkohlenschnellteer
über Druckdestillation.

Zusammenfassung.

Steinkohlen-Spülgasteer wurde durch Druckdestillation auf Heizöl und Brikkettiermittel verarbeitet. Im Vergleich zur gewöhnlichen Toppdestillation des Teeres wird bei Anwendung der Druckdestillation eine höhere Heizölausbeute erzielt.

In der Druckdestillation (500 cm³ Apparatur) wurde Schlessing-Gesamtteer aus Karsten-Centrum-Kohle (schles. Bergwerke und Hütten A.G., Bouthen) auf Heizöl und auf Brikkettiermittel von 70° Erweichungspunkt verarbeitet.

Der Versuch lief 12 Tage lang bei 400° und 30 atm Druck. Als Spülgas wurde 0,25 m³ Wasserstoff pro kg Teer in die Vorheizung zugegeben. Bei den gewählten Bedingungen wurden ca. 60 % Druckdestillat (Heizöl) und ca. 39 % Brikkettiermittel als Endstand erhalten. Der Ausbau der Reaktionschlangen zeigte keinerlei Koksansätze.

Im Gegensatz zu einer gewöhnlichen Toppdestillation des Teeres wurde schon bei 400° Reaktionstemperatur und 30 atm eine Mittelölneubildung von 4,2 % bezogen auf Gesamtteer bzw. 11,6 % auf Mittelöl im Gesamtteer beobachtet. Durch eine auf Grund des guten Ausbaues noch möglich erscheinende Temperaturerhöhung kann die Mittelölneubildung darüber hinaus vergrößert bzw. eine stärkere Entölung der Asphalte erreicht werden. Dies bedeutet, daß weitere höhere Teeranteile in das Heizöl hineingenommen werden können, ohne die Heizölqualität erheblich zu verschlechtern. Im Vergleich zu einer normalen Toppdestillation des Teeres wird durch Anwendung der Druckdestillation schätzungsweise eine Erhöhung der Heizölausbeute von 10-20 % (auf Heizöl bezogen) erreicht.

In der zugehörigen Tabelle sind die Verarbeitungsbedingungen sowie Analysenergebnisse der erhaltenen Produkte im Vergleich zum Ausgangsprodukt aufgeführt.

2/10/41

Das Heizöl weist ein etwas zu niedriges spezifisches Gewicht (1,022/20°) auf, liegt in den sonstigen Punkten jedoch innerhalb der Anforderungen der Marine.

Ein Versuch bei höherer Reaktionstemperatur ist in Vorbereitung.

Gemeinsam mit

Dr. Schiffmann

„ Bähr

Dipl.-Ing. Orth.

gez. Rank

Tabelle.

Druckdestillation von Schlessag-Gesamteer (P 1504 v. 4.11.41).Verarbeitungsbedingungen

Datum	15.1.42
Druck	50 atm
Ofentemperatur	400°
Durchsatz kg/l Ofenvol.	6,8
Spülgas	0,25 m ³ H ₂ /kg Teer
Katalysator	1 % neutral. Braunkohlengruße Oh- 12

Ausbeute: % von Frischeer:

Druckdestillat (Heizöl)	56,8 %
Abschlamm (Brikettiermittel)	3,1 %
Gas + Verlust	1,2 %

Untersuchtes Produkt:	Frischeer	Druckdestil- lat (Heizöl)	Abschlamm (Brikettier- mittel)
% Benzolfestee	2,0	0,009	7,8
% Anthe 1. G.	0,08	0,006	1,1
% s-Asphalt	13,7	2,3	1,1
spez. Gewicht	1,046/50°	1,022/20°	
Gewichte Engler:			
% - 200°	1,6	1,6	
- 325°	36,3	65,3	83,1
- 350°	50,9	78,5	
Vak.-Bl. 325°	17,5	2,2	
Erweichungs-Pkt. (Kamer-Sarnew)			68°
Stockpunkt		+ 20	
Flammpunkt		101°	
Brennpunkt		121°	
Echtest		0,8%	
Viskos. bei 20°		17,4°E	
" " 50°		2,20°E	
Verbren.-Wärme (cal)		9 117	
Heizwert (cal)		8 642	
Bl.-Analyse:		82,27	
% C		8,80	
% H		8,18	
% N		0,57	
% S		0,18	

1) auf Öl bezogen.

12. Vergleich der wichtigsten chemischen Crack-
verfahren mit der Druckdestillation.
Comparison of the most important thermal
cracking process with pressure
distillation.

Pages Nos. 77 - 79

Hochdruckversuche
Lu 558

25. Juli 1941 Rk/K1

75

Dr. U. H. H. H.

Vergleich der wichtigsten
thermischen Crackverfahren mit der Druckdestillation.

Im Folgenden sind die charakteristischen Merkmale
folgender Verfahren einander gegenübergestellt:

Tube and Tank
Cress
Dubbs
Houdry-Vorstufe
Visbreaking
Druckdestillation.

Verfahren thermischer Crackverfahren

Verfahren	Carbonyl	Ors	Dubos
Erfinder	Carbonyl	Ors	Dubos
Art Gas	Scater,	Scater,	Scater,
Reaktionsdruck	10-15 atm	10-15 atm	15 atm
Temperatur	400°	400°	400-450°
Reaktionsdauer	15 Min.	15 Min.	für Flüssigkeit: klein f für Dampf: groß
Erzeugnisse	Gas + Teer	Gas + Teer	Dampf u. Flüssigkeit getrennt Dampf in Kolonne oder in Flashkammer
Teeranteil	in Kolonne	in Kolonne	in Flashkammer
Rückführung	Gas aus Kolonne	Gas aus Kolonne	Gas aus Kolonne
Erhaltene Produkte	Benzin, Teer (Gasol) ² Gas	Benzin, Teer (Gasol) ² Gas	Benzin, Teer (Gasol) ² Gas

1) Um bei geringem Ausgewogenen Teeranteil die Verkohlung des Cyclons zu verhindern
 2) Gas, bestehend aus Kohlenwasserstoffen, das nur Benzol und Teer.

Gasöler Krackverfahren

Dubos of Torrdruck	(b)	Vakuum	...
				0,5 - 5 %
15 atm	15 atm	15 atm	17,5 atm	5-10 atm
430-480°	430°	430-480°	430°	440-460°
für Flüssigkeit: klein für Dampf: groß	f. Flüssigkeit: groß für Dampf: groß	0	5 bis 10 versch. Aufbereitung	2-5 min.
f. u. Flüssigkeit steigt Dampf in Kolonne 1 atm oder höher Flüssigkeit in Flashkammer	Dampf in Kolonne 1 atm oder höher	Gesamtprodukt in Zyklon 2-3 atm	Gesamtprodukt in Verdampfer 4 atm	Gesamtprodukt in Zyklon 1 atm
In Flashkammer	-	In Zyklon	In abgeschloss. Vakuumverdampfer	In Zyklon
Gasöl aus Kolonne	Gasöl aus Kolonne	-	-	ein Teil des Teeres
Benzin Teer (Gasöl) Gas	Benzin Teer (Gasöl) Gas	Eingangsprodukt für total. Krack- stufe. Teer	Benzine Gasöl Teer Gas	Druckdestillat Teer Gas (<1%)

zu verhindern

Unterschiede der einzelnen Verfahren.

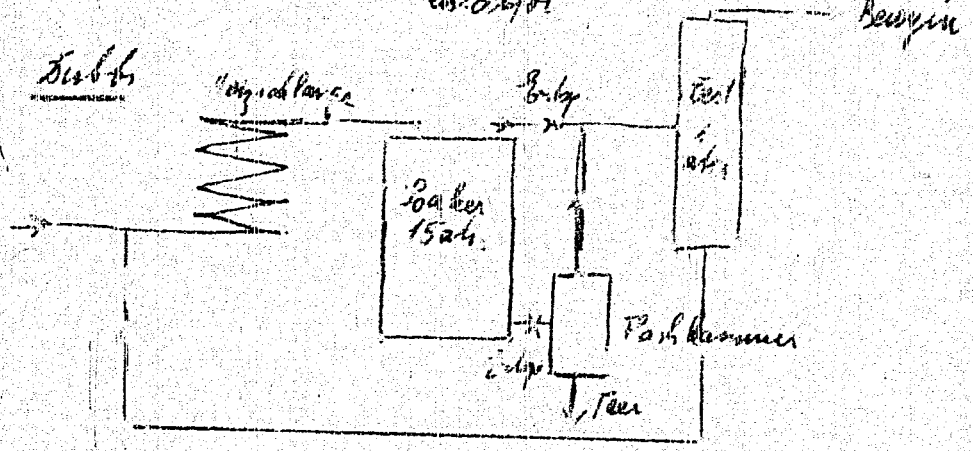
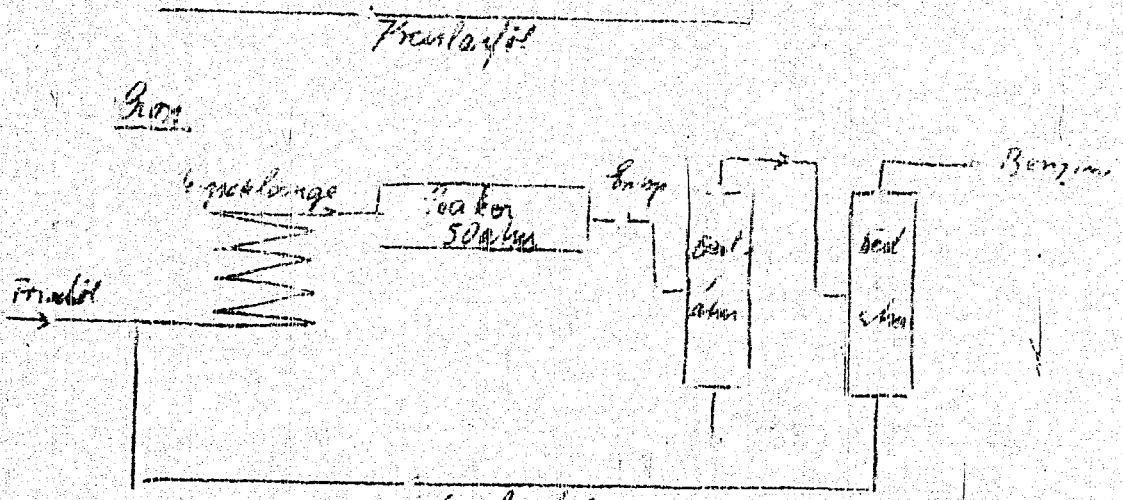
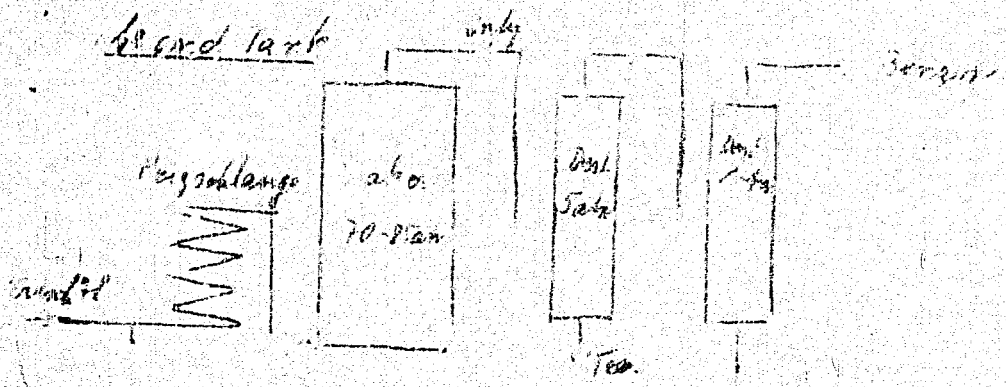
Man kann Verfahren mit großer Verweilzeit (TUBE and Tank, Cross, Dubbs) gegen Verfahren mit kurzer Verweilzeit (Houdry Vorstufe, Visbreaking, Druckdestillation). Die Verfahren mit großer Verweilzeit ergeben erhebliche Mengen Benzin, durch Rückführung des Gasöls kann das Benzin zum Hauptprodukt werden. Dieses Benzin hat einen schlechten Kloßwert. Im Gegensatz dazu wird bei den Verfahren mit kurzen Verweilzeiten die Benzinbildung in merklicher Menge vermindert.

Ein Teil der Verfahren mit langer Verweilzeit (TUBE and Tank und Cross) kracken das Gesamtprodukt im wesentlichen in flüssiger Phase, hingegen ^{sorgt} Dubbs für Aufrechterhaltung von Dampfphase im Reaktionsraum durch niedrigeren Druck und Abziehen von Flüssigkeit aus dem Soaker unten. Wird beim Dubbsverfahren Flüssigkeit nicht abgezogen, kann auf diese Weise auf Koks gekrackt werden. Die Temperaturen sind wegen der Gefahr der Koksbildung auf max. 470-480° beschränkt.

Von den Verfahren mit kurzer Verweilzeit beabsichtigt die Houdry-Vorstufe lediglich eine Überführung von möglichst viel Öl in den Dampfzustand, in welchem das Öl dem Katalysatorraum zugeführt wird. Entsprechend liegt die Temperatur bei diesem Verfahren mit 380-400° verhältnismäßig tief.

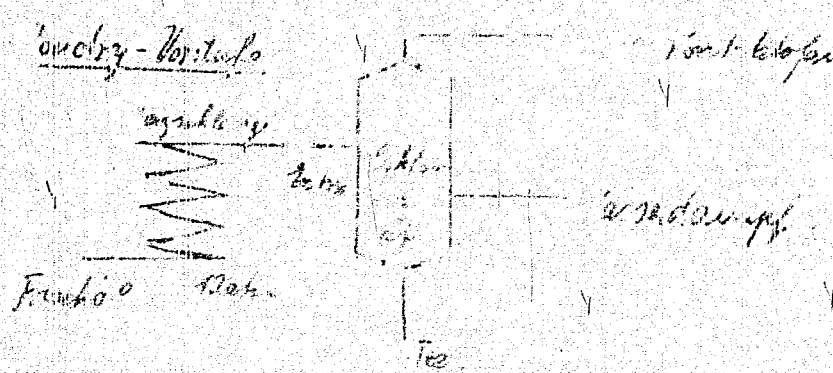
Im Gegensatz dazu sollen die Verfahren des Visbreakings und der Druckdestillation ebenfalls ohne wesentliche Benzinbildung (kurze Verweilzeit!) eine günstige Veränderung der Hochmolekularen erzielen. Der bei der Druckdestillation zugesetzte Katalysator wirkt in mehrfacher Hinsicht. Einerseits werden die koks-bildenden hohen Asphalte adsorbiert. Andererseits kann insbesondere bei Zusatz größerer Katalysatormengen Temperatur und Verweilzeit bei gleicher chemischer Wirkung etwas herabgesetzt werden.

gez. Rank

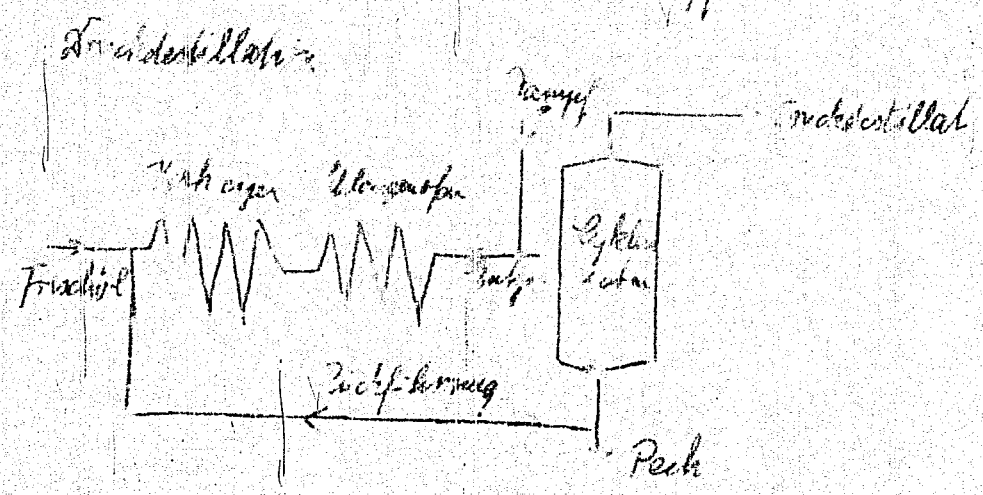
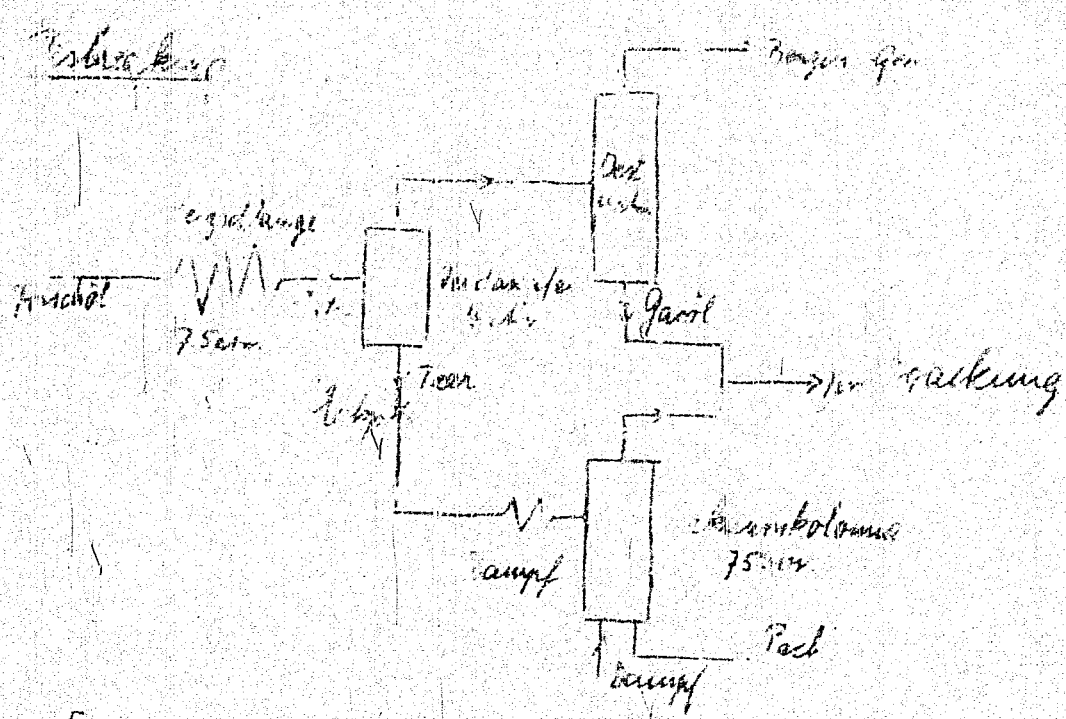


Kreislauflösl

Fr 19035



79



Zu 19035!

- Abstract
13. Über den Einfluss der Strömungsgeschwindigkeit und die Fernwirkung von Gasen bei der Druckdestillation.
- The influence of flow velocity and the effect of gas additions in pressure distillation.

Frans nos. 80 - 86

(B) Über den Einfluß der Strömungsgeschwindigkeit und die Verwen-
dung von Gaszusatz bei der Druckdestillation

Zusammenfassung:

Bei der Druckdestillation von Braunkohlenschwefel wurden Versuche unter Zusatz von Gas in die Druckerhitzungszone ange- stellt. Es zeigte sich, daß durch die dabei eintretende Durch- wirbelung des Öls die Koksansätze in den Rohren stark vermindert werden können. Es kann daraus geschlossen werden, daß bei den höheren Strömungsgeschwindigkeiten der Großtechnik die Verkokun- gen wesentlich kleiner sein werden als bei den Kleinversuchen, welche mit sehr kleinen Strömungsgeschwindigkeiten arbeiten. Bei Zugabe von Wasserstoff wurde praktisch keine Verkokung mehr festgestellt.

Erfahrungsgemäß neigen Produkte mit höherem Asphaltgehalt bei der Druckdestillation zu Asphaltablagerungen an den Rohrwän- den. Dieser Umstand führt schließlich zu Verkokungserscheinungen.

Die Asphaltablagerungen werden durch geringe Strömungs- geschwindigkeiten begünstigt. Die Strömungsgeschwindigkeit ist bei den Kleinversuchen (500 cm³ Reaktionsraum, 10 mm-Schlangen) mit 2-5 cm/Sek. sehr klein. Eine Vergrößerung der Strömungsge- schwindigkeit stößt bei den Kleinversuchen auf Schwierigkeiten, da sich

- 1) engere Schlangen nicht bewährt haben,
- 2) eine gewisse Verweilzeit bei Reaktionstemperatur ein- gehalten werden muß.

Es wurde deshalb versucht, durch Gabe einer Durchwirbelung der strömenden Flüssigkeit zu erreichen. Die dabei beobachteten Erscheinungen sollten dazu dienen, für die Verhältnisse bei höheren Ölgeschwindigkeiten, wie sie bei der Übertragung der Druckdestillation in die Großtechnik vorhanden sein werden, Anhaltspunkte zu gewinnen. Zudem war zu klären, ob durch Zugabe von Wasserstoff bzw. wasserstoffhaltigen Gasen Verkokungen verhindert werden könnten.

Die Versuche wurden mit Braunkohlenschwefeltee (Deubener Tee) durchgeführt.

Das Zusatzgas wurde vor der Vorheizung dem Tee zugegeben und rierte hinter der Entspannung gleichzeitig als Destillations-spülgas.

In Tabelle I sind 3 Versuche aufgeführt:

- Versuch 1: ohne Gaszusatz
- Versuch 2: Unter Zusatz von Inertgas (Stickstoff)
- Versuch 3: Unter Zusatz von H₂ Gas

Die dabei angegebenen Strömungsgeschwindigkeiten sind so errechnet, wie wenn eine homogene Öl-Gasströmung vorhanden wäre. Dies trifft in der Wirklichkeit nicht zu, tatsächlich eilt das Gas dem Öl voraus. Die weiter unten angeführten Qualitäten der Druckdestillate lassen den Schluß zu, daß die Verweilzeit des Öls in der Reaktionszone nur unwesentlich verkleinert hat.

Tabelle I

Abhängigkeit des Koksansatzes von Strömungsgeschwindigkeit und Art des Zusatzgases						
Vers.-Nr.	Zusatz Gas Art	Strömungsgeschwindigkeit Menge Gas m ³ /kg Teer, cm/sec	Koksansatz nach 100 Betriebsstunden			
			% des Vorheizgasvolumens	% des Schlangenvolumens	% des Teers	
1	ohne	3,5	ca 60	ca 60	ca 0,16	
2	N ₂	0,25	65	27,6	19,2	0,048
3	H ₂	0,14	42	2,0	1,3	0,0035

Man erkennt deutlich bei Vergleich von Versuch 2 mit Versuch 1 den Effekt der Durchwühlung (folgt Folge von Iertage. Die Verkokung ist auf etwa 3 % niedriger.

Versuch 3 zeigt im Vergleich zu den Versuchen 1 und 2 einen starken Effekt des Wasserstoffes, der polymerisationsverhindernd wirkt. Die Verkokung der Rohre ist praktisch verschwinden. Die verwendete Wasserstoffmenge beträgt etwa 18 % der bei der Dampfphasehydrierung im Versuch zur Anwendung gelangenen Menge.

Aus den nachstehenden Wasserstoffbilanz ergibt sich größenordnungsmäßig der Wasserstoffverbrauch, der bei der Druckdestillation von Braunkohlenteer unter Zusatz von Wasserstoff bei 15 atm Druck eintritt¹⁾

Tabelle II: Wasserstoffbilanz

	Produkt	H ₂ -Gehalt %	H ₂ -Menge g
Ein	1000 g Teer	10,91	109,1
Aus	927 g Destillat	11,05	102,3
	70 g Abschlag	9,30	6,5
	3 g KW Vergasung	ca 22	ca 0,7
	Summe		109,5
Aus-Ein	Differenz		0,4

Der chemische Wasserstoffverbrauch liegt demnach größenordnungsmäßig unter 0,1%, bezogen auf Frischteer.

In Tabelle III (Anlage) sind Versuchsbedingungen, Ausbeuten und Eigenschaften der erhaltenen Produkte der geschilderten 3 Versuche aufgeführt. Zu den Eigenschaften der bei den 3 Versuchen erhaltenen Druckdestillate ist zu bemerken, daß bei den Versuchen unter Gaszuzug (2 und 3) durch ungenügende Kühlung offenbar Verluste an Anteilen un-

¹⁾ KW-Vergasung/Frischteer = ca 0,3%

ter 200° eingetreten sind (etwa 2%) Bei Versuch 2 scheint außerdem infolge der hohen Spülmengen ($N_2 + H_2O$ Dampf) etwas Asphalt übergerissen worden zu sein. Der Durchsatz bei den Versuchen (2 und 3) war außerdem um etwa 23% höher als bei Versuch 1. Wenn weiter berücksichtigt wird, daß bei den Versuchen 2 und 3 auf etwas weniger Rückstand gefahren wurde, als bei Versuch 1, kann gesagt werden, daß die Qualität der bei den 3 verschiedenen Versuchen erhaltenen Destillate nicht sehr stark verschieden ist. Doch scheint sich der Wasserstoffzusatz auch bezüglich der Destillatqualität günstig auszuwirken.

gez. Rank.

Anlage

Hochschule
Ld 558

1941

86

A. A. A. A.

Dr. Altpeter
Telefon

Dr. Altpeter
A. A. A. A.

A. A. A. A.
A. A. A. A.

Dr. Altpeter
A. A. A. A.

10. Oktober

INDEX

14. Katalytisches Cracken verschiedener Mitteldie
auf I-Motoren.
Catalytic cracking of various middle
oils for I-gasolines.

Page nos. 87 - 99

(14) Katalytisches Cracken verschiedener Mittelöle auf L-Benzine.

(Versuche in der 50-Liter Apparatur, Of. 701, mit festangeordnetem Katalysator.)

Zusammenfassung.

Über Al-Silikat (K 6752) wurde

- a) ein paraffinbasisches (Bruchsal P 1203)
- b) ein gemischtbasisches (Rumänien P 1490)
- c) ein asphaltbasisches (Reitbrook P 1338)

Mittelöl katalytisch gekrackt.

erner wurde

- d) ein aufhydriertes Crack-b-Mittelöl aus Bruchsaler Öl

(Crackrückstand von a) in gleicher Weise verarbeitet.

Aus allen Ausgangölen liessen sich brauchbare L-Benzine (155er bzw. 165er Benzine) mit Ausbeuten von 25,0 bis 36,7 Gew.-% (bezogen auf Einspritzung) herstellen, die unraffiniert Jod-Zahlen zwischen 15,7 und 38,7 hatten.

Die Oktanzahl dieser Benzine liegt zwischen 73 und 79,8 (mit 0,12% Pb zwischen 90,2 und 93).

Die Überladekurven sämtlicher Crackbenzine liegen über der B₄-Kurve.

Der Aromatengehalt (ohne Olefine) liegt zwischen 17 und 20,5 Gew.%. Die Benzine aus gemischt- und asphaltbasischen Öl haben die meisten Aromaten.

Die in den Fällen a mit c erhaltenen Crackbenzine wurden zwecks Herabsetzung der Jod-Zahl über K 7360 (Ponardo-Mo) bei 25 at raffinerend hydriert. Hierbei wurde die Jod-Zahl auf 1,5 bis 2,5 gedrückt. Der im Falle b und c mit der Hydrierung eintretende geringe Abfall der Oktanzahl um 2 bis 3 Einheiten wird durch eine Erhöhung der Pb-Bapflichkeit mehr als ausgeglichen.

Das Überladeverhalten der hydrierten Crackbenzine ist mindestens ebensogut wie das der nicht hydrierten.

Die Original-Crackbenzine sowie die aufhydrierten olefinfreien Crackbenzine wurden mit SO₂-Propan in Restbenzin und Extrakt zerlegt. Die Überladekurve² des aus Bruchsaler Öl erhaltenen Restbenzins (mit 2 Gew.-% Aromaten) lag trotz höheren Siedepunktes (153° gegen 145°) ebenso hoch wie die B₄-Kurve.

Die aromatischen Extrakte enthalten:

2,2 bis 7 % Benzol

19 bis 27 % Toluol

39 bis 41,5 % Xylol und

11,4 bis 17,2 % höhere Aromaten.

Der Rest entfällt auf Verleuf, Zäpfchenfraktionen und Destillationsrückstand.

Die Octanzahl der Restfraktion aus der nicht direkt ersten Krackkolonne liegt zwischen 69,7 und 72,5 (mit 0,12 % Pb zwischen 91,2 und 94,5), die der Restfraktion aus der zweiten Krackkolonne zwischen 69,2 und 73 (mit 0,12 % Pb zwischen 86 und 92).

Soweit das Material reichte, wurde bei einigen benzolischen Fraktions-Zerlegung vorgenommen.

Unter Mitarbeit von:

Dr. Fürst
 Dr. Hirschberger/Lagus
 Dr. Donath
 Dr. Peters
 Dr. Bueren
 Dr. Meier
 Dr. Damm

gez. J'ree

Zur Klärung der Frage, ob auch die Reaktion zwischen H₂ und dem katalytischen Harz mit I-Benzol durchgeföhrt werden kann, wurde eine große Menge von I-Benzol (ca. 100 Liter) in einem (Bronze-, Rohre, Reaktor) in der 50-Liter-Anlage (in Bau 44) über je ein durch den Reaktor geföhrt (K 6752) geföhrt.

Um vorvorgehend möglichst vollständige Reaktionen zu erhalten, wurde bei niedrigen Temperaturen (400-420°C bzw. 10,5 bis 21,7 eV) 15 Min.-Zyklen geföhrt. Der Öldurchsatz betrug dabei 0,52 Vol./Vol.Kat/Std.

Die Tabelle enthält die Daten der Einzelzyklen, die Produktmenge sowie Menge und Zusammensetzung der Reaktionsprodukte.

Der Einfluss der Olefine auf den Knochbenzinen aus dem Harz, den sie (von Dr. Doering) bei 11 eV (322°C) und 25 at mit Dr. C. T. kg/Liter/Std. über den DHD-Katalysator K 7360 (Tonerde-Ni) schwach aufhydriert. In allen Fällen konnte die Jod-Zahl auf 100 herabgesetzt werden, ohne dass dabei die Armaten verändert wurden. Zusammensetzung und Eigenschaften der aufhydrierten Knochbenzine sind ebenfalls in Tab. I eingetragen.

Da sich Erdöl-a-Mittelöle nur in geringem (geradem) Durchgang mit guter Ausbeute auf relativ plethwarne Benzine catalytisch cracked lassen, wurde das aus Brauchaler Mittelöl erhaltene Crack-b-Mittelöl (Spalte 2 der Tab. I) (von Dr. Euren) über K 6719 (Ni-W) bei 210 at, Du = 1 kg/Liter/Std., 15 eV (280°C) 500 Liter Gas/kg Öl und (von Dr. Peters) über K 6375 (Tonerde-W-Ni) bei 250 at, Du = 1 kg/Liter/Std., 10 eV (357°C), 2000 Liter Gas/kg Öl mit 0,4 % CS₂, ohne Spaltung von AP. 56° auf AP. 72,4° bzw. 72° aufhydriert und dann erneut gekrackt (Spalte 10-12 der Tab. I).

a) Brauchaler Gasöl (P 1203)

Der von 138° bis 170° siedende Anteil dieses Erdöls mit AP. 71,9 kann als Typ eines paraffinatischen Mittelöls gelten. Das Öl ist verhältnismäßig gut spaltbar, der Anfall weist eine Benzinkonzentration (E = 165°) von 43,7 Gew.% auf. Die Koks- + Gasverluste betragen auf Benzin + Koks + Gas bezogen 29,3 %.

Die Vergasung besteht zum Überwiegenden Anteil aus Butan (65 Gew.% der Gasatzmenge, davon ca. 90% i-Butan).

Die Gesamtvergasung (11,7 %) setzt sich zusammen aus:

0,05 %	H ₂	
0,35 %	CH ₄	+ O ₂ H ₅
0,19 %	C ₂	H ₄
0,93 %	C ₃	H ₆
2,56 %	C ₃	H ₆
0,29 %	C ₄	H ₈
7,75 %	C ₄	H ₁₀ (ca. ca. 90% i-C ₄ H ₁₀)
11,00 %		

Die Olefinvergasung (C_2H_4 , C_3H_6 , C_4H_8) beträgt 1,1 % (bezogen auf Einspritzung) und die Trockengasmenge (H_2 , CH_4 , C_2H_4 , C_2H_6) 0,59 Gew.-%.

An H_2 werden meist pro 10 Mitteldeckspritzung (Spritze) rund $5,5 \text{ Nm}^3$ erhalten.

Das stabilisierte Krack-I-Benzin hat bei $\Sigma = 155^\circ$ eine Jod-Zahl von 15,7 und 56,5 % bis 100° siedende Anteile. Es besteht zu 62,4 % aus Paraffinen und zu 19,5 % aus Aromaten (ungefähr, da die Bestimmung durch Olefine gestört ist). Der Olefingehalt nach der H_2SO_4 -Methode ist 3%, nach der Jod-Zahl 6%. Dampfdruck, gum-Test und Kupper-Schale sind - ohne jede Raffination - in Ordnung. Oktanzahl und Überladung sind gut (75,2/93,8; besser als B_4).

Nach dem Aufhydrieren geht die Jod-Zahl auf weniger als 4 zurück. Das Benzin wird etwas flüchtiger (55% bis 100°), wodurch die Oktanzahl auf 76/94 ansteigt. In Überladeverhalten wird das Benzin durch die Aufhydrierung ebenfalls etwas besser. Der wahre Aromatengehalt des aufhydrierten Krackbensins ist 17 Gew.-%.

Das bei der Krackung anfallende b-Mittelöl ist mit AP. 56° ein noch sehr gutes Dieselöl.

b) Russisches Gasöl (F 1490)

Das Einspritzöl mit AP. $63,5^\circ$ bei den Siedegrenzen $160-357^\circ$ kann als Typ eines gemischtbasischen Mittelöls gelten. Gegenüber dem paraffinbasischen Bruchöl geht die Spaltung etwas zurück (155er Benzinkonzentration im Anfall = 50,6 %). Die absolute Gasmenge geht fast auf die Hälfte zurück, dagegen steigt die Koks menge etwas an.

Die Koks- + Gasverluste bezogen auf Benzin + Koks + Gas sind mit 27,7 % gegenüber dem Bruchöl nur wenig geringer.

Die Gesamtvergasung in Höhe von 6,7 % (bezogen auf Einspritzung) besteht wieder zum größten Teil aus Butan (51 %), das zu etwa 90 % in i-Form vorliegt. Die Gesamtvergasung setzt sich zusammen aus:

0,02 %	H_2
0,38 %	$CH_4 + C_2H_6$
0,19 %	C_2H_4
1,00 %	C_3H_6
1,26 %	C_3H_8
0,47 %	C_4H_8
3,38 %	C_4H_{10} (ca. 90 % i- C_4H_{10})
6,70 %	

Die Olefinvergasung (C_2H_4 , C_3H_6 , C_4H_8) beträgt 1,66 %, die Trockengasmenge (H_2 , CH_4 , C_2H_4 , C_2H_6) 0,59 %, alles bezogen auf Einspritzung.

Prüfung ...
 Die ...
 Bei ...
 Die ...
 Die ...
 Die ...

c) Reaktion ...

Der ...
 Die ...
 Die ...

0,06 %	H ₂
0,55 %	CH ₄ + C ₂ H ₆
0,40 %	C ₂ H ₄
1,15 %	C ₃ H ₆
1,24 %	C ₃ H ₈
0,50 %	C ₄ H ₁₀
7,54 %	C ₄ H ₁₀ (0,50 % C ₄ H ₁₀)
0,50 %	

Die ...
 Die ...
 Die ...

Das ... mit ...
Der ...
...
...

...
...
...

...
...
...

Vergleichendes Krack-...

...
...
...
...
...

...
...
...

... (1, Gew %) ...

0,00 %	E ₂
0,14 %	C ₂ H ₄
0,17 %	CH ₄ + C ₂ H ₆
0,14 %	C ₃ H ₈
0,14 %	C ₃ H ₆
0,14 %	C ₃ H ₄
0,14 %	C ₃ H ₂
0,14 %	C ₃ H
0,14 %	C ₃ H ₀ (mit 10 % CO + H ₂ O)
0,14 %	

Die ...
...
...

A: ...

Das (100% veredert) Krackbenzin hat die Oktanzahl 22,5 (stabilisiert) mit 0,5% bis 100° siedende Anteile und der Oktanzahl = 77,3 mit 12% Aromaten (ohne Olefine). Der Oktanwert nach der H₂SO₄-Methode beträgt 97,5, nach der Jod-Zahl 97,5.

Das aufgedestillierte Krack-b-Mittelöl hat ein aromatenreicheres Krackbenzin als das a-Mittelöl. Der Aromatengehalt dieses Benzins ist mit 25% höher als bei allen anderen Krackbenzinen. Demnach ist es die durch die Verhydrogenierung des a-Mittelöls entstehenden Verhydrogenierungsprodukte im Hauptteil aufzusuchen.

Die Tests des Benzins sind ohne Rücksicht auf Oktanwert, und Überladeverhalten angegeben.

In a-Mittelöl 1/2 der AP. von ca. 120 auf 125° abgenommen.

SO₂-Proper-Zerlegung der Benzine (Tab. II)

Die aus a-Mittelölen gewonnene katalytischen Krackbenzine liefern 20,5 bis 25% Extrakt (76 bis 79,5% Restbenzin), die aufhydrierten Krackbenzine 16,5 bis 19,5% Extrakt. Danach werden durch das Aufhydrieren etwa 4% Olefine in Paraffine umgewandelt.

Das aus dem verederten b-Mittelöl (P 1203) entstandene Krackbenzin liefert nur 9,4% Extrakt.

Die aromatenreichen Restbenzine aus a-Mittelölen haben eine Aufhydrierung Oktanzahl 69,7 bis 72 (M.-Meth.), mit 0,12% Pb 91,2 bis 93,5, nach der Aufhydrierung 69,2 bis 73 bzw. 80 bis 92.

Die höchste Oktanzahl (72,5) hat das Restbenzin der Krackung vom verhydrogenierten b-Mittelöl (P 1203). In diesem Restbenzin ist auch die höchste Pb-Empfindlichkeit (94,5).

Während die bis 100° siedenden Anteile der Restbenzine in der Oktanzahl nur wenig schwanken (78 bis 80, mit 0,12% Pb 97-100,5), sind in den über 100° siedenden Anteilen grosse Unterschiede in der Oktanzahl vorhanden (47,3 bis 60,8). Die beste Oktanzahl in diesem Anteil hat mit 60,8 wieder das Benzin aus verhydrogeniertem b-Mittelöl (P 1203).

Der überwiegende Anteil der Extrakte nimmt die Xylole-Fraktion mit 39 bis 51,4% ein. Da das gute Überladeverhalten der katalytischen Krackbenzine in der Hauptsache auf ihrem Aromatengehalt beruht, und o-Xylole aber ein schlechtes Überladeverhalten zeigt, kann man annehmen, dass die Xylole der katalytischen Krackbenzine vorwiegend die m- und p-Form enthalten.

Die Toluol-Fraktion ist zu 19 bis 28% in den Extrakten enthalten, höhere Aromaten (über Xylole) zu 5 bis 17,2%.

Benzol ist in Mengen von 2,2 bis 7% vorhanden.

Der Extrakt aus dem katalytischen Krackbenzin des verhydrogenierten b-Mittelöls (P 1203) hat den geringsten Gehalt an Benzol (2,2%) und Toluol (19,0%).

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

Spez. G...	0,722	0,770	0,733	0,770
A.P. I	17,70	19,0	17,70	44,0
A.P. II	04,13	05,20	05,00	61,0
Jed-K...	11,7	4	38,7	1,0
B...	43,0	43	45,0	46,0
-	27	26,5	21	21
- 100°	47,5	52	45	43
- 120°	55,5	63	55	54
- 150°	74	81	73	75
B	97	90,5	95	96,5
	1550/90,8%	1530/91	1550/99	1570/97
* Paraffine	63,4	63,6	55,0	57,0
* Naphthene	13,1	18,4	13,5	21,0
* Aromaten	19,5	17,0	24,5	20,0
* Olefine	3,0	1,0	4,0	2,0
OZ (Motor)	75,2	76	74,7	72
+ O...	31,0	94	-	92,5
Dampfdruck	0,104	0,453	0,400	-
ng gun vorner	0,04		1,9	1,6
ng gun nachher	19,0/5,0		7,7	67,4/
Kupfer-Signale	1,108		3,0	1,0
Überladung	ca. 1,5 at	ca. 1,5 at	ca. 1,5 at	ca. 1,5 at
	über B ₄	über B ₄	über B ₄	über

Spez. G...	0,842	0,810	0,835	0,842
A.P.	11,0	11,0	11,50	11,0
B...	184°	184°	180°	180°
- 200°	10,0	10,0	10,0	6,5
- 225°	22,0	4,0	19,0	29,0
- 250°	43,0	6,0	40,0	53,0
- 275°	61,0	81,5	50,0	73,0
- 300°	81,0	93,5	74,0	86,0
- 325°	91,0	95,0	86,0	91,0
- 350°	97		97,0	
B	340°		350°	

Spez. G... 0,842 0,810 0,835 0,842
 A.P. 11,0 11,0 11,50 11,0
 B... 184° 184° 180° 180°
 - 200° 10,0 10,0 10,0 6,5
 - 225° 22,0 4,0 19,0 29,0
 - 250° 43,0 6,0 40,0 53,0
 - 275° 61,0 81,5 50,0 73,0
 - 300° 81,0 93,5 74,0 86,0
 - 325° 91,0 95,0 86,0 91,0
 - 350° 97 97,0
 B 340° 350°

Leucht Krackversuche in

Tabella I

95

Rundr.
Gasöl
P. 1490

Reinigungs-
Gasöl
P. 1490

Reinigungs-
Gasöl
P. 1490

Einspr.-
Produkt

Benzin v.
Spalte 5
(E-159°)
aufhydr.
Über
K 7360
bei 16 mV
25 at
D₄ = 0,7

Benzin v.
Spalte 8
aufhydr.
Über
K 7360
bei 16 mV
25 at
D₄ = 0,7

Produkt

Reinigungs-
Gasöl
P. 1490
aufhydr.
Über
K 7360
bei 16 mV
25 at
D₄ = 0,7
(red. -155°)
77,4% Ausb.

0,731
41,70
63,00
38,7
45,0
21
45
55
73
95
159°/99
55,0
16,5
24,5
4,0
1,7
1,400
1,9
7
3,0
ca.1,5 at
über B₄

0,731
41,70
63,00
38,7
45,0
21
43
54
75
98,5
157°/99
57,0
21,0
20,0
2,0
72
92,5
1,6
67,4/45,3
1,0
ca.1,5 at
über B₄

0,731
41,30
62,80
27,4
45,0
25
47
58
77,5
96
160°/99
54,5
17,0
24,5
4,0
79,8
90,2
0,395
1,2
14,4/11,3
2,2
ca.1,5 at
über B₄

0,726
41,50
61,90
3,5
40
25
47,5
59
79
96
161°/99
58,0
21,0
20,5
0,5
77,0
94,0
0,531
2,1
44,2/33,5
2,9
ca.1,5 at
über B₄

0,718
50,80
60,80
22,5
42,0
29
56,5
61,5
80
97
155°/99
59,0
26,0
12,0
3,0
73
93
0,470
0,9
10,3/3,2
1,8
ca.1,5 - 2 at
über B₄

0,835
63,50
180°
6,0
19,0
40,0
56,0
74,0
86,0
93,0
357°

0,842
510°
180°
6,5
29,0
53,0
73,0
86,0
93,0
350°

0,848
560°
193°
1,0
11,0
33,5
54,5
74,0
87,0
96,5
350°/98,5

0,878
50,50
187°
10
38
57
75
86
94
98,5
350°

0,804
72,40
193°
5,0
35,0
66,0
88,0
-
-
297°

0,800
720°
160°
16,5
44,5
69,5
86,0
95,5
-
-
303°

0,806
62,50
172°
18,5
50,5
75,5
91,0
97,0
-
-
315°

ANALYSE DER VERBRENNDEN SUBSTANZ DER ERACHTUNG VON TAB. I

Substanz	P 1203		P 1490		P 1538		Vörhydr. Kiesel- Mischg. aus P 1
	2	3	4	5	6	7	
dtto. anhydr.	19,5	16,0	19,4	15,0	19,4	19,5	36,0
dtto. anhydr.	20,5	16,5	19,8	21,0	19,8	19,5	9,4
dtto. anhydr.	0,696	0,695	0,708	0,705	0,708	0,699	0,699
dtto. anhydr.	57,9%	57,0%	61,0%	60,0%	61,0%	61,5%	61,5%
dtto. anhydr.	64,5	63,2	67,8	66,5	67,8	67,8	67,8
dtto. anhydr.	39,8	44	45,6	44	45,6	41,6	41,6
dtto. anhydr.	34	34	35,5%	37%	35,5%	30,5%	30,5%
dtto. anhydr.	55,5%	52,5%	53%	52,5%	53%	57%	57%
dtto. anhydr.	65,5%	70	63,5%	63,5%	63,5%	66,5%	66,5%
dtto. anhydr.	73,5%	85,5%	79,5%	79,5%	79,5%	85,5%	85,5%
dtto. anhydr.	90,0%	97,5%	96,5%	96,5%	96,5%	96,5%	96,5%
dtto. anhydr.	153	151,9	155	155	155	155	155
dtto. anhydr.	73,0	75,8	71,5	72,0	71,5	73,0	73,0
dtto. anhydr.	17,5	22,5	16,5	21,5	16,5	26,5	26,5
dtto. anhydr.	2,0	0,5	1,0	4,0	1,0	0,5	0,5
dtto. anhydr.	1,5	0,5	1,0	2,3	1,0	0,5	0,5
dtto. anhydr.	69,7*	72,0	69,0	70,5	69,0	73,0	73,0
dtto. anhydr.	91,2	92,0	95,0	91,2	95,0	91,5	91,5
dtto. anhydr.	90,0	100,5	78,0	100,5	78,0	79,0	79,0
dtto. anhydr.	100,5	100,5	100,5	100,5	100,5	100,5	100,5
dtto. anhydr.	21,4	0,745	33,4	25,0	33,4	28,2	28,2
dtto. anhydr.	0,745	61,7	0,746	0,751	0,746	0,751	0,751
dtto. anhydr.	63,7	109	59,7	57,2	59,7	58,5	58,5
dtto. anhydr.	109	25%	61,4	61,2	61,4	60,1	60,1
dtto. anhydr.	25%	91,5%	100	107	100	106	106
dtto. anhydr.	91,5%	160	46%	33,5%	46%	46%	46%
dtto. anhydr.	160	160	91,5%	91,5%	91,5%	93,5%	93,5%

Spek. Gew.
A.P. I
A.P. II
P-Gr
1000
- 150

76,8
72,0
0,5
0,5
72,0
92,0

72,0
21,0
4,0
2,0
70,0
91,0

73,0
26,5
0,5
73,0
91,8

70,5
99,5
26,2
0,751
58,50
60,10
106
46%
93,5%
155

65,5
27,0
5,0
2,5
57,8

0,660
0,871
- 59,9°
- 60,2°
73°
14°
4,5
7,0
3,6
27,4
4,8
39,0
0,4
5,2

72,0 21,0 4,0 2,0 70,0 91,0
 73,0 26,5 0,5 73,0 91,8
 70,5 99,5 26,2 0,751 58,50 60,10 106 46% 93,5% 155
 65,5 27,0 5,0 2,5 57,8
 0,660 0,871 - 59,9° - 60,2°
 73° 14° 4,5 7,0 3,6 27,4 4,8 39,0 0,4 5,2

76,8 72,0 21,0 4,0 2,0 70,0 91,0
 72,0 21,0 4,0 2,0 70,0 91,0
 0,5 0,5 72,0 92,0
 80,0 100,5
 31,4
 0,748
 61,70
 63,70
 1090
 26%
 91,5%
 150
 E
 % Paraffine
 % Xanthene
 % Anthracen
 % Olefine
 75,0
 20,0
 2,5
 1,5
 47,7
 75,2

0,665 - 55,6°
 0,871 - 47,6°
 0,857 - 51°
 0,872 - 59,9°
 0,660 - 53,1°
 73°
 14°
 4,5
 7,0
 3,6
 27,4
 4,8
 39,0
 0,4
 5,2

5,2
 2,2
 20,8
 3,8
 21,6
 15,4
 10,5
 5,2
 2,2
 25,2
 2,4
 40,6
 17,2
 10,5
 73°
 14°
 4,5
 7,0
 3,6
 27,4
 4,8
 39,0
 0,4
 5,2

76,8 72,0 21,0 4,0 2,0 70,0 91,0
 72,0 21,0 4,0 2,0 70,0 91,0
 0,5 0,5 72,0 92,0
 80,0 100,5
 31,4
 0,748
 61,70
 63,70
 1090
 26%
 91,5%
 150
 E
 % Paraffine
 % Xanthene
 % Anthracen
 % Olefine
 75,0
 20,0
 2,5
 1,5
 47,7
 75,2

0,665 - 55,6°
 0,871 - 47,6°
 0,857 - 51°
 0,872 - 59,9°
 0,660 - 53,1°
 73°
 14°
 4,5
 7,0
 3,6
 27,4
 4,8
 39,0
 0,4
 5,2

5,2
 2,2
 20,8
 3,8
 21,6
 15,4
 10,5
 5,2
 2,2
 25,2
 2,4
 40,6
 17,2
 10,5
 73°
 14°
 4,5
 7,0
 3,6
 27,4
 4,8
 39,0
 0,4
 5,2

76,8 72,0 21,0 4,0 2,0 70,0 91,0
 72,0 21,0 4,0 2,0 70,0 91,0
 0,5 0,5 72,0 92,0
 80,0 100,5
 31,4
 0,748
 61,70
 63,70
 1090
 26%
 91,5%
 150
 E
 % Paraffine
 % Xanthene
 % Anthracen
 % Olefine
 75,0
 20,0
 2,5
 1,5
 47,7
 75,2

t) Überlede-
 kurve zeigt
 sich mit
 S₄-Kurve

97-

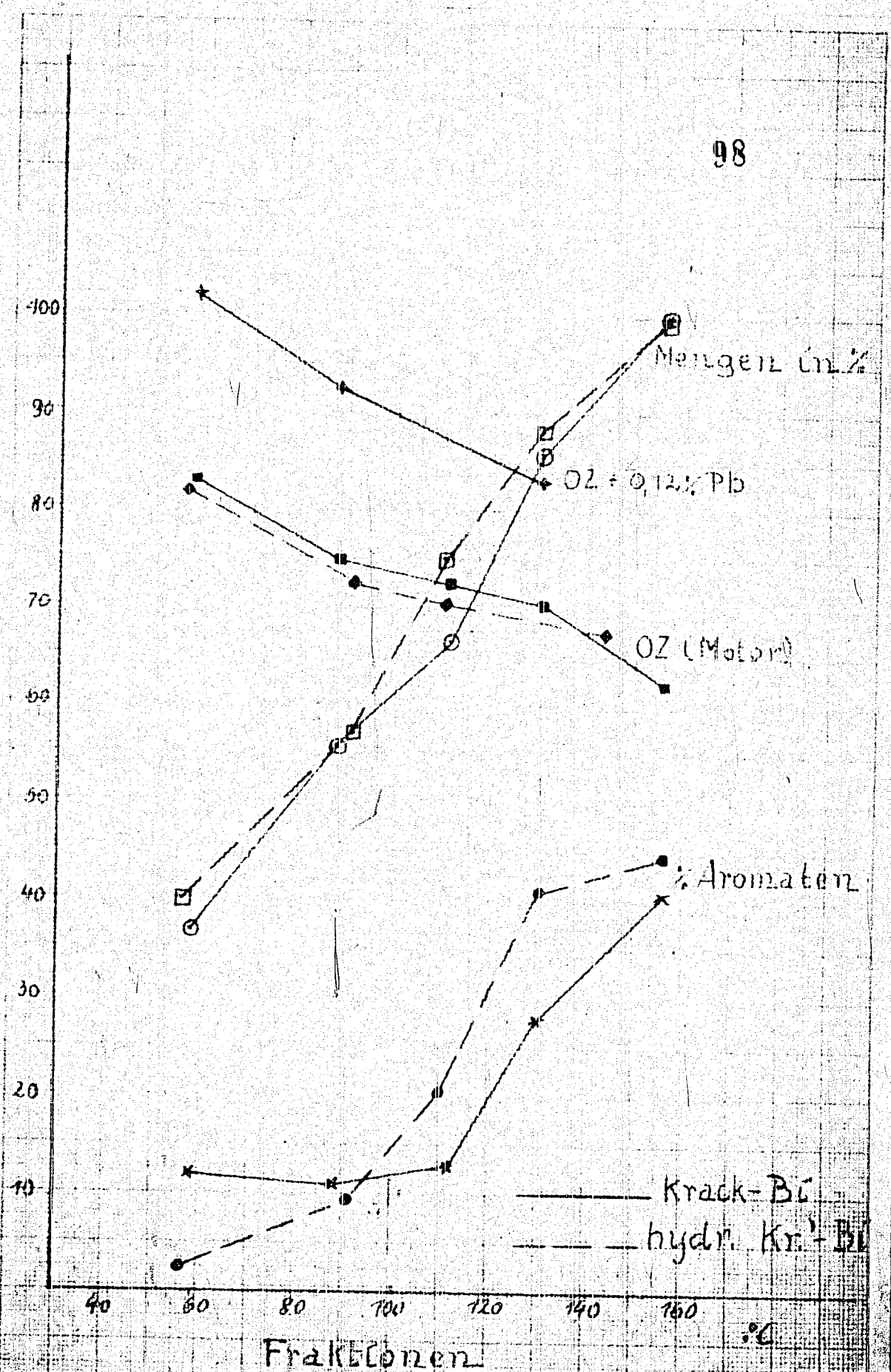
26

1950
1951
1952
1953
1954
1955
1956
1957
1958
1959
1960
1961
1962
1963
1964
1965
1966
1967
1968
1969
1970
1971
1972
1973
1974
1975
1976
1977
1978
1979
1980
1981
1982
1983
1984
1985
1986
1987
1988
1989
1990
1991
1992
1993
1994
1995
1996
1997
1998
1999
2000
2001
2002
2003
2004
2005
2006
2007
2008
2009
2010
2011
2012
2013
2014
2015
2016
2017
2018
2019
2020
2021
2022
2023
2024
2025

Alt. hydr.	Wicht. 170-140°	Krackbl P 1203	Alt. hydr.	Krackbl P 1130	Wicht. hydr.	Wicht. hydr.	Krackbl P 1203	Alt. hydr.	Krackbl P 1130	Wicht. hydr.	Wicht. hydr.
9		2	3	5	9	140°	140°	140°	140°	140°	140°
19,0	19,4	17,5	17,5	17,5	19,8	14,3	14,3	14,3	14,3	14,3	14,3
0,766	0,764	0,797	0,797	0,797	0,801	0,794	0,794	0,794	0,794	0,794	0,794
34,60	38,50	31,60	31,60	31,60	16,90	21,20	21,20	21,20	21,20	21,20	21,20
59,60	63,40	61,10	61,10	61,10	60,40	57,80	57,80	57,80	57,80	57,80	57,80
97°	118°	118°	118°	118°	122°	140°	140°	140°	140°	140°	140°
3,0	64,0	68,0	68,0	68,0	40,5	91,0	91,0	91,0	91,0	91,0	91,0
74,0	97,0	97,0	97,0	97,0	74,0	92,0	92,0	92,0	92,0	92,0	92,0
94,0	142	142	142	142	142	142	142	142	142	142	142
126											
199,0	55,5	40,0	40,0	40,0	40,0	50,0	50,0	50,0	50,0	50,0	50,0
27,0	15,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0	10,0
26,0	26,0	11,5	11,5	11,5	45,0	41,0	41,0	41,0	41,0	41,0	41,0
	1,0										
9,6	10,8	7,4	7,4	7,4	9,0	7,8	7,8	7,8	7,8	7,8	7,8
5,1	3,0	2,8	2,8	2,8	2,7	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
2,3	5,4	1,5	1,5	1,5	1,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1	0,1
	0,2										
79,0	70,2	71,5	71,5	71,5	72,0	67,4	67,4	67,4	67,4	67,4	67,4
86,8	83,0	87,5	87,5	87,5							

Beimig
- 130°
- 140°
Z

4) Oz der Mischung aus Frakt. 120 und 140

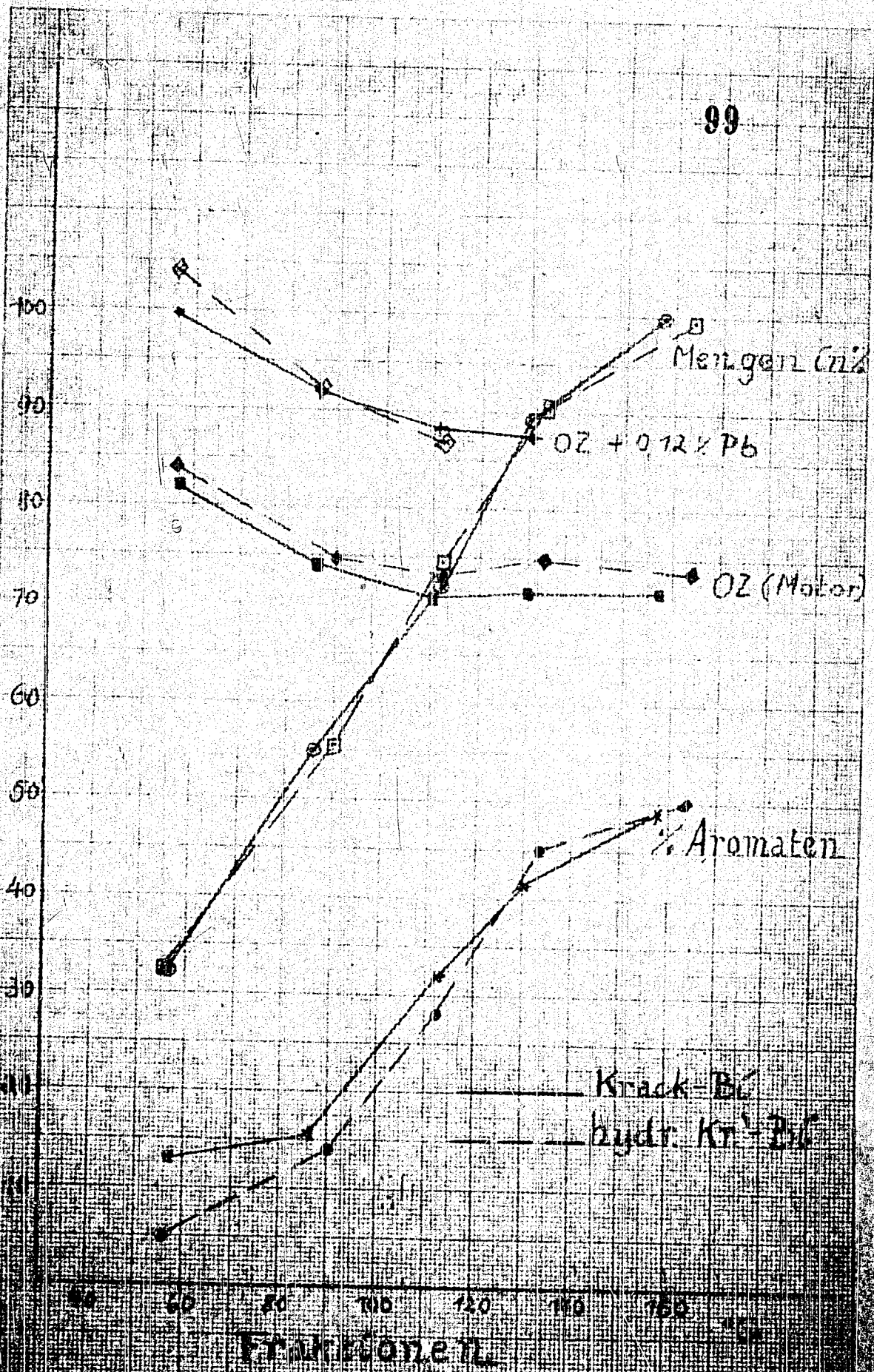


I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein.

P 1203

Blatt 1

Fv



15.
... ..
... ..
... ..
... ..

A. ...

...

...

...

15

... Katalytische ...

Die ... 100 000 ...

- 1) 20 000 Tafe Straight run Benzol für HF
- 2) 20 000 ...
- 3) 40 700 ...
- 4) 6 500 ...

Die 20 000 Tafe Straight run Benzol können in der vorhandenen HF Anlage verarbeitet werden. Kapazität der Anlage (je nach Qualität des Rohbensins) 100 000 Tafe Rohbenzin bei 8 700 Stunden. Die Kapazität der HF Anlage kann also nur ausgenutzt werden, wenn zusätzlich Fremd Benzol eingesetzt wird. Die Beschaffung von Fremdbenzin ist jedoch in die Zukunft fraglich, mindestens beschränkt. Aus diesem Grunde ist es erwünscht, aus oben genannter Verarbeitungsstelle anstatt des Straight run Benzins noch weiteres Benzol einzusetzen. Der Einsatz eines solchen Benzins in HF wird ermöglicht durch die hydrierende Refination bzw. Sondersierung geeigneter Produkte aus der Erdölverarbeitung der Deurag Anlage in der Lohau. Die 40 700 Tafe Thern-Krackbenzin können zum größten Teil (165°C) durch eine Vorhydrierung für die HF Anlage einsetzbar gemacht werden. Aus der Thern-Krackanlage stehen weiter 6 500 Tafe Dieselöl zur Verfügung, die ursprünglich in das Straight run Dieselöl gegeben werden sollten. Diese kleine Menge kann zusammen mit dem nachfolgenden Anteil des thernischen Crackbenzins nach Vorhydrierung in die katalytische Crackanlage eingesetzt werden. Für die katalytische Crackanlage sind weiter geeignet die Gesamtmenge von 96 000 Tafe Straight run Gasöl. (Die anfänglichen Mengen von 84 000 Tafe Petroleum und 42 000 Tafe Spindelöl-Destillat verbleiben der Deurag zum Forttrieb). Die Kapazität der katalytischen Crackanlage errechnet sich also zu:

100 700 Jato
5 600
5 200
100 700 Jato

Aus der Verarbeitung dieser 100 700 Jato werden 5 000 Jato
Dissolvent als Nebenprodukt (Fall I) oder auch dem
Verwechsellas durch Veresterung als E-Methan (Fall II) oder in
die HF Anlage (Fall III) abgeleitet werden. Ein weiterer Fall
IV ist noch vorgesehen, deren Zweck die Katalytische Zersetzung die
oben genannten Einstoffe durch Veresterung einer Fettsäure
darstellung ist in K. H. zur Herstellung.

Vorverarbeitung für die Flüssigphase der Erdölverarbeitung aus der
HF Anlage zur Verfügung stehende Kapazität. Diese Menge ist abhän-
gig davon, welches Produkt und welche Qualität an HF Anlage verar-
beitet. Bei voller Auslastung der Kapazität sind bei vollem Einsatz
der vorhandenen Linienkapazität ca. 4 700 m^3/h
zur Verfügung stehen. (Diese Zahl kann für die neu vorgesehenen
Einbauprodukte nur mit aller Vorsicht übernommen werden.)

Die aus den angegebenen Fällen I-IV nach ergebenden Arbeitsweisen
werden im einzelnen ausgeführt und insbesondere der für den jewei-
ligen Hydrierteil notwendige Wasserstoff berechnet.

Für die einzelnen Fälle des Hydrierteils sind folgende Mengen von
Wasserstoff

I.	40 700 Jato	Ther. Kr. III	5 600	"	"	Die
II.	40 700 Jato	Ther. Kr. II	6 600	"	"	Die
	53 400	"	Katal. (K. H. Die)	"	"	Die
III.	40 700 Jato	Ther. Kr. III	6 600	"	"	Die
	53 400	"	Kat.	"	"	Die
IV.	40 700 Jato	Ther. Kr. II	6 600	"	"	Die
B-Produkt der Totalität Krackung (8 abler folgen)						

aus: Becken

an: Dir. Dr. Schneck / Dr. Becker
Dir. Dr. Herold
Dr. Kaufmann
Dr. Kießing
Dr. Kelt
Dr. Hartmann
Anton S. B. S. S.

thers. Krackbenzin nicht in Mischung mit straight run Benzin 1
 direkt in die H-D-Anlage eingesetzt werden kann, das Krackbenzin
 bei 50 Atm Druck mit regenerierbarem Kontakt mit Wasserstoff
 raffinieren. Auf Grund von Kleinversuchen kann für eine solche An-
 lage ein Durchsatz von mindestens 0,5 kg/Ltr./h. 1 m³ Kreislauf
 gas je kg Benzin bei einer Zykluslänge von mindestens 100 Stunden
 eingesetzt werden. Der Wasserstoffverbrauch wird auf höchstens
 150 Bar/kg H₂ geschätzt. Vor Überführen dieser Fahrweise in den
 Betrieb wäre mit einem dem künftigen Einsatzprodukt möglichst ähnli-
 chen Krackbenzin ein Versuch nötig. Der Rückstand aus dieser Raffi-
 nation ist für 6434 einsetzbar, während er nicht für das katalyt.
 Kracken verwendbar ist. Durch Anwendung dieser Refination würde
 die Vorhydrierungsstufe bei 300 Atm. in Wegfall kommen.

gez. Becker (M)
 gez. Doman
 gez. Simon

10. In neuer Leinwand-...
der ...
...
...

...
...
...

... 104 - 105

Ein neues Kombinations-Verfahren zur Erhöhung der
L-Benzinausbeute beim katalytischen Cracken.

Bei der Verarbeitung von Erdölprodukten auf L-Benzin durch katalytische Crackung hat man eine recht erhebliche Vergasung in Kauf zu nehmen. So erhält man beispielsweise aus Erdöl-Mittelölen verschiedener Herkunft etwa 25 bis 35 Gew. % L-Benzin und 5-12 Gew. % Gas (auf Einspritzung bezogen).

Die auf L-Benzin + Vergasung bezogenen Gasverluste (ohne Koks) liegen etwa zwischen 14 und 25 %.

Zum Unterschied von der thermischen Crackung enthält diese Vergasung nur wenig Olefine. Sie besteht zu rund 60 Gew. % aus Butan, das zu ca. 90 % in der i-Form vorhanden ist.

Der i-Butananfall beim katalytischen Cracken auf L-Benzin ist demnach ziemlich erheblich, sodaß der Gedanke nahe liegt, dieses i-Butan einer Alkylierung zuzuführen. Bei reiner Erdölverarbeitung erhält man aber nur so wenig ungesättigtes Gas, daß der Butylenanfall zwischen ca. 0,2 und 0,6 Gew. %, der Butylen + Propylenanfall zwischen 0,6 und 1,8 Gew. % (bezogen auf Einspritzung) liegt. Eine Alkylierung wäre, um den i-Butananfall einer katalytischen Crackanlage auf Erdölbasis aufzuarbeiten, also immer auf Fremdolefine angewiesen.

Dieses Mißverhältnis kann man in sehr einfacher Weise dadurch beseitigen, daß man von Zeit zu Zeit zwischen die Erdölcrackung eine Crackung von Produkten der CO-H₂-Synthese einschleibt. Dabei ist es - wie weiter unten ausgeführt wird - gleichgültig, ob man Schwerbenzin- oder höhersiedende Fraktionen wählt.

Bei einer solchen Arbeitsweise würden, ohne jede Änderung der Crackanlage (man braucht nur ein zusätzliches zweites Einspritzgefäß für das Syntheseprodukt) folgende Verhältnisse vorliegen:

Die normale Verarbeitung von Erdöl wird beispielsweise neben 30 % L-Benzin 10 % Gas liefern. Da man hier nur in geradem Durchgang arbeiten kann, erhielte man aus einem gegebenen Erdölprodukt konstant:

30 %	L-Benzin (stabilisiert mit Jod-Zahl ≈ 20)
10 %	Gas
3 %	Koks
57 %	Mittelöl
100 %	

Die reine Vergasung bezogen auf L-Benzin + Vergasung beträgt 25 %.

Die 20 % Gas setzen sich zusammen aus 6 % Butan mit 90 % i-Butan. Der i-Butananfall wäre 5,4 %.

Durch Alkylierung lassen sich aus 5,4 kg i-Butan mit katalytischen Spaltbenzinfractionen von CO-H₂-Syntheseprodukten 8,5 kg Alkylatbenzin (N = 150) mit Jodzahl 0,3 und OZ = 78,5/99 oder 6,8 kg Alkylatbenzin (N = 75) mit Jodzahl 1,0 und OZ = 86,5/109 herstellen.

Gibt man diese Alkylatbenzine in das Krackbenzin so er-
geben sich nunmehr folgende Ausbeuten:

a) Alkylat (E = 150°)	b) Alkylat (E = 75°)
36,5 % L-Benzin	36,8 % L-Benzin
4,6 % Gas	4,6 % Gas
3,0 % Koks	3,0 % Koks
<u>57,0 % Mittelöl</u>	<u>57,0 % Mittelöl</u>
103,1 %	101,4 %

Die reine Vergasung bezogen auf Benzin + Vergasung beträgt jetzt bei
a) 10,7 % bei b) 11,1 % gegenüber 25 % bei der Krackung allein.

Im Fall a) müßten 103,1 - 100 = 3,1 % in Fall b) 1,4 %
olefinhaltiges Spaltprodukt in die Reaktionsprodukte der katalyt.
Erdölkrackung eingefügt werden.

Das Mischbenzin würde bei a) OZ = 78/94, bei b) OZ = 79/96
gegenüber 76/92 beim Erdöl-Krackbenzin haben. Die Jod-Zahl würde
von 20 auf 15,7 bei a) und auf 16,5 bei b) sinken.

Die Erzeugung der olefinischen Spaltprodukte aus CO-H₂-
Syntheseprodukte ist sehr einfach. Da hier hohe Jod-Zahlen er-
wünscht sind, würde man z.B. nach dem normalen 15 Min.-Krackcyklus
für Erdöl ohne Regeneration von Zeit zu Zeit auf Syntheseprodukt um-
schalten, zweckmäßig unter Steigerung der Kracktemperatur^{x)} und nur
so viel Syntheseprodukt verarbeiten wie die Alkylierung gebraucht.
Da diese Mengen relativ gering sind, kann man sogar an und für sich
schon spaltbare Fraktionen, wie Schwerbenzin einsetzen. Für die Ver-
arbeitung kommen alle Spaltprodukte vom C₄ bis E = 150° in Betracht.
Der ungespaltene Rest der Syntheseprodukte wird in die Spaltung zu-
rückgeführt, denn diese Produkte lassen sich im Gegensatz zu Erdölen
völlig aufspalten. Dadurch ist die Menge des benötigten teuren Syn-
theseproduktes gering.

Mit Syntheseprodukten wurden folgende Spaltungsergebnisse
erhalten:

a) Kogasin 150 - 200°

74 % C ₄ + Benzin - 75° (Jod-Zahl des Benzins = 210)
20 % C ₄ + Benzin - 150° (Jod-Zahl des Benzins = 190)

b) Kogasin 200 - 350°

21,5 % C ₄ + Benzin - 75° (Jod-Zahl des Benzins = 200)
27 % C ₄ + Benzin - 150° (Jod-Zahl des Benzins = 185)

Der Flüssiggasanfall der Krackung von Syntheseprodukten ist zu 70-80 %
olefinisch.

x) Verlängerung der Krackcyklen und Temperaturerhöhung steigern
die Jod-Zahl der Spaltprodukte.

Mit Produkten der Michael-Synthese oder mit Zwischen-
produkten der Sommelettsche werden noch bessere Ergebnisse
erhalten.

Du alle solche kombinierte Krack-Allylierung, die bei
einer C₄-Trennkolonne verfahren wird, wird durch die
Flussfall der Anlage verarbeitet. Die C₄ der Krack-
den Synthesen wird nicht verwertet.

Den Berechnungen der speziellen Anlage sind die folgenden
Krack- und die Allylierungsversuche von Dr. B. von Grunke

In der 50-Liter-Apparatur sind die Analysen so wie in
dem Maßstab aufzuführen.

von Frey
von Baeren

17. Fermentation, 1940, 1941 -
General notes, 101, 102, 103, 104, 105, 106, 107, 108, 109, 110, 111, 112, 113, 114, 115, 116, 117, 118, 119, 120, 121, 122, 123, 124, 125, 126, 127, 128, 129, 130, 131, 132, 133, 134, 135, 136, 137, 138, 139, 140, 141, 142, 143, 144, 145, 146, 147, 148, 149, 150, 151, 152, 153, 154, 155, 156, 157, 158, 159, 160, 161, 162, 163, 164, 165, 166, 167, 168, 169, 170, 171, 172, 173, 174, 175, 176, 177, 178, 179, 180, 181, 182, 183, 184, 185, 186, 187, 188, 189, 190, 191, 192, 193, 194, 195, 196, 197, 198, 199, 200, 201, 202, 203, 204, 205, 206, 207, 208, 209, 210, 211, 212, 213, 214, 215, 216, 217, 218, 219, 220, 221, 222, 223, 224, 225, 226, 227, 228, 229, 230, 231, 232, 233, 234, 235, 236, 237, 238, 239, 240, 241, 242, 243, 244, 245, 246, 247, 248, 249, 250, 251, 252, 253, 254, 255, 256, 257, 258, 259, 260, 261, 262, 263, 264, 265, 266, 267, 268, 269, 270, 271, 272, 273, 274, 275, 276, 277, 278, 279, 280, 281, 282, 283, 284, 285, 286, 287, 288, 289, 290, 291, 292, 293, 294, 295, 296, 297, 298, 299, 300, 301, 302, 303, 304, 305, 306, 307, 308, 309, 310, 311, 312, 313, 314, 315, 316, 317, 318, 319, 320, 321, 322, 323, 324, 325, 326, 327, 328, 329, 330, 331, 332, 333, 334, 335, 336, 337, 338, 339, 340, 341, 342, 343, 344, 345, 346, 347, 348, 349, 350, 351, 352, 353, 354, 355, 356, 357, 358, 359, 360, 361, 362, 363, 364, 365, 366, 367, 368, 369, 370, 371, 372, 373, 374, 375, 376, 377, 378, 379, 380, 381, 382, 383, 384, 385, 386, 387, 388, 389, 390, 391, 392, 393, 394, 395, 396, 397, 398, 399, 400, 401, 402, 403, 404, 405, 406, 407, 408, 409, 410, 411, 412, 413, 414, 415, 416, 417, 418, 419, 420, 421, 422, 423, 424, 425, 426, 427, 428, 429, 430, 431, 432, 433, 434, 435, 436, 437, 438, 439, 440, 441, 442, 443, 444, 445, 446, 447, 448, 449, 450, 451, 452, 453, 454, 455, 456, 457, 458, 459, 460, 461, 462, 463, 464, 465, 466, 467, 468, 469, 470, 471, 472, 473, 474, 475, 476, 477, 478, 479, 480, 481, 482, 483, 484, 485, 486, 487, 488, 489, 490, 491, 492, 493, 494, 495, 496, 497, 498, 499, 500, 501, 502, 503, 504, 505, 506, 507, 508, 509, 510, 511, 512, 513, 514, 515, 516, 517, 518, 519, 520, 521, 522, 523, 524, 525, 526, 527, 528, 529, 530, 531, 532, 533, 534, 535, 536, 537, 538, 539, 540, 541, 542, 543, 544, 545, 546, 547, 548, 549, 550, 551, 552, 553, 554, 555, 556, 557, 558, 559, 560, 561, 562, 563, 564, 565, 566, 567, 568, 569, 570, 571, 572, 573, 574, 575, 576, 577, 578, 579, 580, 581, 582, 583, 584, 585, 586, 587, 588, 589, 590, 591, 592, 593, 594, 595, 596, 597, 598, 599, 600, 601, 602, 603, 604, 605, 606, 607, 608, 609, 610, 611, 612, 613, 614, 615, 616, 617, 618, 619, 620, 621, 622, 623, 624, 625, 626, 627, 628, 629, 630, 631, 632, 633, 634, 635, 636, 637, 638, 639, 640, 641, 642, 643, 644, 645, 646, 647, 648, 649, 650, 651, 652, 653, 654, 655, 656, 657, 658, 659, 660, 661, 662, 663, 664, 665, 666, 667, 668, 669, 670, 671, 672, 673, 674, 675, 676, 677, 678, 679, 680, 681, 682, 683, 684, 685, 686, 687, 688, 689, 690, 691, 692, 693, 694, 695, 696, 697, 698, 699, 700, 701, 702, 703, 704, 705, 706, 707, 708, 709, 710, 711, 712, 713, 714, 715, 716, 717, 718, 719, 720, 721, 722, 723, 724, 725, 726, 727, 728, 729, 730, 731, 732, 733, 734, 735, 736, 737, 738, 739, 740, 741, 742, 743, 744, 745, 746, 747, 748, 749, 750, 751, 752, 753, 754, 755, 756, 757, 758, 759, 760, 761, 762, 763, 764, 765, 766, 767, 768, 769, 770, 771, 772, 773, 774, 775, 776, 777, 778, 779, 780, 781, 782, 783, 784, 785, 786, 787, 788, 789, 790, 791, 792, 793, 794, 795, 796, 797, 798, 799, 800, 801, 802, 803, 804, 805, 806, 807, 808, 809, 810, 811, 812, 813, 814, 815, 816, 817, 818, 819, 820, 821, 822, 823, 824, 825, 826, 827, 828, 829, 830, 831, 832, 833, 834, 835, 836, 837, 838, 839, 840, 841, 842, 843, 844, 845, 846, 847, 848, 849, 850, 851, 852, 853, 854, 855, 856, 857, 858, 859, 860, 861, 862, 863, 864, 865, 866, 867, 868, 869, 870, 871, 872, 873, 874, 875, 876, 877, 878, 879, 880, 881, 882, 883, 884, 885, 886, 887, 888, 889, 890, 891, 892, 893, 894, 895, 896, 897, 898, 899, 900, 901, 902, 903, 904, 905, 906, 907, 908, 909, 910, 911, 912, 913, 914, 915, 916, 917, 918, 919, 920, 921, 922, 923, 924, 925, 926, 927, 928, 929, 930, 931, 932, 933, 934, 935, 936, 937, 938, 939, 940, 941, 942, 943, 944, 945, 946, 947, 948, 949, 950, 951, 952, 953, 954, 955, 956, 957, 958, 959, 960, 961, 962, 963, 964, 965, 966, 967, 968, 969, 970, 971, 972, 973, 974, 975, 976, 977, 978, 979, 980, 981, 982, 983, 984, 985, 986, 987, 988, 989, 990, 991, 992, 993, 994, 995, 996, 997, 998, 999, 1000.

Pages 107 - 110

Hochdruckversuche
Lu 558

13. März 1942 Fr/Bo.

Herstellung von 20 000 moto I-Benzin
bei Gelsenberg durch katalytisches Cracken.

1.) Anfangsprodukt (Schema 1)

27 000 bzw. 28 700 moto vorhydriertes Steinkohle-B-Mittelöl (Siedegrenzen? 170-325°).

Für die Erzeugung von 20 000 moto Fliegerbenzin durch katalytisches Cracken wäre die Neuerrichtung einer Crackanlage mit 3 Ofeneinheiten à 150 m³ Kontaktraum nötig (bei Durchsatz 0,5 kg/Ltr. Kontakt/Std und einem Verhältnis von Fahrzeit: Regenerations- und Umstellzeit von 1:2). Außerdem müßten 25,5 m³ Hochdruckraum (200 at) für die Aufhydrierung der Crack-Mittelöle vorhanden sein (bei Durchsatz 1,2 kg/Ltr. Kontakt/Std).

Unter diesen Voraussetzungen könnte ein Fliegerbenzin (B=165°) mit OZ/+0,09 Pb=78/91 erzeugt werden, das in der Überladung etwa 1 at besser als VT 705 sein würde. Die Jod-Zahl dieses Benzins würde etwa 15-20 sein (entsprechend ca. 6-8 % Olefine). Um die Jodzahl auf unter 4 herabzusetzen müßte entweder (praktisch verlustlos bei gleichbleibender Qualität) aufhydriert werden oder eine Raffination mit z.B. H₂SO₄ vorgenommen werden.

Bei der H₂SO₄-Raffination ist mit einem Verlust von ca. 5 % zu rechnen, sodaß in diesem Falle die Menge des Ausgangs-B-Mittelöls sich von 27 000 moto auf 28 700 moto erhöhen würde.

Für die raffinierende Hydrierung müßte eine zusätzliche Druckapparatur oder Gasphasenhydrierung (25 at) mit 40 m³ Kontaktraum zur Verfügung stehen (Durchsatz: 0,7 kg/Ltr./Std).

Bei dieser Arbeitsweise könnte das übrigbleibende Sumpphase- und Vorhydrierungsbenzin (ca. 38 % des Vorhydrierungsabstreifers) = 16 500 bzw. 19 500 moto B=170° nach dem DHD-Verfahren mit etwa 82 % Ausbeute bei 50 % Aromaten auf Hochleistungsbenzin (13 500 moto bzw. 16 000 moto) verarbeitet werden, wofür 1 bis 2 Einheitskammern erforderlich wären.

2. 10. 42

2.) Ausgangsprodukt (Mehrsatz 2).

18 000 bzw. 19 000 moto vorhydrierte, Steinkohlen-B-Mittelöl (165-325°) + 7000 moto s+Vorhydr.-Benzin (E=165°).

Das B-Mittelöl liefert durch katalytisches Cracken (mit Aufhydrierung der Crack-Mittelöle) 13 000 moto Crackbenzin (E=165°) von gleicher Qualität wie im Fall 1).

Erforderlicher Ofenraum:

3 kat. Crackeinheiten zu je 90 m³ Kontaktraum

17 m³ Hochdruckraum (200 at)

26 m³ Druckraum (25 at) bzw. Hochdruckkammer

Durch Zumischung von 7000 moto Sumpf- und Vorhydrierungsbenzin (E=165°) mit OZ=63 würden 20 000 moto Fliegsbenzin mit E=165 und OZ=73 erhalten, das infolge Mehrgehalts an Aromaten etwas bessere Überladung als B₄ zeigen würde.

Bei Ersatz der raffinierten Hydrierung durch H₂CO₁-Wäsche würde sich die erforderliche Menge B-Mittelöl von 18 000 moto auf 19 000 moto erhöhen.

gez. Free

Herstellung von 20 000 meto Fliegerbenzin bei
Qalsenberg durch katalytisches Cracken.

(ohne Berücksichtigung des Sumpf- und Vorhydr.-Benzins- 170°)

a) 27 000 meto

b) 28 700 meto

vorhydriertes Steinkohlen-B-Mittelöl 170 - 325°

katalytisches Cracken
(3 Kammern je 150 m³ Katalysator)

Aufhydrierung der Crack-Mittelöle
(25,5 m³ Hochdruckraum 200 at)
zurück zum katalytischen Cracken.

20 000 meto
Fliegerbenzin (E=165°)
mit Jod-Zahl 15-20

21 000 meto
Fliegerbenzin (E=165°)
Jod-Zahl 15-20

raff. Hydrierung
Über K 7360
(40 m³ Druckraum 25 at)
oder Gasphasekammer

H₂SO₄-Raffination

20 000 meto
Fliegerbenzin
OZ/0,09 Pb=78/91
Jod-Zahl < 4
Überladung:
1 at besser als VT 703

20 000 meto
Fliegerbenzin (E=165°)
OZ/0,09 Pb=78/91
Jod-Zahl 4
Überladung:
1 at besser als VT 703

Erzeugung von 20.000 moto Fliegerbenzin bei
Galsonberg durch katalytisches Cracken.

(unter Mitverwendung des Sumpf- und Vorhydr.-Benzins-165°).

a) 18.000 moto

b) 12.000 moto

vorhydriertes Saatkohlen-B-Mittelöl 165 - 325°

katalytisches Cracken

(3 Kammern je 90 m³ Katalysator)

Aufhydrierung der Crack-Mittelöle

(17 m³ Hochdruckraum 200 at)

zurück zum katalytischen Cracken.

13.000 moto

Fliegerbenzin (E=165°)

Jod-Zahl 15-20

ref. Hydrierung

über K 7360

(20 m³ Druckraum 85 at

oder Gasphasenkammer)

13.000 moto

Fliegerbenzin OZ=78

Jod-Zahl < 4

13.700 moto

Fliegerbenzin (E=165°)

Jod-Zahl 15-20

H₂SO₄-Raffination

13.000 moto

Fliegerbenzin OZ=78

Jod-Zahl < 4

13.000 moto Crack-Fliegerbenzin

+ 7.000 moto s+Vorhydr. Benzin

E=165°

20.000 moto Fliegerbenzin

OZ. = 73

Überladeverhalten: etwas besser als B₄.

1.
... ..
... ..
... ..

Zusammenfassung

Bei der $AlCl_3$ -Krackung verschiedener Mittelöle aus L-Benzin wurden folgende Ausbeuten (bei williger Aufspaltung zu Benzin, Teer und Gas) erhalten:

Ausgangsstoff	Kogasin AP=93.5°	Prochsenler Mittelöl AP=69.5°	1st Prochsen aus Prochsen Mittelöl AP=67.5°	Wittbrock Mittelöl AP=65°	Bruchsalz 30-400° or Klein Öl
% Benzin (2-150°)	53	48.6	37.5	71	59.3 (2-150°) 8.7 (150-200°)
% Teer	16.0	24.0	14.0	21.0	32.0
% Gas + Verlust	30.5	28.4	48.5	8.0	12.0
$AlCl_3$ -Verbrauch (bez. auf Ausgangsöl)	20%	20%	20%	20%	20%

Die 150er Benzine waren fast steinfrei und hatten 0-15 % Aromaten. Die Öl lag bei 68-74.4 (mit 0.1% Pb=87-90).

Wie auf das Benzin aus Kogasin waren alle L-Benzine bei uns unterschiedgerecht (40-45 bis 100° bei 2-150°).

Für die $AlCl_3$ -Krackung sind noch H_2 -haltige Ausgangsmittelöle am besten geeignet. Mit sinkendem Anilinpunkt der Ausgangsöle fällt die Benzin- und steigt die Teerausbeute. Mittelöle mit Anilinpunkt unter 65 liefern bereits ebensoviel Teer wie Benzin.

Die für die katalytische Krackung über silikatische Katalysatoren gut geeigneten naphthen- und asphaltbasischen Mittelöle mit Anilinpunkt von etwa 55-65° lassen sich mit $AlCl_3$ nicht wirtschaftlich verarbeiten.

Während man aus diesen Ölen bei kat. Krackung über Silikate (8 Hydrierung der Krackrückstände) ca 70% sehr gutes L-Benzin erhält, liefert die $AlCl_3$ -Krackung nur 30-35% L-Benzin.

Öle ausserhalb des Siedebereichs der Mittelöle (etwa 200-350°) wurden noch nicht verarbeitet.

Wie vor einigen Monaten (S. 111) von Herrn Dr. Klein (Kohlenwasserstoff-Versuchs-Station) für katalytische Cracking von Erdölfraktionen mit Aluminiumchlorid $AlCl_3$, wurde bei uns mit verschiedenen Ausgangsölen wiederholt.

Es wurden folgende Öle verwendet:

- a) Kogasin II (Schmelzpunkt $0,2-0,3^{\circ}C$)
- b) Bruchsaler Mittelöl (Schmelzpunkt $1,195-345^{\circ}C$)
- c) Kat. Crackingöl (Schmelzpunkt $1,195-345^{\circ}C$)
- d) Reiböl (Schmelzpunkt $1,195-345^{\circ}C$)

In allen Fällen wurde ein Liter des betreffenden Öle im Glas Kolben mit Rührwerk unter Zusatz von $25\text{ Gew.}\%$ hydratisierten $AlCl_3$ bei 200° (im Ölbad) getrocknet. Die Crackdauer betrug 4 Stunden. Die bei Cracktemperatur flüchtigen Reaktionsprodukte destillierten über ein auf den Kolben senkrecht aufgesetztes Glas Perlenkolonne mit angebrachtem Fühler kontinuierlich in eine Vorlage ab. Der Flüssiggasanteil wurde in einem CO_2 -gekühlten Gefäß aufgefangen. Das Trockengas wurde ohne Messung und Untersuchung ins Freie geleitet.

Als $AlCl_3$ wurde eine vom $AlCl_3$ -Betrieb Lu bezogene normale Handelsware (Pulver) benutzt, die schon 15 Minuten langes Lagern in dünner Schicht an der Luft (Taupunkt etwa 14°) teilweise hydrolysiert wurde. Die Apparatur wurde vor jedem Versuch mit dem zu verarbeitenden Öl ausgespült, um etwa darin vorhandene Wasserreste, die eine zu weitgehende und unkontrollierbare Hydrolyse des $AlCl_3$ verursachen würden, zu entfernen.

Das $AlCl_3$ verdampfte während der Cracking teilweise, schlug sich aber größtenteils auf den Glasperlen der Kolonne nieder, so daß nur geringe Anteile in das übergehende Destillat gelangten. Nach Beendigung der Versuche wurde der Kolben aus dem Ölbad entfernt und abgekühlt. Hierbei trennte sich der Inhalt in helles Mittelöl und festen, teerartigen, braunschwarzen Schlamm, von dem das Öl leicht abgossen werden konnte. Der vorher leer ausgewogene Kolben wurde nach Abgessen des flüssigen Restmittels zurückerwogen. Unter Berücksichtigung der zugesetzten $AlCl_3$ -Menge wurde so die Menge des entstandenen Teers erhalten.

Das ... die ... sowie das ...

...

... wurde ... und das ...

...

4. Korasin II

... Korasin II mit Anilin- ...

Daneben werden ... flüssiges und ... (Verlust) erhalten. Das nicht aufgespaltene ... hat etwa die gleichen Eigenschaften wie das Einzugsprodukt

Für die vollständige Umsetzung ... ergibt sich unter Zugrundelegung dieser Zahlen eine Teer + Gasmenge + Verlust ...

(1) 3+3,9+7,7 = (43,3-10,3+3,9+7,7)

21 ... 33,5%

... 65% überledegerentes Benzin + 33,5% Gas + Teer + Verlust. Da das überledegerente Benzin 15% Stabilisierungsverlust hatte, erhält man demnach aus Korasin II durch AlCl3-Kracken:

56,0% Benzin (stabil) B=210°

44,0% Gas + Teer + Verlust

oder

5,7% Leichtbenzin 150-210°

5,3% Schwerbenzin 150-210°

44,0% Gas + Koks + Verlust

Durch weiteres A-Kracken des Schwerbenzinanteils (5,3%) zu 15-er Benzin erhält man (gleiche Spaltbarkeit vorausgesetzt)

32,3 % Benzol, =15° stabilisiert

52,3 % Teer + Gas + Verlust

32,3 % Benzol, =15° stabilisiert

52,3 % Teer + Gas + Verlust

52,3 % Teer + Gas + Verlust

oder bei völliger Aufspaltung

39,5 % Benzol, =190° stabilisiert

50,5 % Teer + Gas + Verlust

Für diese Umsetzung wäre (Zweimaliges Erhitzen vorausgesetzt) etwa 26 % des Ausgangsöls an $AlCl_3$ erforderlich.

Das 150er Benzol war mit nur 4,7 % bis 100° untersiedelbar und fast geruchlos (Zahl 4). Es hat ca. 10 Aromaten und $0,2$ (Zahl 5) (mit 0,12 % PC_{10} 6)

Wegen der nicht gekrackten Benzolfraktion sind die Ausbeuten, die mit diesen Krackrückständen erzielt wurden nicht viel niedriger. Das rührt daher, dass dieser Rückstand, der bei Kontaktprüfungen erhalten wurde, vor allem in Mittelöl nur wenig verschieden ist.

1) Restölfraktion (Rücköl)

Diese anphaltenreiche Erdölfraktion hatte Anilinpunkt 100° und gab bei 14 H₂ Benzol neben 19,3 % Gas 1,2 % Flüssiggas und 4,7 % Trockengas + Verlust.

Das Restmittelöl war auch wieder leichter und (nach Anilinpunkt) H₂-reicher als das Ausgangsöl. Der Siedepunkt war um 30° heraufgegangen.

Für die vollständige Aufspaltung errechnet sich eine Ausbeute von:

40 % Benzol, =190°, unstab. und

60 % Teer + Gas + Verlust

oder unter Berücksichtigung eines Stabilisierungsverlustes von 3,6 %

38,6 % Benzol, =190° stabilisiert und

61,4 % Teer + Gas + Verlust

oder

24 % Benzol bei $T=150^{\circ}$ stabilisiert
 25 % Schwerbenzin bei 150°
 61 % Teer + Gas + Verlust
 oder bei vollständiger Spaltung
 30 % Benzol bei $T=150^{\circ}$ stabilisiert und
 69 % Teer + Gas + Verlust

Für 100%ige Spaltung werden 39 Gew.-% des Ausgangsöls an $AlCl_3$ benötigt entsprechend einer 3maligen Teerkrackung

Bei 50%iger Spaltung werden hier ebenfalls 39 Gew.-% ($AlCl_3$ bis 150°) benötigt. Es hatte sich 3 Literaten und fast keine Olefine (OH Zahl = 1,4). Die OH Zahl ist 1,4 mit $AlCl_3$.

Unterschied der $AlCl_3$ -Katalyse (30%iger Phase) gegenüber der katalytischen Krackung über Silikat-Katalysatoren (Asphaltöl).

Abgesehen davon, dass sich bei der $AlCl_3$ -Krackung der Katalysator nur einmal verwenden lässt (das bei der Gewinnung des $AlCl_3$ aus dem Teer ist technisch nur unvollkommen möglich, zum mindesten aber sehr ständlich) bestehen zwischen den beiden Verfahren vor allem Unterschiede im Bezug auf ihre Anwendbarkeit für die einzelnen Ölarten.

Während für die katalyt. Krackung auf L-Benzin über silikatische Katalysatoren nachteil- und asphaltbasierte Mitteldie besser geeignet sind als paraffinbasierte oder Mitteldie der Fischer-Synthese, kommen für die $AlCl_3$ -Krackung eigentlich nur hoch H_2 -haltige wie Gasolin in Betracht, die sich über silikatische Katalysatoren bisher kaum zu L-Benzin verarbeiten lassen.

Erdölmitteldie, besonders solche mit Anilinpunkt 70 scheinen für die $AlCl_3$ -Krackung auszufallen, da sie gegenüber der katalyt. Krackung über Silikate (+Hydrierung) viel geringere Benzinausbeuten geben (30-45 % Benzol bei $T=150^{\circ}$ gegenüber 65-75 % bei Kombination von katalyt. Krackung + Hydrierung). Zu diesem Nachteil kommt der enorme $AlCl_3$ -Verbrauch in Höhe von etwa 20 bis 40 % des Ausgangsöls.

Die bei der $AlCl_3$ -Krackung entstehenden großen Teermengen (16-41 % bei 100%iger Aufspaltung der Öle) machen eine

... der ...
 ... sind ohne
 ... nur eine
 ... HCl-
 ... (0 bis 15-5%)
 ... Die ver-
 ...
 ... Pu- ...

... Siedepunkt
 ... Die von 100 bis etwa 200° sie-
 ... bei ...
 ...
 ...

... A-11-Kracking erhalten b-Mittelöl
 ...
 ...
 ...
 ...
 ...

...
 ...
 ...
 ...
 ...

...
 ...
 ...
 ...
 ...

...
 ...
 ...
 ...
 ...
 ...

Der ...
 ...
 ...

Das Destillat wurde durch eine Kolonne geleitet, die mit einem Gemisch aus 100 g Benzol und 100 g Toluol gefüllt war. Die Kolonne war mit einem Packungsmittel aus Eisenpulver beschickt. Das Destillat wurde in einem Wasserbad bei 40°C abgelesen. Die Zusammensetzung des Destillats ist in der folgenden Tabelle angegeben.

Das Destillat wurde in einem Wasserbad bei 40°C abgelesen. Die Zusammensetzung des Destillats ist in der folgenden Tabelle angegeben.

Von diesem Destillat wurde für die Veresterung einer bestimmten Bruchweilener Probilaktion mit den Molekulargewichten 70-100 und dem Sauerstoffgehalt von 820 g pro Tonne ausbeuten angefertigt.

	100,0 % Kohlenwasserstoffe
	10,9 % Flüssiggas (vorwiegend 1-2)
	10,9 % Teer + Trockengas + Verlust
	100,0 %
oder	69,7 % Benzol (siedet bei 80°C)
	12,5 % Flüssiggas
	10,2 % Trockengas + Teer + Verlust
	100,0 %
oder	59,3 % L-Benzin (1-150°C)
	10,7 % Schwerbenzin (150-200°C)
	12,5 % Flüssiggas
	10,5 % Teer + Trockengas + Verlust
	100,0 %

Das 150er Benzin hatte Dampfdruck bei 70°C = 0,17 mm Hg (mit od Fehler ±0,01) und 65°C bis 100°C. Es war praktisch aromatenfrei.

Für die Veresterung dieser Ausbeute wurden 13 % $AlCl_3$ benötigt worden sein.

Es ist zu berücksichtigen, dass das von Herrn Dr. Klein veresterte Bruchweilener Öl aufhydrisiert wurde und einen andern Sauerstoffgehalt hatte wie die von uns hergestellten Öle. Wir

Tabelle 1

AlCl₃-Krackung von Kogasin II, aufhydriert auf Jod-Zahl=0,15

(P 1485)

Ausbeute:	Temp. 200°	Temp. 230°
% Benzin E=200°	43,3	30,9
% Mittelöl	34,8	40,8
C ₃ C ₄	3,9	10,7
Neer	10,3	7,8
Gas + Verlust	7,7	9,8

Produktuntersuchungen

Spez. Gew.	Einspr. Produkt	Krackbenzin = 200	Fraktionen B. Benzin 20°			Krack b. Mittelöl 20°
			42-90° (45%)	90-150° (31%)	150° (9,2%)	
0,772	93,5°	0,565	0,652	0,710	0,748	0,774
236°	70°	32°	64,5	68°	75	91,5°
-70°		45,0%				218°
-90°		64,0%				
-100°		72,0%				
-120°		83,0%				
-150°		91,5%				
-180°		95,5%				
-200°		97,5%				
-225°						
-250°	11,0%					2,5%
-275°	45,0%					15,5%
-300°	81,5%					46,5%
-325°	98,5%					81,0%
E	325/98,5	210/98,5				97,5%
OZ (M)	-	-	80,0	50,0		330 ^B /98,5
+0,12 Pb	-	-				-
Staz Zahl	96	-				100,0

AlCl₃ Krackung von Brauchsaler Mittelöl (P 1203)

Ausbau bei 200°

24,5 % Benzin - 180°
 53,0 % b-Mittelöl - 180°
 0,1 % C₃ C₄
 16,0 % Teer
 6,4 % Gas + Verlust

Produktuntersuchungen:

	Einspr. Produkt	Krackbenzin (stab) E= 150°	Benzin 150-180°	Krack b-Mittelöl 180°
Spez. Gew.	0,826	0,720	0,772	0,804
A. P. I	69,8°	55,5°	60,5°	77°
A. P. II	-	61,2°	67,0°	-
% Aromaten	-	7,5	-	-
Jod-Zahl	-	0,95	3,3	-
Beginn	190°	53°	151°	176°
= 70°	-	6,7%	-	-
= 90°	-	30,0%	-	-
-100°	-	42,0%	-	-
-120°	-	74,0%	-	-
-150°	-	-	-	-
-180°	-	-	92,5%	2,0%
-200°	3,5%	-	-	11,0%
-225°	16,0%	-	-	30,0%
-250°	30,5%	-	-	47,0%
-275°	48,0%	-	-	63,0%
-300°	67,5%	-	-	78,0%
-325°	85,0%	-	-	88,0%
-350°	95,5%	-	-	97,0%
E	358/98,5	148/98,5	194/98,5	353/98,5
OZ (M)	-	71,8	40,0	-
+0.12 Pb	-	88,4	-	-

Al₂O₃ - Krackung von kat. Krackrückstand aus Bruchsaler Mittelöl
(P 1203)

Ausbauten bei 200°

21,8 % Benzin - 180°

56,2 % b-Mittelöl

0,1 % C₃ C₄

18,4 % Teer

3,5 % Gas + Verlust

Produktuntersuchungen:

	Einspr. Produkt	Krackbenzin (stabil) E = 150°	Benzin 150-180°	Krack b-Mittelöl 180°
Spez. Gew	0,818	0,772	0,778	0,792
A. P. I	67,5	53,0	55,0	79
A. P. II	-	62,5	70,5	-
Jod-Zahl	-	1,4	7,1	-
Beginn	195°	50	150°	167°
- 70°		8,7%		
- 90°		33,0%		
- 100°		45,0%		
- 120°		71,5%		
- 150°				
- 180°				
- 200°	1,5%		77,0%	2,0%
- 225°	17,0%		96,5%	7,0%
- 250°	44,0%			26,0%
- 275°	64,0%			49,0%
- 300°	83,5%			71,0%
- 325°	95,2%			87,0%
E	345/98,5	152/98,5	204/98,5	335/99
OZ (M)		72,5	140,0	
+0,12 Pb		89,6		

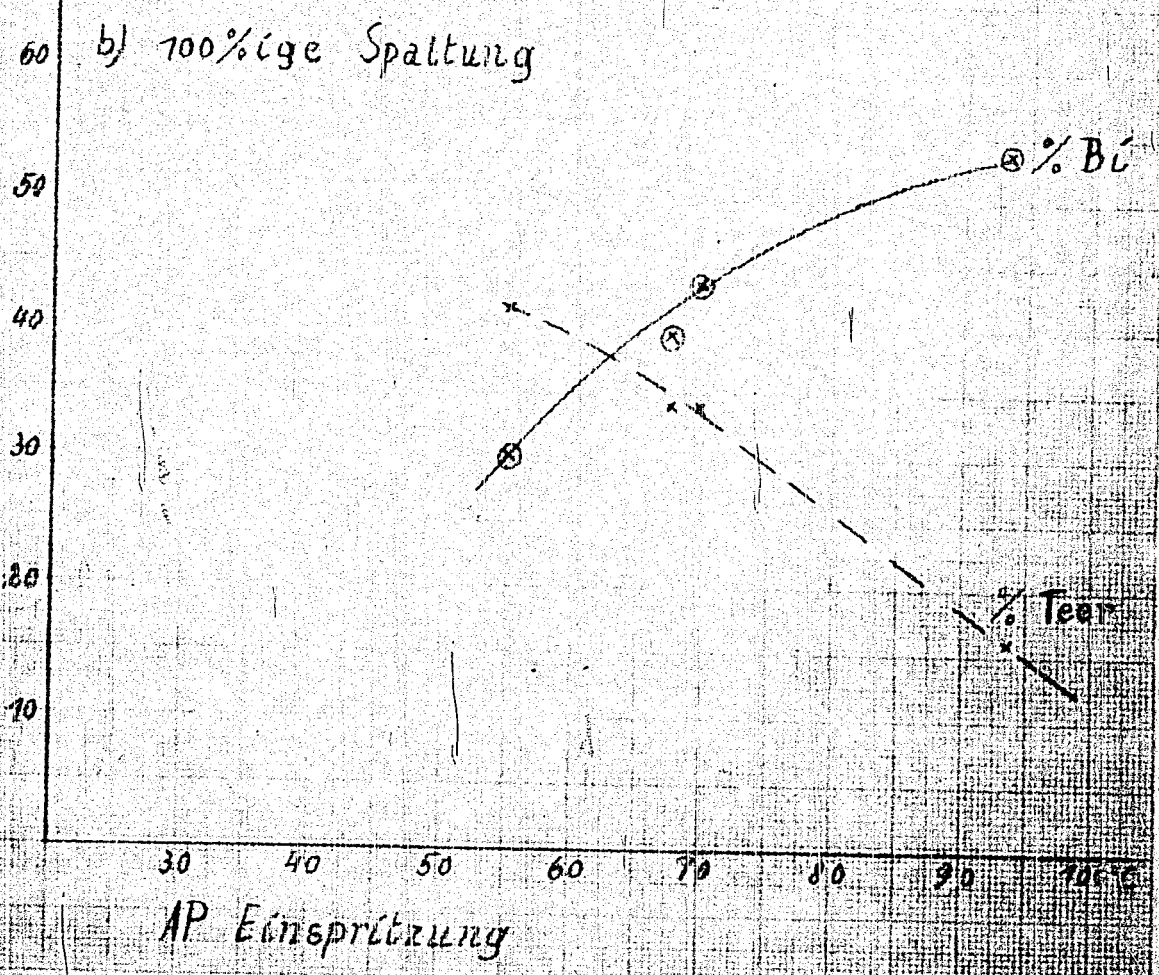
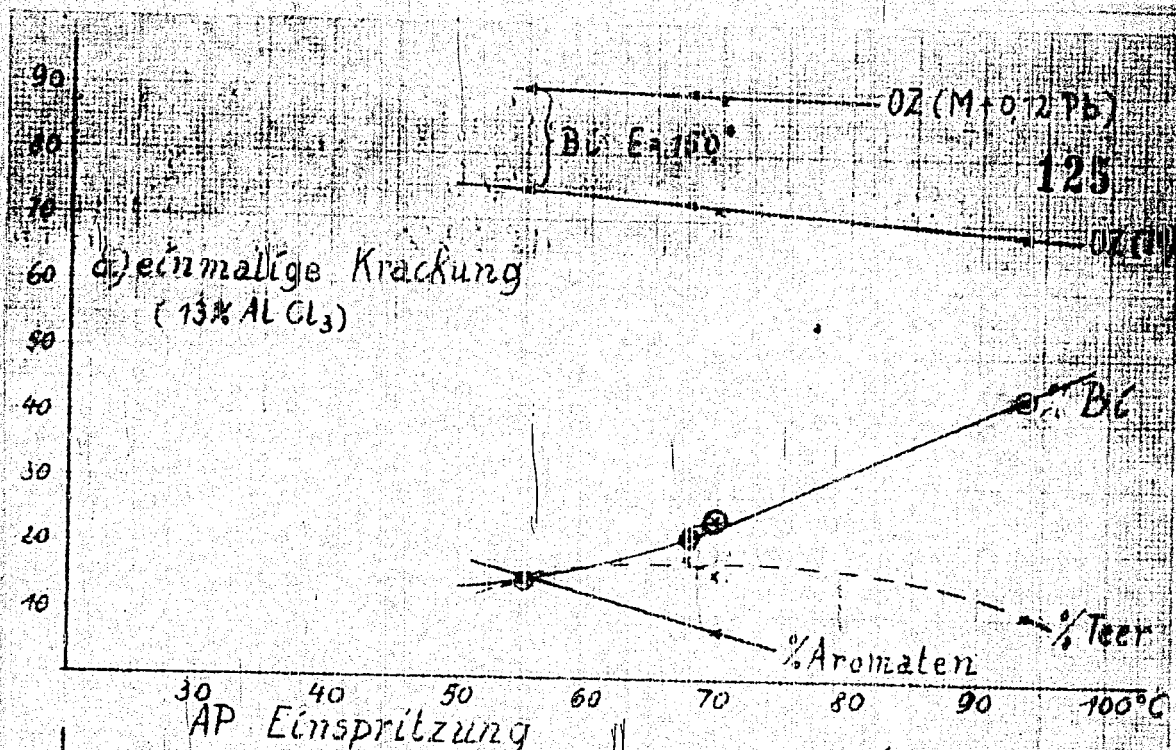
Al Cl₃-Krackung von Reithbrook Mittelöl (r 1338)

Ausbeuten bei 200°

14,8 % Benzin -190°
 62,8 % b-Mittelöl
 0,2 % C₃ C₄
 15,5 % Teer
 6,7 % Gas + Verlust

Produktuntersuchungen

	Einspr. Produkt	Krackbenzin (stabil) R = 150°	Benzin 150-190°	Krack b-Mittelöl -190°
Spez. Gew.	0,852	0,728	0,790	0,836
A. I	55	46,5	46,1	67
A. P. I. A	-	60,1	65,0	-
Araranten	-	15,5	22	-
Jod-Zahl	-	1,4	5,5	-
Beginn	205°	54°	150°	103°
- 70°		7,0%		
- 90°		29,0%		
-100°		41,0%		
-120°		74,0%		
-150°		98,0%		
-180°			91,0%	
-200°				2,5%
-225°	8,5%			15,0%
-250°	23,5%			32,0%
-275°	45,0%			49,0%
-300°	71,0%			69,0%
-325°	95,0%			85,0%
-350°				93,0%
E	330/98,5	152/98,5	192/99,0	360/97
02 (x)		74,4	59,7	
30,12 Pb		90,0	76,3	



AlCl₃-Krackung

1.
... ..
... ..
... ..

Bauraum

katalytische Krackanlage

Kapazität 140 bis 160 000 to pro Jahr Mittelöl

330 Betriebstage pro Jahr

Begründung: Das Bauvorhaben dient zur Herstellung von Flugbenzinen, die als besonders günstige Zusatzungskomponente für Hochleistungskraftstoff Verwendung finden.

Als Einsatz wird ein Mittelöl in einem Siedebereich von 165 bis 400° verwendet.

Das aus dem Ofen kommende Produkt enthält neben dem Benzin Kohlenwasserstoffgase in einer Menge von 15 % vom Einsatzprodukt, die zum größten Teil als Treibgas oder für chemische Weiterverarbeitung verwendet werden können. Weiterhin fällt als Endprodukt Dieselöl in einer Menge von etwas mehr als die Hälfte vom Einsatz an.

Beschreibung: Mittelöldämpfe mit einer Temperatur von ca 400° werden über einen Katalysator geleitet und hierbei teilweise in Benzin umgesetzt. Nach 15 bis 30 Min. wird der Kontakt einer Wiederbelebung unterworfen. Die Wiederbelebung erfolgt durch Abrennen der kohlenstoffhaltigen Ablagerungen mit lufthaltiges Inertgas im Ofen selbst. Der Kontakt erreicht nach dieser Behandlung seine volle Wirksamkeit wieder.

Das Verfahren wird drucklos durchgeführt, die Kontaktwiederbelebung gegebenenfalls bei erhöhtem Druck (9 bis 12 atM).

Das Ofenausgangsprodukt wird im weiteren Verlauf über eine Destillation in Benzin und unverändertes Mittelöl getrennt, hiernach stabilisiert und wenn nötig raffiniert und redestilliert. Das Rückstandöl kann nach einer Bleicherdekaltbehandlung als Dieselöl Verwendung finden.

Bautechnische Angaben:

a) Hauptanlage:

1) Ofenanlage bestehend aus

1 Vorheizer für 23/1/h Nm^3/h

8 Kat.-Öfen max Druck 12 atü

Inhalt des Ofens ca. 40 m^3

8 Gasumwälzgebläse je 50 000 Nm^3/h

Wärmeaustauscher

Kondensatoren

Feuertueranlage

2) Maschinenhaus bestehend aus

3 Luftkompressoren auf 12 atü je 7 000 Nm^3/h

3 Gaskompressoren " 16 " " 7 000 "

2 " " 10 " " 900 "

2 Gasgebläse je 2000 "

Diverse Pumpen

" Hilfsmaschinen

3) Destillation bestehend aus

1 Trennkolonne atmosph. 2600 \varnothing x 24 000
nebst Zubehör, Einsatz 18 t/h

1 Benzol-Stabilisierungskolonne 14 atü
1500 \varnothing , 26 000, nebst Zubehör
Einsatz 6 t/h

1 Gaswäscher 16 atü 700 \varnothing x 17 000
nebst Zubehör Einsatz ca. 7 000 Nm^3/h

1 A-Kohle-Anlage für 6000 Nm^3/h

1 Redestillation - atmosph.
2 Kolonnen 1000 \varnothing x 20 000
nebst Zubehör

4) Benzol - Raffination

Durchsatz 6 t/h bestehend aus

Laugewäsche, H₂SO₄ - Wäsche, Laugewäsche
Wasserwäsche, Plumbitwäsche, Wasserwäsche

5) Bleicherdeanlage für Dieselöl

6) Nebenanlagen

1) Gasometer

3 Stück je 3000 m³

1 Druckgasbehälter 10 atü Inh. 140 m³

2) Fabrikationstanks

3 Tanks je 5 000 m³ Inh.

1 " " 3 000 " "

3 " " 1 000 " "

3) Zwischenbehälter für Destillation

8 Lagerbehälter je 100 m³ Inhalt

Bau- und Montagearbeiten :

<u>Bau</u>	Betriebsfremde	Tagewerke
1.4.42 - 1.10.42	350	115 000
1.10.42-31.12.42	400	
1. 1.43- 1. 4.43	70	
1. 4.43- 1.11.43	150	
<u>Montage</u>		
1.10.42 - 31.12.42	200	113 000
1. 1.43 - 1. 4.43	300	
1. 4.43 - 1. 9.43	600	

Kosten

Gesamt	18 000 000 --
Veranschl. Bauk:	
Bau	3 500 000 --
Apparate	14 500 000 --
bis 30.9.42	1 60 000 --

Material:

Büsen	16 000 to
Maschinen	10 000
Bau	6 000

	Ma	Bau
I/42	1 500	500
II/42	3 000	1 500
III/42	3 000	2 000
IV/42	1 500	1 000
I/43	600	500
II/43	200	500
III/43	200	--

Nichteisenmetalle

Cr	18 t	Zement	3000 t
Mn	2,5 t	Kies, Schotter, Sand, Split	50 000 to
Ni	1,0 t		
Mo	0,08 t	Ziegelsteine	1 000 000
Fe	0,8 t	Feuerfeste Steine	1500 t
Al	14 t	Holz	
Cu	15 t	Schnitt	1000 m ³
Zn	1,5 t	Rund	300 m ³
Sn	1,5 t		
Pb	12,0		
H7	0,04		

Natur- und Kunstkautschuk:

für Kabel ca 10 t
 für sonst Isol
 und Dichtungen 1,5 t

Betriebs technische Angaben:

Rohstoff

Art: Mittelöl 165° - 400°
 140 - 160 000 Jato

1) Betriebsstoffe

Schwefelsäure 96-98%ig ca 150 Jato
 Lauge enthaltend ca 15 Jato NaOH

2) Kontakt

für einmaligen Einsatz 220 to

Hilfsstoffe

184 t SiO_2
 36 t Al_2O_3
 für die ersten 2 Jahre 660 to

552 t SiO_2

108 t Al_2O_3

3) Fertigerzeugnisse der Krackanlage:

K.K.-Benzin ca 55 0 0 Jato

spez. Gewicht 0,730 - 740

Dampfdruck 0,4 atm

Olefingehalt 5-15 Gew.-%

O.Z. (M.M.) 76-78

mit 0,12 Pb ca 90

Hebenergebnisse

- 0₃, 0₄ 19 000 Jato
davon 14 000 " 0₄
vorläufig als Treibgas angesetzt
- b) 0₂, 0₁, H₂ .02 7 500 Jato
vorläufig als Heizgas
- c) Dieselöl 77 000 Jato

Arbeitsaufsatz

Angestellte
 kaufm. 3
 techn. 16

Facharbeiter 70
Ungelernte Arb. 70

140 Wohnungen

Materialbedarf für Wohnungen:

Ziegelsteine 5 000 000
Zement 1 700 t
Betonstein 100 t
Gas- und Wasserleitg. 270 t
Einbauholz 900 m³
Rustholz 450 m³

Energiebedarf:

Strombedarf ca. 90 000 kWh/Tag
Wasser ca. 24 000 m³/Tag
Dampf 10 t/h
Kohle für Energiezentraleanteil 110 t/Tag

21. ...ur ...ressum ...ur "lor ...tion ...
firmam.

...tion ...ce ...nti ...er ...
the ...tion ...di ...ver ...to ...
firmam.

... .. 133 - 133

Kostenberechnung für die Montage der ...

... ..

1.		
... ..	5	..
... ..	5	..
... ..	3	..
... ..	2	..
... ..	5	..
... ..	7	..
... ..	1	..
... ..	2	..
... ..	1	..
... ..	13	..
2.		235 ..
3.
...
...
... ..		105 ..
4.		35 ..
...

Oxydation von ...

Quantität: ... 66 ...
alubrationen ...

	Resultat 1	
...	-0.2	-0.2
...	-0.3	
...	-0.4	
...	5.7	2.36
...	3.18	
...	1.50	4.77
...	-0.91	
...	-0.5	
...	3.3	4.49
...		15.02
...	-0.3	
...	-0.01	
...	-0.23	1.52
...		16.5

24. Electrolysis
Electrolysis

Page No. 1 - 137

The following table shows the results of the survey conducted in the area of the ...
 The total number of ... is ...
 The ... of the ... is ...
 The ... of the ... is ...
 The ... of the ... is ...

Category	Value	Percentage	Total
1 + 1	387	87	30 (1)
190	-	-	57 9
158	-	-	158 (1)
782	-	-	782

21/1/47

Steinkohle - Umphasekammer (200) 36.3

Bestell sheet: ... mit 5 ... und 7 ...

	(1)	(2)	(3)
Produktion	14,5 sttd	14,5 sttd	14,5 sttd
...	17,5 cbs	17,5 cbs	17,5 cbs
...	4,1 6	4,1 6	4,1 6
Produktion	75 000 t+a	75 000 t+a	75 000 t+a
...	16,4	16,4	16,4
...	35,0	35,0	35,0
...	50	50	50
...	21,8	21,8	21,8
...	4,7	4,7	4,7
...	20,4	20,4	20,4
Anlassschätzung: (ohne H ₂ O Energie und Nebenanlagen)			
...	1,6	1,6	1,6
...	1,1	1,1	1,1
...	1,4	1,4	1,4
...	1,3	1,3	1,3
...	1,5	1,5	1,5
...	2,3	2,3	2,3
...	2,8	2,8	2,8
...	0,4	0,4	0,4
...	0,7	0,7	0,7
...	14,2	14,2	14,2
...	3,7	3,7	3,7
...	2,9	2,9	2,9
...	1,4	1,4	1,4
...	1,3	1,3	1,3
...	3,5	3,5	3,5
...	5,5	5,5	5,5
...	2,0	2,0	2,0
...	0,6	0,6	0,6
...	0,7	0,7	0,7
...	17,6	17,6	17,6

- 1) Bilanz vom 31. 12. 43
- 2) " " 31. 12. 43
- 3) " " 31. 12. 43
- 4) ...
- 5) ...
- 6) ...

Handwritten notes at the bottom of the page, including "38 5. 42" and other illegible scribbles.

Herstellung von Elektrodenkoks in Oberschlesien.

Zusammenfassung

Bei der Herstellung von Elektrodenkoks in Oberschlesien über die Hydrierung bzw. Extraktion erfordert die direkte Erzeugung von Elektrodenkoks aus filterfähigen Extraktionsprodukten Neuanlagen.

Die Freimachung von bisher zur Brikettierung verwendeten Hochtemperaturpech durch aschenhaltiges Brikettiermittel wäre in beschränktem Maße (50 000 tato Pech = 33 000 tato Elektrodenkoks) ohne Neuanlage möglich, wenn die Sumpfphase in Blechammer und Pflanz ohne Durchsätze um 4 - 5 % erhöht werden könnte.

Elektrodenkoksproduktion in Großdeutschland.

	Angabe Mai 1942	Angabe Dezember 1942
1942	-	247 000 tato
1943	427 000 tato	324 000 tato

Unterteilung der Erzeugung für 1943 nach Rohstoff und Erzeuger.

Rohstoff	Erzeuger	Menge	
		Angabe Mai 1942	Angabe Dez 1942
Hochtemperatur Pech	B5vinghausen	75 000 tato	
"	Rauxel	90 000 "	170 000 tato
Steinkohleextrakt	Welheim	25 000 "	15 000 "
entaschte Kohle	Baesweiler	83 000 "	
"	Königin Elisabeth	55 000 "	95 000 "
"	Huls	50 000 "	
Destill Produkte Petrokoks	Deurag usw	49 000 "	44 000 "