

TITLE PAGE

50. Vorhydrierungskontakt 6719.  
Prehydrogenation catalysts 6719.

Frame Nos. 719 - 725

16. April 1940/E

50 Vorhydrierungskontakt 6719.

719

Aus Versuchen in 250-cm-, 6-Ltr- und 800-Ltr-Öfen geht hervor, dass es möglich ist, mit Kontakt 6719 A- und S-Mittelble aus Estnischem Schieferöl, Rohölkrackrückständen, Mitteldeutscher und Rheinischer Braunkohle, Bräuner Teer, Steinkohlen und Steinkohlenteer soweit aufzuhydrieren, dass sie ohne Schwierigkeiten über 6434 benziniert werden können.

Mit Scholvener Steinkohleverflüssigungsmittel 81 (27 Betriebstage) und Rheinischer Braunkohle (10 Tage) liegt ein Versuch im 6-Ltr-Ofen vor, mit Mittel 81 aus estnischem Schieferteer ein Versuch im 800-Ltr-Ofen (265 Betriebstage). Besonders diese Versuche in grösseren Öfen haben gezeigt, dass man die Vorhydrierung ohne Abklingen fahren kann, wenn ein Wasserstoffdruck von mindestens 250 at eingehalten wird und ein Durchsatz von 0,8 kg/Ltr. Kat/Std. nicht überschritten wird. Bei höheren Durchsatz (1,0) besteht, wie Kleinversuche gezeigt haben, die Gefahr, dass die Phenolreduktion ungenügend wird.

Das Einspritzprodukt muss (wie bei 6434) geschwefelt werden.

Bei dem Versuch im 6-Ltr-Ofen zeigte der Kontakt nach 10-tägigem Fahren mit Mittel 81 aus Rheinischer Braunkohle (Endpunkt 350°C) beim Umstellen auf Steinkohleverflüssigungsmittel 81 nicht mehr die volle Aktivität.

Ein Druck von 200 at, wie er in Leuna nur zur Verfügung steht, genügt auch bei Braunkohlemittel 81 bei Durchsatz 0,8 nicht, um auf die Dauer die Phenole genügend zu reduzieren. Zur

Zeit wird ein Kontakt mit 44 %  $WS_2$  und 6% NiB und in Leuna ein Kontakt mit 30%  $WS_2$  geprüft.

Der Kontakt mit 30%  $WS_2$  wird z.Zt. auch für Steinkohleverflüssigungsmittel<sup>181</sup> bei 250 at geprüft und ist nach den bisher vorliegenden Ergebnissen aussichtsreich.

Die bisherige Prüfung der neuerdings technisch hergestellten 6719 Chargen zeigt, dass die Aktivität etwas geringer ist als bei den im Labor hergestellten Proben. Versuche zur Klärung dieser Erscheinung sind im Gang.

Einzelheiten über die Versuche mit Kontakt 6719 sind in folgenden Zusammenstellungen enthalten:

- 1) Simon-Grassel, 13 4311 vom 16.9.1938. Vergleich 5058 u. 6719 Vorhydrierung.
- 2) Peters-Grassel-Simon v.16.4.1940. Vorhydrierung.
- 3) Donath-Oettinger 12 7001 vom 24.3.1938. Vorhydrierung von Mittelölen mit Kat.6719 im 6-Ltr-Ofen.
- 4) Rank-Donath 13 0891 v.22.6.1938. Vorhydrierung von S-Mittelöl und S-Benzin aus Scholven usw.
- 5) Gieg-Simon. v.13.4.1940. Verarbeitung von Mittelöl aus estnischem Schieferterzer auf Autobenzin (K 501).

Für die technischen Anlagen ist auf Grund der Versuchsergebnisse zu empfehlen,

- 1.) für Leuna Ersatz des 5058 durch Kontakt mit 44%  $WS_2$  und 6 NiB, wodurch eine Wolframsparnis von 65% eintritt,
- 2.) für alle übrigen Anlagen zunächst Ersatz des 5058 durch den Kontakt mit 30%  $WS_2$ , wodurch eine Wolframsparnis von ca.78% erreicht wird.

Gegenüber dem Kontakt 6719 in seiner bisherigen Zusammensetzung werden durch den höheren Wolfragehalt die Unsicherheiten beseitigt, die bedingt sein können:

- 1.) durch den verschiedenen Wasserstoffpartialdruck in den einzelnen Werken.
- 2.) durch Schwankungen in der Produktbeschaffenheit (Wasserstoffwer Siedekurve etc.)
- 3.) durch Unregelmäßigkeiten der Kontaktherstellung.

7. 5. 1940. Mt/Pf.

721

Vorhydrierung von P 1251 und P 1271 über Tonerde-  
Molybdän-Kontakt mit 2 % Ni.

Zusammenfassung:

Mit einem Tonerde-Molybdän-Kontakt ( $Al_2O_3 + 6\% MoO_3$ ), dem nur besseren Raffination noch 2 % Ni zugesetzt war, wurde zunächst Braunkohlenverflüssigungsmittelöl aus Launa bei 180 atm und  $425^\circ$  mit Durchsatz 1,0 vorhydriert. Gegenüber der Vorhydrierung über Tonerde-Molybdän ohne Ni-Zusatz (Ber. v. 28.3.40) fällt die bessere H-Reduktion auf. In der folgenden Tabelle I sind die wichtigsten Daten zum Vergleich der Verarbeitung über Tonerde-Molybdän mit und ohne Ni-Zusatz aufgetragen.

Tabelle I.

Vorhydrierung P 1251 bei 180 atm,  $425^\circ$  C, Durchsatz 1,0.

Kontakt	Tonerde + 6 % $MoO_3$ + 2 % Ni	Zum Vergleich Tonerde + 6 % $MoO_3$
Benzin-Konzentration	26	25
Vergasung / Anfall	1,5	3,2
Anflinpunkt B1	37	38
M1	32	32
% Phenole in M1	0,02	0,005
% N in M1	0,01	0,015
Benzin spez. Gew.	0,754	0,750
% 100°	36	37
Ep.	144	140
<u>Stickstoff</u>		
Met.-Meth.	65	64
Meth.-Meth.	62	63
Met.- " + 0,09%Pb	80	82

Im weiteren Verlauf der Versuche mit dem angegebenen Kontakt wurde schmelzener Verflüssigungsmittelöl bei 200 atm und 425° vorhydriert (Ber. v. 24.1.40). Den Vergleich mit früheren Versuchen über 7360 bei 230 atm zeigt Tabelle II.

Tabelle II.

Vorhydrierung P 1271 bei 425°, Durchsatz 1,0.

Kontakt	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + 6% MoO <sub>3</sub> + 2% Ni	Zum Vergleich Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + 6% MoO <sub>3</sub>	Zum Vergleich Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + 10% MoO <sub>3</sub>
Druck atm	200	230	250
Ni-Kons. (-150°)	11,0 %	22,5 %	13 %
Vergasung/Anf.	0,8	4	1,5
Ap - 150°	+ 17,5	+ 6	+ 30
Ap 150°	- 12	- 6	+ 6
% Phenole im Anfall	0,015	0,005	0,012
% N im Anfall	0,015	0,01	0,011

Im Gegensatz zum P 1251 ist beim P 1271 beim Kontakt mit 6 % Mo ohne Ni die N-Reduktion besser als bei Ni-Zusatz. Ebenso ist die Spaltung und Vergasung beim Ni-haltigen Kontakt geringer, gleichzeitig ist das Mittelöl weniger aufhydriert, wie aus dem Anilinpunkt ersichtlich ist. Bemerkenswert ist, daß bei Ni-Zusatz zu Kontakt 7360 sowohl bei Braunkohle (vgl. Tab. I) wie auch bei Steinkohle die Phenolreduktion weniger gut, aber immer noch weit ausreihend ist. Weitere Versuche zur Vorraffination unter möglicher Vermeidung von Aufhydrierung wurden mit dem gleichen Kontakt bei 50 atm Druck und 425° C durchgeführt. In der folgenden Tabelle werden diese Versuchsergebnisse gegenübergestellt mit Versuchen über K 7360 bei dem gleichen Druck aber höherer Temperatur (510° C) (Ber. v. 24.1.40)

und über K 3510 (Ber. v. 15.1.40) unter vergleichbaren Bedingungen (50 atm, 418° C).

Tabelle III.

Raffination von P 1271 red. bei 50 atm.

Kontakt	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + 6% MoO <sub>3</sub> + 2% Ni	Zum Vergleich 7360	Zum Vergleich 3510
Temperatur °C	425	510	418
Durchsatz	0,5	0,5	0,33
Bi-Konz. (-150)	12	20	16
% Vergasung/ Anfall + Verg.	1,3	5,2	0,6
Ap. - 150	+ 9	- 7	Ap. -190 : + 9
Ap. 150	- 18	- 25	Ap. 190 ; - 21
% Phenole im Mittelöl	0,03	0,01	0,02
% N im Mittelöl	0,09	0,2	0,12
Benzin :			
Spez. Gew.	0,795 0,820	0,806 0,836	0,814
% - 100°	2,0 1,0	43,0 22	1,5
Endpunkt	150 197	156 207	189
O.Z. Res.	-- 78,5	90,5 91	80
Not.	68,5 69	77,5 78	71
Not.+0,09%Pb	-- --	84 --	83
" +0,12%Pb	81 80	-- --	--

Unter diesen Bedingungen ist die Reduktion bei 425° besser als bei 570° und K 7360; dabei ist der H-Gehalt der Mittelöle (Ap. -18 bzw. 25) nicht charakteristisch verschieden. Im übrigen entspricht

/.

das Ergebnis etwa den Resultaten vom 3510. Beim Ni-haltigen Kontakt ist die H-Reduktion etwas günstiger, dafür liegen beim 3510 die Klopffwerte höher und trotz etwas höherer Spaltung die Gasbildung niedriger. Abklingen des Ni-haltigen Kontaktes unter den angegebenen Bedingungen war innerhalb von 240 Std. nicht zu bemerken (s. Anlage Tab. IV).

Versuche:

Im 1,5 Ltr.-Ofen wurde Braunkohlenverflüssigungsmittelöl aus Louisa (P 1251) mit einem Kontakt Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + 6 % MoO<sub>3</sub> + 2 % Ni (180 atm, 425°, Durchsatz 1,0 bes. 3 <sup>Gas</sup>obm / kg Öl) unter gleichen Bedingungen wie über 7360 (Ber. v. 28.3.40) vorhydriert. Dabei wurde eine gute H-Reduktion erreicht auf 0,01 %. Die übrigen Daten liegen ganz ähnlich den Ergebnissen mit 7360 (s. Tab. I bzw. IV).

Weitere Versuche wurden mit Scholvenner Verflüssigungsmittelöl bei 200 atm durchgeführt. Die erzielten Raffinationsergebnisse mit H-Gehalt 0,015 %, Phenole 0,015 % bedeuten gegenüber 7360 keine Verbesserung (vgl. Tab. II bzw. IV). Nur die Vergasung liegt bei allgemein kleinerer Spaltung wesentlich tiefer (0,8 %). Weitere Raffinationsversuche wurden zur möglichen Vermeidung von Aufhydrierung bei 50 atm Druck ausgeführt. Unter diesen Bedingungen ist die H-Reduktion (0,09 %) über dem Ni-haltigen Kontakt besser als bei anderen Kontakten (s. Tab. III). Die Vergasung liegt bei 1,3 % auf Gesamtanfall. Die O.Z. des 200° - Bi (Endpunkt 197°) mit 78,5 nach Res., 69 nach Mot. und 80 nach Mot.-Math. mit 0,12 % Pb liegt schlechter als bei ähnlichen Versuchen mit K 3510 <sup>1)</sup> (s. Tab. III), Abklingen des Kontaktes unter diesen Bedingungen war nicht zu bemerken.

gez. v. Müffling  
Donath.

1) Vergl. Zustellung v. 15.1.40.

Gemeinsam mit: Dr. Oettinger,  
Dr. Fürst,  
Dr. Nonnenmacher.

Hochdruckversuche  
 Nr 558

Versuchsnummer: P 1251

Datum 1940	Druck	20.12.40	20.12.40	Druck
Betriebsstunden		47	107	
	P 1251			P 1251
Druck atm	red. v.	180	180	red. v.
Temp. °C	50. 1. 40	425	415	24. 1. 40
Durchsatz kg/Ltr./Std.		1,0	1,0	
cbm Gas/kg Einang.		3,0	3,0	
Benzinleistung (-150)		0,26	0,24	
Benzinkonz. %		27,8	24,5	
% Vergaeung/Anfall + Verg.		2,4	2,7	
Anilinpunkt B1 °C		37,0	37,0	
Anilinpunkt M1 °C		33,5	30,8	
% Phenole im B1		0,029	0,033	
% K im M1		0,011	0,016	
<b>Benzin:</b>				
Spez.-Gewicht		0,755	0,758	
Siedebeginn		80	80	
% - 100°C		17,0	23,0	
% - 120°C		70,0	75,0	
Endpunkt °C		141	140	
<b>Zusammensetzung:</b>				
% Paraffine				
% Naphthene				
% Aromaten		15,7		
% Ungesättigte				
<b>Teste:</b>				
Co-Strifen				
Doktor-Test				
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> -Test				
<b>Oktanahlen:</b>				
Res.-Meth.		62,5	66	
Mot.-Meth.		61	62	
" - " + 0,09 % Pb		70	60	
" - " + 0,12 % Pb				
<b>B-Mittelöl:</b>	AP + 10			
Spez. Gew.	0,832	0,834	0,834	
Siedebeginn °C	43	170	170	
% - 160° C	30	2,8		
% - 200° C		18,5	14	
% - 250° C		59,0	62	
Endpunkt °C	31/20,5	220/18		

Moleds - Molybdän-Kontakt mit 2.5 Mi.

	27.3.40	29.3.40	29.5.40	30.40	2.4.40	5.4.40	
	a b c	a	bc	bc + 1. A. 1	bc	a b c	
	53	161	200	251	295	367	
1271	200	200	50	50	50	50	
425	425	425	425	425	425	425	
1,0	1,0	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	
3,0	3,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	
0,11	0,11	0,053	0,03	0,07	0,055	0,055	
10,5	11,0	11,0	6,9	15,5	11,5	11,5	
0,8	--	1,2	--	1,7	--	--	
+ 17,8	17,2	3,6	12,2	3,0	3,5	10,5	
- 10,0	-13,8	-20	-19	-22,5	-12	-20,5	
--	0,015	0,015	0,07	0,027	0,036	0,036	
--	0,016	--	0,033	0,095	0,094	0,094	
Ofenprod.	Ofenprod.	Ofenprod.					
0,900	0,900	0,922	0,784	0,814	0,837	0,856	
101	112	110	66	95	96	96	
4,5	2,0	1,5	27,5	6,5	0,8	1,0	
-150°:10,5	-150°:11,0	-150°:11,0	84,0	23	15,0	15,5	
-180°:23,5	-180°:21,5	-180°:21,5	127	-150°:37	-150°:44,5	-150°:48	
-200°:31,5	-200°:31,0	-200°:26,5	--	5.7.174	-180°:73,0	-180°:74	
-250°:65,0	-250°:63,0	-250°:59,0	--	--	205/98,0	207/98,0	
317/98,5	322/98,5	328/99,0	--	--	--	--	
--	--	--	32,2	34,5	45,8	47,5	
--	--	--	--	--	--	--	
--	--	--	--	--	--	--	
--	--	--	63,5	70	--	--	
--	--	--	81	85	--	--	
--	--	--	0,945	0,960	0,984	0,984	
--	--	--	150	250	112	112	
--	--	--	2,0	--	20,0	20,0	
--	--	--	10,0	--	21,0	21,0	
--	--	--	52,0	45,0	50,0	50,0	
--	--	--	322/98,0	332/98,0	335/98,0	337/98,0	



TITLE PAGE

51. 6434-Benzinierung von Tonerde-Molybdän  
vorhydriertem Steinkohle-Verflüssi-  
gungs-Mittelöl.

6434 benzinization of coal liquefac-  
tion middle oil which has been  
prehydrogenated over alumina-  
molybdenum.

Frame Nos. 726 - 733

51

6434-Benzinierung von Tonerde-Molybdän vorhydriertem  
Steinkohle-Verflüssigungsmittelöl.

Zusammenfassung.

Über K 7424 vorhydriertes Verflüssigungsmittelöl aus Schmelze (P 1271) (Vorhydrierung vgl. Bericht v. 3.1.1940) wurde im 500 cm-Ofen über Kontakt 6434 auf Fliegerbenzin (Endpunkt 150°) verarbeitet. Die Versuchsbedingungen waren: Druck 250 atm, Temperatur 392° C, Durchsatz 1,5 kg/l/Std, 2 cbm Gas auf 1 kg Einspritzung, 0,5 % F 471-Zusatz.

Das bei 425° vorhydrierte Produkt ergab zunächst eine etwas geringe Leistung von nur etwa 0,6. Durch praktisch verlustfreie Wäsche des Einspritzproduktes mit 50 %iger  $H_2SO_4$  ließ sich die Leistung steigern auf etwa 0,9 bis ca. 1,7 % Vergasung. Die gleiche Leistung ergaben bei höherer Temperatur vorhydrierte Produkte. Einen Überblick über die Ergebnisse mit bei verschiedenen Temperaturen vorhydrierte Produkte gibt folgende Tabelle

16.5.40

Tabelle I.

Hinspritzprodukt	P 1271	P 1271	P 1271	P 1271	P 1271	P 1271
Vorhydrierungs- temperatur	425°	425° mit H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> Gew.	442°	475°	500°	425°
Anilinpunkt	+ 6°		+ 6°	+ 10°	+ 6°	+ 6°
Benzinleistung (-150)	0,62	0,86	0,83	0,86	0,76	Mischung mit Vor- hydr.-Bi (78 : 22)
Vergasung/Bi + Vergasung	18,5 %	17,0%	18,0 %	18,5 %	22,0 %	
● Spez. Gewicht	0,737	0,740	0,730	0,724	0,734	0,744
Siedebeginn °C	44	49	28	33	45	52
% - 100°C	52	50	57	62,0	55	54,5
% - 120°C	77	75	78,5	80,0	76	83,5
Endpunkt °C	143	143	143	145	155	143/98,5
Zusammensetzung:						
% Paraffine	39,2	38	--	--	37,8	32,5
% Naphthene	48,0	45,2	--	--	45,4	55,0
% Aromaten	11,5	14,8	--	--	16,0	11,0
% Ungesättigte	1,3	2,0	--	--	0,5	1,5
● Oktanzahlen:						
Res.	79	81	82	83	85	79
Mot.	75,5	77	78,5	79	78	76
" + 0,09Pb	86,0	88,5	89,5	90	91	88

Die letzte Spalte enthält auch die Zahlen für die Mischung des 6434-Benzins mit dem bei 425° erhaltenen Vorhydrierungsbenzin. Die Benzine liegen in der O.Z. höher als bei 5058 Vorhydrierung.

V e r s u c h e :

Das gemäß Bericht vom 3.1.40 über Tonerde mit 10 %  $\text{MoO}_3$  vorhydrierte Verflüssigungsmittelöl von Scholven wurde im 1/2 l-Ofen über K 6434 bei 250 atm Druck,  $392^\circ$  mit Rückführung benziniert. Der Durchsatz betrug 1,5 kg/l/Stde, die Gasmenge 2 ccm pro kg Einspritzprodukt.

Es zeigte sich zunächst, daß das in der ersten Periode der Vorhydrierung bei  $425^\circ$  gewonnene B-Produkt infolge seines noch zu hohen Stickstoffgehaltes (0,011 %) eine Leistung von nur etwa 0,6 bis  $150^\circ$  ergab. Durch Waschen mit 4 % 50%iger  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ließ sich das Produkt so weit reinigen (N-Gehalt 0,007 %), daß die Benzingleistung auf etwa 0,9 stieg bei einer Vergasung von 17 %. Die gleiche Leistung ergaben auch die bei höherer Temperatur vorhydrierten Produkte. Die Abhängigkeit der Leistung von der Vorhydrierungstemperatur ist auf dem beiliegenden Kurvenblatt aufgetragen.

Die bei höherer Temperatur vorhydrierten Produkte ergaben etwas höheren Aromatengehalt und Oktanzahl. Die Höhe der O.Z. des 6434-Benzins scheint ebenso wie der Anilinpunkt des 6434-Rückfuhrmittelöls bei den verwendeten Einspritzprodukten mit Anilinpunkt 5 -  $8^\circ$  in erster Linie von der Reinheit abzuhängen. Die O.Z. ist also umso höher, der Anilinpunkt des b-Mittelöls umso tiefer je höher die unter gleichen Bedingungen erzielte Leistung ist.

Die Mischung mit dem Vorhydrierungsbenzin (Vorhydrierung bei  $25^\circ$ , Wasche mit 50 %  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) Anfallverhältnis ergab ein Benzin mit Oktanzahl Res. 79, Mot. 76, Mot. + 0,09 % Pb SS. Das nach Mischen mit dem Vorhydrierungsbenzin erhaltene Produkt hatte gute Eigenschaften (Tab. IV).

Gemeinsam mit  
Dr. Oettinger,  
Dr. Nonnenmacher  
Dr. Fürt.

gez. v. Muffling  
" " " "

Benzinierung von 7424-Vorhydrierungsmittel 31 aus P 1271 über 6424  
Vorhydrierungstemperatur 425°.

Datum	26.11.	29.11.	3.12.	7.12.	12.12.	13.12.	
Betriebsstunden	146	220	316	424	544	578	
Druck	250	250	250	250	250	250	
Temperatur °C	374	392	392	392	392	392	
Durchsatz kg/ Ltr./Std.	1,2	1,5	1,5	1,2	1,5 <sup>1)</sup>	1,5 <sup>1)</sup>	
Gas-ohm/kg Ein- spritzung	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	
% P 471	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	
Bi-Leistung (-150°)	0,63	0,62	0,57	0,66	0,82	0,90	
Bi-Konz. %	54	44,6	34,0	67	75,8	75,2	
Vergasung/Bi + Vergasung	20	18,5	20,7	16,4 <sup>2)</sup>	17,6 <sup>2)</sup>	16,6 <sup>2)</sup>	
<u>Bi (-150°):</u>			Bi v. 29.11. + 3.12. stabilisiert		C <sub>4</sub> - frei	nicht stabilisiert	
Spez. Gewicht	0,724	0,734	0,737	0,749	0,730	0,740	0,713
Anilinpunkt °C	46	42,0	41,5	42,2	40	38	40,0
Siedebeginn °C	32	44	50	47	32	48	24
% - 70°C	20	14,5	16,5	10	20	13,5	23,5
% - 100°C	53,5	52	58,5	41,5	50	50,0	50,0
% - 120°C	74,5	77	81,0	63,0	73	75,0	69,5
Endpunkt °C	155	143	141	151	172	143	142
⊖mpfdruck (Reid) atm	--	--	0,48	--	--	0,56	--
Zusammensetzung:							
% Paraffine	45,8	--	39,2	--	--	38	--
% Naphthene	44,5	--	48,0	--	--	45,2	--
% Aromaten	8,7	--	11,5	--	12,7	14,8	13,3
% Ungesättigte	1,0	--	1,5	--	--	2,0	--
Teste:							
Cu-Streifen	noch gut bei 500	--	Korrod. <sup>4)</sup>	--	--	Anlauf- farbe	--
Dokortest	negativ	--	negativ	--	--	positiv	--
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> -Test	2	--	2	--	--	2	--
Oktanzen:							
hes.-Meth.	80	--	78,8	--	81	81,0	--
Mot.- "	78	--	75,5	--	76	77,0	--
" + 0,09 % Pb	91	--	86,0	--	89	81,3	--

Datum 1939		26.11. bo	29.11. bc	3.12. abo	7.12. b2o	12.12. c	13.12. o
<b>B-Mittelöl:</b>							
Spez. Gew.	0,900	0,818	0,844	0,842		0,824	0,854
Anilinpunkt °C	+ 5	+ 39	38,2	33,5		38,5	27,5
Siedebeginn °C	165	65	167	120	121	80	121
% - 180°C		35,0	22,5	47,0	28	22,0	19,5
% - 200°C	20	71,0	73,0	75,0	69	64,5	64,5
% - 250°C	62	97,5	96,0	95,0	95,0	93,0	94,0
Endpunkt °C	310	253	266	278	273	278	263

1) Einspritzprodukt mit 4 % 50%iger H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> gewaschen.

2) Das im Produkt gelöste Gas wurde geschätzt.

3) Elementaranalyse:

% O 85,76  
 % H 14,03  
 % O 0,12  
 % N 0,01  
 % S 0,073

H dispon./100 l 16,33

4) Bei der Stabilisierung verunreinigt.

## Benzinierung von 7424-B-Mittelöl aus P 1271 über 6434

## Vorhydrierung bei 442 - 500°.

	Binspr. Prod.	15.12. bo	Binspr. Prod.	17.12. bo	19.12. bo	Binspr. Prod.	21.12. bo	22.12. bo
Datum 1939								
Betriebsrunden		626		675	723		771	795
Binspritzprod.:								
Vorhydr. Tem. °C	442	442	475	475	475	500	500	500
Anilinp. °C	+ 6,0	+ 6,0	+ 10	+ 10	+ 10	+ 5	+ 5	+ 5
Druck atm		250		250	250		250	250
Temp. °C		392		392	392		392	392
Durchsatz kg/ litr./Std.		1,5		1,5	1,5		1,5	1,5
Gas ohm/kg Binspr.		2,0		2,0	2,0		2,0	2,0
% P 471		0,5		0,5	0,5		0,5	0,5
Hi-Leistung (-150°)		0,83		0,80	0,92		0,75	0,77
Hi-Konzentrat.		73,8		64,0	82,0		58	56
Vergasung/Hi + Vergasung		18,0		--	18,5		32,9	22,0
Hi - 150°:							nicht stabi- lisiert	O4- frei
Spez. Gewicht		0,730		0,724	0,710		0,734	0,734
Anilinpunkt °C		39,5		41,7	40,5		36,4	35
Siedebeginn °C		28		33	22		45	33
% - 70° C		21		24	26,0		16,0	19,0
% - 100° C		57		62,0	52,0		55,0	53,0
% - 120° C		78,5		80,0	66,5		76,0	72,5
Endpunkt °C		143		145	161		155	150
Zusammensetzung								
% Paraffine		--		--	--		87,8	36,7
% Naphthene		--		--	--		45,4	44,5
% Aromaten		--		--	--		16,0	17,5
% Ungesättigte		--		--	--		0,5	1,3
Tests:								
Cu-Streifen		--		--	--		regen- bogenf.	gut
Dokortest		--		--	--		schwach positiv	negat.
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> -Test		--		--	--		2	2
Oktanahl:								
Research		82		83	--		85	83
Mot.-Meth.		78,5		79	--		78,5	78,5
" + 0,09% Pb		89,5		90	--		93	89,5
" + 0,27% Pb		--		--	--		--	--
B-Mittelöl:								
Spez. Gew.	0,906	0,845	0,890	0,846	0,838	0,890	0,854	0,854
Anilinpunkt °C	6,0	+ 25	+ 10	+ 21,2	22,5	+ 5	17,3	30,5
Siedebeginn °C	160	157	177	154	83	175	163	168
% - 180°		40,5		35,5	26,0		15,0	9,0
% - 200°	12	73,5	25	77,0	62,0	30,0	77,5	71,5
% - 250°	78	96,5	80	96,0	95,0	87,5	96	95,0
Endpunkt °C	310	260	255	257	267	300	254	254

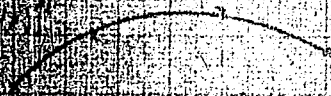
Taballe IV.

732

	6434 Benzin stabilisiert (C <sub>4</sub> -frei)	Vorhydrierungs- benzin(7424-Bi bei 425°C	Mischung 6434-Bi stabi- lisiert + Vor- hydrierungsbi im Anfallver- hältnis (78:22)
Spez. Gewicht	0,737	0,768	0,744
Anilinpunkt ° C	41,5	33	39,2
Siedebeginn ° C	50	75	52
% - 70° C	16,5	--	8,2
% -100° C	38,5	60	54,5
% -120° C	81	98,5	83,5
Endpunkt ° C	141	120	143
Dampfdruck (Reid) atm	0,48	--	0,42
<u>Zusammensetzung:</u>			
% Paraffin	39,2	15	32,5
% Naphthene	48,0	73	55,0
% Aromaten	11,5	11,5	11,5
% Ungesättigte	1,3	0,5	1,0
<u>Teste:</u>			
Cu-Streifen	korrodiert	1)	korrodiert
Dokortest	negativ	regenbogen- farbig	negativ
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> -Test	2	negativ	2
<u>Oktanzen:</u>			
Researchmethode	81	71,5	79
Motormethode	77	70,0	76
" + 0,09% Pb	89	85,0	88
" + 0,27% Pb	--	--	91



733



Handwritten notes or labels, possibly including the number 733, located in the lower right quadrant of the grid.

TITLE PAGE

52. Vorhydrierungs-Kontaktversuche.  
Prehydrogenation catalysts  
experiments.

Frame Nos. 734 - 740

1. März 1940, Pr.

734

52 Vorhydrierungs-Kontaktversuche

(Versuche mit Steinkohleverflüssigungsmitteln).

Zusammenfassung.

- 1) Es wird versucht, die Herstellung des Eisen-Nickel-Wolfram-Kontaktes für Vorhydrierung zu vereinfachen. Das langwierige Auswaschen des Kontaktes im bisherigen Herstellungsgang zum Entfernen der Sulfationen kann bei Magnesiumoxiden unterbleiben.
- 2) Zusatz von 1 % Graphit zum Eisen-Nickel-Wolfram-Kontakt zur Erzielung besserer Verformungseigenschaften wird ohne Nachteil für die Kontakteigenschaften vertragen.
- 3) Regeneration des Eisen-Nickel-Wolfram-Kontaktes durch Abrösten und Schwefeln ist nicht befriedigend.
- 4) Ohne deutliche Veränderung der Kontakteigenschaften kann entweder das Ni oder das W im Eisen-Nickel-Wolfram-Kontakt durch Mo ersetzt werden; das Eisensulfid kann teilweise durch Tonerde, nicht aber durch Magnesia ersetzt werden.
- 5) Sehr aussichtsreich für die Vorhydrierung erscheint ein Molybdän-Kontakt auf Tonerdebasis.

16/19%

In der Zeit zwischen dem 1. Dezember 1939 und 1. Februar 1940 wurden 14 Kontakte für Vorhydrierung geprüft und zwar unter den für den normalen Eisen-Nickel-Wolfram-Kontakt 6713 üblichen Fahrbedingungen (250 Atm; Durchsatz 0,8 kg/Ltr.Kontakt, Stunde, 3 obm  $H_2$ /kg Öl; Temperatur zwischen 425 und 450°). Die Versuche wurden in 250 ccm-Öfen mit Steinkohle-Spappmittelölen geführt und zwar mit verschiedenen Chargen Scholvener Verflüssigungsmittelöl mit Verflüssigungsmittelöl aus Saarkohle Luisental. Die Chargen enthielten etwa 15 % Phenole und hatten einen Anilinpunkt von etwa -20° (vergl. Tabelle 1), nur die Charge Scholvener Verflüssigung vom 24.12.39 hatte einen etwa 10 % tieferen Anilinpunkt und ergab bei der Vorhydrierung ein entsprechend weniger hoch hydriertes Mittelöl, worauf bei Beurteilung der Kontaktpfahrungen zu achten ist.

Eine Gegenüberstellung der Elementaranalysen der Einspritzprodukte

Einspritz- produkt EA-Nr	P 1271 v. 24.12.39 (1515)	P 1271 v. 9.1.40 (1545)	K 1152-d-Mittel (1530)
C	88,0	87,6	89,0
H	9,0	9,3	9,5
O	2,0	2,4	3,8
N	0,3	0,6	0,7
S	0,14	0,1	0,25
$H_2$ dispon. auf 100 C	9,73	10,10	10,35

Gehalt zeigt ferner den etwas höheren Gehalt der Saarkohleverflüssigung an disponiblen Wasserstoff; letztere konnte entsprechend schon bei durchschnittlich 1 MV niedriger Temperatur vorhydriert werden als die

Ruhrkohleverflüssigung. Mit jeder Produktcharge wurde ein Vergleichsversuch mit normalem 6719 ausgeführt.

Ergebnis der Kontaktprüfungen (vergl. Tabelle 1).

- 1) Einige Versuche, durch Veränderung der Herstellungsweise die Aktivität des Eisen-Nickel-Wolfram-Kontaktes 6719 zu erhöhen, hatten keinen Erfolg (Versuche Nr. 2, 3, 4 der Tabelle 1). Indessen gelang es, unter wesentlicher Vereinfachung des Herstellungsganges einen Kontakt zu erhalten, der, soweit eine Prüfung in wenigen kürzeren Versuchen eine Beurteilung zulässt, dem normal hergestellten Kontakt in jeder Beziehung gleichwertig ist (Versuche 6 a, b und 13 der Tabelle). Bei der bisher üblichen Fällung des Eisensulfides mit Schwefelammon aus einer Sulfatlösung ist ein etwa 16-stündiges Waschen des Niederschlages zur restlosen Entfernung des Ammonsulfates erforderlich, da letzteres die Verformungseigenschaften der Kontaktmasse äußerst ungünstig beeinflusst. Es zeigte sich, dass auch ohne Auswaschen des Eisensulfides gute Verformbarkeit und haltbare Kontaktpillen erzielt werden können, wenn der Kontakt zum Abbinden der beim Erhitzen aus dem Ammonsulfat zurückbleibenden freien Schwefelsäure etwas Magnesia zugesetzt wird. Ein Magnesiumgehalt von 2 % ist hierzu ausreichend (100 % Überschuss bezogen auf  $SO_4$ ), ohne dass dabei eine wesentliche Beeinträchtigung der Kontaktaktivität festzustellen ist. Ebenso war zwischen einem nicht ausgewaschenen Kontakt und einem ebenfalls MgO-haltigen Kontakt, der nur 8 Stunden (= halbe Zeit) gewaschen war, kein Unterschied zu erkennen.

- 2.) Bei der technischen Herstellung des 6719 werden nicht alle Chargen erhalten, die sich schlechter pillen lassen, in welchen

Füllen ein geringer Graphitzusatz Abhilfe schafft. Die Prüfung eines Kontaktes mit 1 % Graphit (Versuch 9 der Tabelle 1) ergibt, dass ein solcher Graphitzusatz vom Standpunkt der Kontaktaktivität völlig unbedenklich ist.

- 3.) Der Versuch, einen Eisen-Nickel-Wolfram-Kontaktausbau durch einfaches Abrösten und Schwefeln zu regenerieren, schlug erwartungsgemäß fehl. Der regenerierte Kontakt war sowohl in der Phenolreduktion als auch in der Aufhydrierung des Mittellezes ungenügend (Versuch 5 der Tabelle).
- 4.) Versuche mit einigen Kontakten, die sich von dem 6719 in ihrer Zusammensetzung nur wenig unterscheiden, hatten folgendes Ergebnis: Das Nickel im 6719 kann auch durch die gleiche Gewichtsmenge Molybdän ersetzt werden (Versuch 7); ein Kontakt mit etwas kleinerem Gehalt an Molybdän + Nickel (1 : 1) zeigte anscheinend etwas schnelleres Abklingen als 6719 (Versuch 11); unter Beibehaltung des Nickels kann auch das Wolfram durch einen ihm entsprechenden Prozentsatz Molybdän ersetzt werden (Versuch 15); ein Kontakt, in dem das Eisensulfid teilweise durch Tonerde ersetzt war, war nicht schlechter als der 6719 (Versuch 10), während ein Magnesia-haltiger Kontakt eine zu schlechte Phenolreduktion zeigte (Versuch 14).
- 5.) Sehr aussichtsreich für die Vorhydrierung scheinen auch Mo-haltige Kontakte auf Tonerdebasis zu sein (vergl. Bericht Donath vom 3.1.1940/15 7741). Ein Kontakt mit 10 % Molybdänstickstoff auf aktivem Ton hatte ausgezeichnete Phenolreduktion bei gleichzeitig etwas stärkerer Spaltaktivität (32 % Vorhydrierungsstempin gegenüber etwa 25 % beim 6719; Vergangung 3,2 % auf Binnprüfung gegenüber etwa 1,5 % beim 6719). Die Aufhydrierung des Mittellezes geht bei diesem Kontakt nicht ganz so weit wie beim 6719; das

vorhydrierte Mittelöl lässt sich aber gut über 6434 verarbeiten (vergl. den genannten Bericht). Der Mittelölanilinpunkt blieb bei dem Tonerdekontakt während einer 400-stündigen Fahrzeit völlig konstant bei etwa + 12°, während er bei dem 6719 und ähnlichen Kontakten stets ein langsames Absinken zeigte.

Der beschriebene Tonerdekontakt dürfte ausserdem gegenüber dem 6719 den Vorzug einer wesentlich besseren und einfacheren Regenerierbarkeit haben und sich vermutlich auch zur Vorhydrierung anderer Produkte als Steinkohleverflüssigung eignen. Bei seinem niedrigen Schüttgewicht und geringem Molybdängehalt könnte durch seinen Einsatz unter Aufwendung einer relativ kleinen Molybdänmenge Nickel und Wolfram erspart werden. Die erforderlichen Metallmengen für den normalen Nickel-Wolfram-Kontakt, sowie für diejenigen Kontakte, die nach den mitgeteilten Versuchen als gleichwertiger Ersatz in Frage kommen, sind in Tabelle 2 in kg/m<sup>3</sup> Kontakt zusammengestellt.<sup>x)</sup>

Tabelle 2

Nr.	Kontakt Zusammensetzung	Schütt- gew. des Kontak- tes	Gehalt der Kontakte an Metal- len in kg/m <sup>3</sup> Kontakt				
			Fe	Ni	W	Mo	Al
6719	FeS, NiS, WS <sub>2</sub>	1,85	385	36	302	-	-
7516	FeS, MoS <sub>2</sub> , WS <sub>2</sub>	1,85	985	-	302	33	-
7534	FeS, NiS, MoS <sub>2</sub>	1,38	660	27	-	248	-
7540	FeS, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , NiS, WS <sub>2</sub>	1,11	283	21,5	181	-	206
7424	akt. Ton + 10 MoO <sub>2</sub>	0,69- 0,74	-	-	-	45- 49	650-690 kg akt. Ton

<sup>x)</sup> Zur Vorhydrierung von je 100 000 Jato ist jeweils die 16-fache Menge erforderlich, Durchsatz 0,8 und einjährige Haltbarkeit des Kontaktes vorausgesetzt.

Bei dem Tonerdekontakt lässt sich überdies voraussichtlich mit höherem Durchsatz fahren, als mit dem 6719. (vergl. auch Bericht 15 7741), wodurch eine zusätzliche Einsparung an Kontaktraum und damit ebenfalls an Metall möglich wäre. Die Fortsetzung der Versuche mit diesem Kontakt wurde vorläufig wegen dringender Bromtiserungsversuche zurückgestellt.

Wolfram in der Form von Wolframsäure auf aktivem Ton ist für die Vorhydrierung ungeeignet (Versuch 12 in Tabelle 2).

Gemeinsam mit

Dr. v. Fühner

Dr. Peters

Dr. Günther

gez. Reitz.

Anlage:

1 Tabelle



Tabelle I.

Nr.	Kontakt	Temp. °C	Betr. Std.	Spez. Gew.	Än- lin- Bkt.	% bis 180°	End- pkt.	Phen- nole	Öfen/ Datum	Öfen- platt
P 1271 red. vom 13.11.39										
1	6719	{ 434 442	74 363	0,870 0,878	+28 +20	20 19	312	0,02 0,005	320/4.12.39 16.12.39	2969
2	7519 ( = 6719 unter Schwefel- beobachtung hergestellt )	{ 434 441	124 124	0,887 0,884	+ 8 -	22 -	318	0,19 0,02	19/21.12.39 22.12.39	3002
P 1271 red. vom 24.12.39										
3	7513 ( = 6719 über Ni- acetat )	{ 442 451	144 192	0,888 0,888	+11 +14	29 24	311	0,23 0,04	22/27.12.39 29.12.39	3000
4	7514 ( = 6719 über Ni- acetat )	442	116	0,890	+16	18	322	0,27	329/27.12.39	3003
5	7522 ( = 6719 über Ni- acetat )	434	108	0,824	+ 7	18	300	0,48	20/1.1.40	3013
6	7525 ( = 6719 über Ni- acetat )	441	72	0,822	+17,5	21	325	0,56	22/23.12.39	3016
7	7516 ( = 6719 über Ni- acetat )	441	116	0,881	+14,5	20	327	0,37	307/30.12.39	3006
P 1271 red. vom 1.1.40										
8	7527 ( = 6719 über Ni- acetat )	441	116	0,866	+12	32	318	0,30	15/17.1.40	3001
9	7528 ( = 6719 über Ni- acetat )	434	116	0,840	+20	26	319	0,37	19/23.1.40	3005
10	7529 ( = 6719 über Ni- acetat )	434	116	0,832	+20	21	312	0,42	19/23.1.40	3004
11	7530 ( = 6719 über Ni- acetat )	441	116	0,856	+12,5	20	316	0,54	19/23.1.40	3007

Stamm-Nr.	Beschreibung	Beschreibung		Beschreibung		Summe	Datum	Konten-Nr.
		MIS	MS	MIS	MS			
	Vom 9.1.40			0,964		533	14,8	
8 a	7424 (Akt. Ton + 10 % Mo)	434	215	0,868	+12	32	0,007	16/27.1.40 3061
9	7558 (= 6719 + 1% Graphit)	434	70	0,864	+25	26	0,01	22/28.1.40 3079
10	7540 (40 Feb. 35 MS, 22 WS, 3 MS)	{ 434 442	{ 45 93	{ 0,860 0,856	{ +27 +27,5	{ 34 30	{ 0,2 0,06	{ 328/14.1.40 16.1.40 } 3047
11	7542 (= 6719 mit 1 MS + 1 MS statt 3 MS)	{ 434	{ 49 121	{ 0,878 0,876	{ +17,2 +14,5	{ - -	{ 0,07 0,14	{ 22/15.1.40 19.1.40 } 3050
12	7515 (Akt. Ton + 10 W)	425	74	0,918	-6,5	16	2,26	20/6.2.40 3073
	K 1152-B-W'61 v. Ofen 451 v. 3.76-25.8 200 red.v. 2.1.40			0,959	-18,5	-	310	12,7
1 b	6719	{ 425 434	{ 122 265	{ 0,848 0,848	{ +36 + 55,5	{ 28	{ 0,09 0,05	{ 129/19.1.40 22.1.40 } 3072
6 b	7520 a.o.	425 *	140	0,856	+ 28	27	0,07	21/14.1.40 3076
8 b	7423 v. G.	434 **	122	0,852	+20,5	32	0,007	16/3.1.40 3022
13	7553 (= 6719 Kerker aust. gewaschen + 24 MS)	{ 425 434	{ 96 94	{ 0,868 0,850	{ +19 +32	{ 23	{ 0,02 0,57	{ 27/25.1.40 328/1.1.40 } 3075
14	7525 (40 Feb. 35 MS, 22 WS, 3 MS)	434	94	0,850	+32	29	0,57	328/1.1.40 3057
15	7534 (= 6719 mit 10 statt 6)	425 *	41	0,874	+42	31	0,06	328/1.1.40 3100

\*) Bei anderen Temperaturen ist die Menge...

\*\*) Bei anderer Temperatur ist die Menge...

TITLE PAGE

53. Raffination von Leuna-Verflüssigungs-  
mittelöl (P1251) mit Kontakt 7360  
bei 180 Atm.  
Refining of Leuna - liquefaction  
middle oil with contact 7360 at  
180 atms.

Frame Nos. 741 - 747

53 Raffination von Leuna-Verflüssigungsmittel 81 (PL251) mit  
Kontakt 7360 bei 180 Atm.

Zusammenfassung.

Leuna-Verflüssigungsmittel 81 wurde mit Kontakt 7360 bei 180 Atm. und Durchsatz 1 raffiniert. Bei 374°C war sowohl die Phenol- als auch die N<sub>2</sub>-Reduktion schlecht. Bei 391°C war die Phenolreduktion gut, jedoch die N<sub>2</sub>-Entfernung noch ungenügend. Das Mittel 81 über 150°C aus einer Fahrperiode von sechs Tagen hatte im Mittel einen N<sub>2</sub>-Gehalt von 0,041 % und liess sich über 6434 nicht benziniieren<sup>1)</sup>. Bei 425°C war die Phenolreduktion sehr gut und die N<sub>2</sub>-Reduktion für eine Benziniierung des Mittelöls über 6434 noch ausreichend.

Das in 7 Tagen bei 425°C raffinierte Mittel 81 (Anilinpunkt etwa 30; % N<sub>2</sub> 0,014) wurde in einem 100-ccm-Ofen<sup>1)</sup> über 6434 mit einer Leistung 0,69 in Flugbenzin (Endpunkt 158°C) mit 50% bis 100°C und einer Oktanzahl nach Motormethode 73 und Motormethode + 0,09 Vol.% Bleitetraäthyl 87 verarbeitet.

Nach Mischung mit dem Vorhydrierungsbenzin im Anfallverhältnis hat das Benzin eine Oktanzahl nach Motormethode 69 und Motormethode + 0,09 Vol.% Bleitetraäthyl 85,5.

Weitere Versuche zur Vorraffination von Leuna-Verflüssigungsmittel 81 mit einem 7360-Typ-Katalysator sind im Gange. Insbesondere soll geprüft werden, ob der Vorhydrierungskatalysator ohne Abklingen arbeitet.

1) Versuche im 100-ccm-Ofen;  
Zus.stellg. Dr. Günther v. 5.1.1940 Nr. 156961.

Versuchsergebnisse:

In einem 500-ccm-Ofen mit Kontakt 7360 wurde Leuda-Verflüssigungsmittel 181 mit Kontakt 7360 bei 180 Atm. Druck und 1,0 kg/ltr/Std. Durchsatz vorhydriert. Die Eigenschaften der bei den drei Versuchstemperaturen 374°C, 391°C und 425°C erhaltenen Produkte enthält die folgende Tabelle (vgl. auch die Tabelle und Kurven in der Anlage). Wie man sieht, wirkt sich die Temperaturerhöhung vor allem auf die Phenol- und N<sub>2</sub>-Reduktion aus. Der Phenolgehalt im Anfall beträgt bei 374°C 0,8%, bei 391°C 0,055% und bei 425°C immer noch 0,004%. Der N<sub>2</sub>-Gehalt im Rückstand über 200°C sinkt von 0,065% bei 374°C auf 0,033% bei 391°C und 0,003% bei 425°C. Das mit etwa 28% Abstreiferkonzentration anfallende Benzin bis 150°C hat etwa 35% bis 100°C, 14% Aromaten und eine Oktanzahl nach Motormethode von 61. Die Bleiempfindlichkeit steigt mit wachsender Temperatur etwas an (0,2 Mot.+Pb + 0,2 Mot. 17 bei 374°C, 21 bei 425°C). Die Vergasung bezogen auf Einspritzung beträgt bei 425°C 23%.

743

Produkteigenschaften bei verschiedenen Bedingungen

Druck 180 Atm Durchsatz kg/Ltr/Std. 1,0 chz Gas/kg Öl 3,0

Ausgangsmaterial	F 1251		
Temperatur °C	374	391	425
Benzinkonzentration % bis 150°C % 150-200°C % Vergasg./Anfall+Vergasg.	29,2 18,5 1,6	49,7 19,5 2,0	28,0 18,5 2,3
<u>Benzin bis 150°C:</u> spez. Gewicht/20°C Anilinpunkt °C Siedebereich °C % bis 100°C % Aromaten OZ Motor OZ/+ 0,09 % Pb Mot.	0,749 41 70-151 33 11 60,5 77,5	0,752 40,5 64-154 37 11 61 79	0,753 37,5 67-150 35 14 61,5 82,5
<u>Benzin 150-200°C:</u> spez. Gewicht/20°C Anilinpunkt °C % bis 180°C % Aromaten OZ Motor	0,816 35,5 68,0 - -	0,820 34,5 72,5 24,5 45	0,810 33,7 85,0 24 47
<u>Rückstand über 200°C:</u> spez. Gewicht/20°C Anilinpunkt °C % Stickstoff Endpunkt °C/%	0,896 26,8 0,065 320/98,5	0,894 28 0,033 320/98,7	0,884 27,5 0,068 308/90,0
ges. Abstreifer Phenole %	0,83	0,055	0,004
<u>Ausgangsmaterial:</u> spez. Gewicht Anilinpunkt °C % Phenole % Stickstoff Siedebereich °C % bis 150°C		0,898 12,8 14 0,4 70-310 19	
Datum Öfen 308 <sup>I</sup>	31.10.0	2.11.00	10.11.00

Das bei 391° C vorhydrierte Mittelöl über 150° C mit 0,04 % wurde mit 10 % 10prozentiger, mit 10 % 20prozentiger und mit 10 % 96prozentiger Schwefelsäure raffiniert. Der Raffinationsverlust betrug bezugweise 2,0 %, 2,2 % und 2,5 %. Der N<sub>2</sub>-Gehalt des raffinierten Mittelöls war 0,015 %, 0,012 % und 0,009 %. In den beiden letzten Fällen dürfte die N<sub>2</sub>-Entfernung für eine Benziniierung des Mittelöls über 6434 ausreichen.

Das bei 425° C vorhydrierte Mittelöl über 150° C (Dauer der Versuchsperiode 7 Tage) wurde in einem 100-ccm-Ofen mit 6434 benzinisiert<sup>1)</sup>. Bei einer Leistung von 0,69 (Benzin befriedigt) und einer Vergasung von ca. 20 % wurde ein L-Benzin mit folgenden Eigenschaften erhalten:

spez. Gewicht	0,740
% bis 70° C	11
% bis 100° C	50
Endpunkt °C/%	158/99
% Aromaten	13,5
Oktanzahl	
Mot.-Meth.	73
" +0,09 Pb	87.

Mischt man dieses Benzin mit dem bei etwa 155° C abgeschalteten Vorhydrierungsbenzin im Anfallverhältnis (33 Teile Vorhydrierungsbenzin + 67 Teile 6434-Benzin), so errechnet sich ein Benzin mit folgenden Eigenschaften:

spez. Gewicht	0,745
% bis 70° C	8
% bis 100° C	45
Endpunkt °C	159
% Aromaten	14
Klopfwerte:	
OZ Mot.	69
OZ " +0,09 Pb	85,5.

Das Benzin ist mit 45% bis 100° C noch zu hoch abgeschaltet; durch tieferes Abschneiden wird leicht ein gutes Benzin zu erhalten sein.

1) Zus. stellg. Dr. Günther v. 5.1.1940, Nr. 156961.  
Gemeinsam mit: Dr. v. Müffling, Dr. Fürst, Dr. Dehn.

gen. Vorkontrollen  
Bericht  
Günther

Tabelle

Ofen 308 1. 50  
at

Datum 1939		P 1251 v. 6.10.	31.10.	1.11.0	2.11. 000	3.11. 000	4.11. 000
Betriebsstunden		37	0				
<b>Bedingungen</b>							
Temperatur ° C			370	391	391	391	391
Durchsatz kg / L			1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
cbn Gas / kg Öl			3,0	3,0	3,0	3,0	3,0
<b>Gew. % / Gesamtanfall</b>							
Benzin -150° + Gasbl.			29,0		28,1		
Benzin 150-200°			15,0		15,1		
Mittelöl 200°			51,3		49,7		
Gas C <sub>1</sub> - C <sub>4</sub>			1,6	2,0	2,0		
Koks			0,06	0,06	0,06		
<b>Gesamtanfall/Binspritzung</b>			1,04	1,01			
<b>Flüssiger Anfall</b>							
Spez. Gewicht		0,898	0,836	0,834	0,834	0,831	
Anilinpunkt -150°					40,2	38,3	38
-150°		12,8			30,2	28,5	28
Phenol		0,14	0,83	0,003	0,055	0,042	
Stickstoff		0,0,4	0,069	0,023			
<b>Siedebeginn. ° C</b>		70	79	75	78	74	74
% -100°			4,5	6,0	4,5	5,0	6
% -150°			27,0	28,5	28	29	29
% -180°			32,0	41,5	42	42	41
% -200°		23,2					
% -250°		35,8					
% -300°		60,4					
Endpunkt		15,1	310	308	305	312	29
		310/ 38,2					
<b>Benzin -150°</b>							
Spez. Gewicht			0,749		0,752		
Aromaten			11		11		
O.Z. Motor			60,5		61		

Kontakt 172 Betriebsstunden mit Raffination v. Ballener a+s-M'U1 bei 160-230 Atm. 340-425

Tabelle

Oron 508 I 500 cca 7360 = 335 g Druck 180 ata  
 Ausgangsmaterial: Braunkohleverflüssigungsmittel Leuna

2.11. abc	3.11. abc	4.11. bc	5.11. abc	6.11. abc	7.11. abc	9.11. a	10.11. bc	12.11. abc	14.11. abc	16.11. ab
	391 1,0 3,0	391 1,0 3,0	391 1,0 3,0	391 1,0 3,0	391 1,0 3,0	425 1,0 3,0	425 1,0 3,0	425 1,0 3,0	425 1,0 3,0	425 1,0 3,0
29,1 19,1 49,7 2,0 0,06							27,5 18,2 52,0 2,4 0,06 1,01			
0,834 40,2 30,2 0,055 78 4,5 28 42	0,831 39,3 28,5 6,043 74 5,0 29 42	0,832 38,8 29 0,031 79 6,5 29 41	0,834 36,7 29,7 0,031 57 5,0 28,5 42	0,836 39,5 29,5 0,11 83 3,5 27,5 36,5	0,830 39,0 30,0 0,086 0,028 79 5,0 27 36	0,832 37,7 30,0 0,003 0,007 85 3,5 28 40	0,830 36 30,5 0,004 0,01 70 5,0 30 42	0,830 37 29,5 0,002 0,01 79 5,5 28 40,5	0,830 38,2 28,5 0,01 83 4,0 26,5 41,5	0,828 37,5 29,3
	311	288	308	318	310	310	292	300	295	297
0,752 11 61							0,753 14 61,5			

150° N im Mittel D,041

150° N im Mittel C,014



Datum	31.10.00		2.11.00		10.11.00	
<b>Benzin</b>	-150	150-200	-150	150-200	-150	150-200
spez. Gewicht/20°C	0,749	0,816	0,752	0,820	0,753	0,810
Anilinpunkt °C	41	35,5	40,5	34,5	37,5	35,7
Siedebeginn °C	70	160	64	156	67	149
% bis 100°C	33		37		35	
% bis 120°C	70		72		73,5	
% bis 150°C			96		93	
Endpunkt °C/%	151	208/99	154	209/99	159/99	209/99
<b>Zusammensetzung:</b>						
% Paraffine	38		36	51	33	48
% Naphthene	49		52	23	52	27
% Aromaten	11		11	24,5	14	24
% Ungesättigte	2		1	1,5	1	1
<b>Tests:</b>						
Kupferstreifen	Anlauf-		gut	gut	gut	gut
Dokortest	farben-		negativ	negativ	negativ	negativ
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> -Test	negativ		unter 2	unter 2	unter 2	unter 2
<b>Elementaranalyse:</b>						
% C			85,74	86,8		
% H			14,14	13,19		
% N			0,025	0,057		
% S			<0,01	<0,01		
% O			0,09	-		
% H disp.			16,47	15,9		
OZ Res.	61,5		62,5	54,5	64	-
OZ Mot.	60,5		61	45	61,5	47
OZ " +0,09 Pb	77,5		79	-	82,5	1
<b>% Rückstand &gt; 200°C:</b>						
spez. Gewicht/20°C	0,896		0,894		0,884	
Anilinpunkt °C	26,8		28		27,5	
Siedebeginn °C	215		216		203	
% bis 250°C	38,5		40		61,5	
Endpunkt °C/%	320/98,5		320/98,7		308/99	
<b>Elementaranalyse:</b>						
% C			88,13			
% H			11,54			
% N	0,065		0,033		0,008	
% S			0,013			
% O			0,29			
% H disp.			12,82			

**Eigenschaften des Benzins bis 150°C des Sammelproduktes  
vom 2.-8.11.**

Produkt	Sammelprodukt 2.-8.11.
<u>Benzin bis 150°C</u>	23,8 %
spez. Gewicht/20°C	0,752
Anilinpunkt °C	40
Siedebeginn °C	72
% bis 100°C	41,5
% bis 120°C	77
% bis 150°C	97,5
Endpunkt °C/%	156/99
<b>Zusammensetzung:</b>	
% Paraffine	33,5
% Naphthene	55
% Aromaten	10,5
% Ungesättigte	1,0
<b>Teste:</b>	
Dokortest	negativ
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> -Test	unter 2
OZ Res.	62,5
OZ Mot.	60,5
OZ Mot.+0,09 Pb	77,5

TITLE PAGE

54. Raffination von Steinkohlenmittelöl  
mit Kontakt 7360 bei 50 und 230 Atm.  
Refining of coal middle oil with  
catalysts 7360 at 50 and 230 atms.

Frame Nos. 748 - 757

Hochdruckversuche  
No/Lu 558.

24. Januar 1940/Pr.

54 Raffination von Steinkohlenmittelöl mit Kontakt 7360  
=====

bei 50 und 230 Atm.  
=====

Zusammenfassung:

Steinkohlenmittelöl von Scholven wurde mit Kontakt 7360 bei 50 atm, 0,5 kg/Ltr. Durchsatz und 518°C und bei 230 atm, 1,0 kg/Ltr. Durchsatz und 426-443°C raffiniert.

Bei 50 atm und 510°C wird dehydrierend raffiniert. Während eines viertägigen Versuches sank die Kontaktaktivität hinsichtlich der N<sub>2</sub>-Entfernung erheblich ab (von 0,032% auf 0,38%), aber auch anfänglich ist die N-Entfernung nicht ausreichend für eine direkte Benzinierung mit 6434.

Bei 230 atm tritt bei 426°C und ebenso noch bei 443°C Aufhydrierung ein, der Stickstoffgehalt des b-Mittelöles erscheint für eine direkte Benzinierung mit 6434 ausreichend.

Die Ausbeuten und wichtigsten Eigenschaften des bei den verschiedenen Bedingungen erhaltenen Produkts enthält die folgende Tabelle.

15814

Tabelle

Produkteigenschaften bei verschiedenen Bedingungen

Ausgangsmaterial	P 1271 red.			
	50	230		
H <sub>2</sub> -Druck atm	50	426	426	443
Temperatur °C	510	426	426	443
Durchsatz kg/Ltr.	0,5	1,0	1,0	1,0
abn Gas/kg Öl	0,6	3,0	3,0	3,0
% P 471	0	0	1	1
% Benzin-Konz.	29,0	39		
Gas	5,5	4		4
Koks	0,5	0,02 <sup>1)</sup>	0,02 <sup>1)</sup>	0,02 <sup>1)</sup>
<u>Flüssiger Anteil</u>				
Spez. Gewicht	0,930	0,877	0,888	0,878
Anilinpunkt -180°/ >180°	-3/-25,5	5,5/-8	12/-5	9,5/-5
Phenole	0,01	0,005	0,004	0,01
Stickstoff	0,2	0,01	0,004	0,004
Siedebereich °C	70-350	75-330	93-318	88-310/99
<u>Benzin</u>	-200°	-180°		
Spez. Gewicht	0,832	0,800		
% -100°	24,5	24		
% Aromaten	58,5	40		
O.Z. Motor-Meth.	77,5	70		
<u>Rückstand</u>	> 200°	180°		
Spez. Gewicht	0,988	0,929		
Siedebereich °C	206-353	189-320		
50 % Punkt	269°	237°		

<sup>1)</sup> Dieser Wert ergab sich nach der Koksbestimmung des nach 104 Stunden ausgebauten Kontaktes

Danach ist die Spaltung und die Vergasung in beiden Versuchsperioden etwa gleich. Die Benzinqualität ist beim 50-atm Versuch besser als beim 250-atm Versuch (O.Z.: 77,5 gegen 70).

Da die erhaltenen Mittelöle stets wasserstoffärmer als bei der Vorhydrierung mit K 5058 sind, lassen sie bei einer Benzinierung mit 6434 ein klopf<sup>er</sup>festes Benzin erwarten. Die Frage, ob die Kontaktaktivität bei einer längeren Fahrperiode erhalten bleibt, soll in einem späteren Versuch geprüft werden<sup>x</sup>).

#### Versuchsergebnisse:

In einem 1 Ltr.-Ofen mit Kontakt 7360<sup>xx</sup>) wurde Steinkohlenmittelöl aus Scholven bei 50 atm Druck, 0,5 kg/Ltr. Durchsatz und 510°C in einem viertägigen Versuch gefahren. Danach wurde, nachdem der Ofen ausgebaut und frischer Kontakt 7360 eingebaut war, ein Versuch bei 250 atm, 1,0 kg/Ltr. Durchsatz und einer Temperatur von 426° bzw. 443°C angeschlossen, dessen Dauer ebenfalls vier Tage betrug. Die Ergebnisse dieser Versuche enthalten die Tabellen und Kurven im Anhang.

Der Versuch bei 50 atm und 510°C ergab eine gute Phenolreduktion bei schlechter N<sub>2</sub>-Entfernung (vergl. Tab. 1 und Kurve im Anhang). Innerhalb der Versuchsperiode liess die Kontaktaktivität merklich nach (Zunahme des N<sub>2</sub>-Gehaltes von 0,032% auf 0,38 %) (Vergl. Tabelle 1 in der Anlage). Die wesentlichen Ergebnisse enthält folgende Tabelle.

<sup>x</sup>) Vergl. Zusammenstellung Do v. 3. Jan. 1940 Vorhydrierung von Steinkohlenmittelöl mit K 7424. Der Kontakt 7360 (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + 6% Mo) ist hier, um eine etwas bessere Aufhydrierung zu erröichen, durch K 7424 (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + 10 % Mo) ersetzt.

<sup>xx</sup>) Der Kontakt war mehrfach regeneriert.

Tabelle.

	Ausgangs- material	Anfallprodukt, Kon- takt 7360	
		50 atm	510°C
Spez. Gewicht	0,964	0,930	
Anilinpunkt °C	-16 (ent- phen.)	-20	
* Phenole	16	0,01	
* Stickstoff	0,7	0,2	
* -100°C		4	
* -150°C		20	
* -200°C	14	38	
* -250°C	50	62	
* -300°C		85	
Endpunkt	332	350	
* Vergasung/Anf- + Vergasung		5,2	
<b>Im Anfall</b>			
Gew. % Benzin		17,5	31
davon spez. Gew.		0,806	0,832
* - 70°C		4,5	2,5
* -100°C		43	24,5
Endpunkt		<u>156</u>	<u>207</u>
* Paraffine		9	13
Naphthene		38,5	27
Aromaten		51	58,5
Olefine		1,5	1,5
Oktanahlen:			
Res. Meth.		90,5	91
Mot. "		77,5	77,5
M.M.+ 0,09% Pb		84	-
<b>Mittelöl</b>			
Spez. Gewicht		0,968	0,988
Anilinpunkt		-27	-30
Siedebg./B.P. °C		149/353	206/353

Das erhaltene Benzin hat nur 1,5 % Olefine aber einen hohen Aromatengehalt von über 50 %. Das erhaltene Mittelöl lässt sich wahrscheinlich nach Waschung mit 50 %iger  $H_2SO_4$  über 6434 benzinieren und dürfte dann wegen des niedrigen Anilinpunktes ein sehr klopfestes Benzin liefern.

Bei 230 atm, 1,0 kg/Ltr. Durchsatz und einer Temperatur von  $426^{\circ}C$  mit und ohne P 471 war die Phenolreduktion mit 0,005 % bezogen auf flüssigen Anfall sehr gut; die Stickstoffentfernung (0,004 % N) erscheint für eine Benzinierung des Mittelöls über 6434 ausreichend. Ein Einfluss des P 471 konnte in der kurzen Fahrperiode nicht festgestellt werden. Eine Steigerung der Temperatur auf  $443^{\circ}C$  brachte weder in der Vergasung noch in den Produkteigenschaften eine wesentliche Änderung. Die wesentlichen Ergebnisse sind in der folgenden Tabelle enthalten, wobei zum Vergleich Kontakt 5058 angegeben ist.



Tabelle

	Ausgangs- material	Anfallprodukt Kontakt 7360 230 atm 426°C	zum Vergleich: 5058 Verhv- drierung 250 atm
Spez.Gewicht	0,964	0,877	0,816
Anilinpunkt °C	-16	-3,1	46
% Phenole	16	0,005	ca. 0,5
% Stickstoff	0,7	0,005	
% -100°C		3,5	11,5
-150°C		22,5	34
-200°C	14	43	55
-250°C	50	77	85
-300°C		91	99
Endpunkt °C	332	330	303
% Vergasung/Anfall + Vergasung		4	3,3
Im Anfall:			
Gew.% Benzin		36,5	37,3
davon spez.Gew.		0,800	0,754
% - 70°C		2	6
-100°C		24	30
Endpunkt °C		<u>180</u>	<u>165</u>
% Paraffine		15	32
Naphthene		44	60
Aromaten		40	7,5
Olefine		1	0,5
Oktanzenahlen:			
Res.Meth.		82	63
Mot. "		70	67
M.M.+ 0,09 Pb		82,5	84
Mittelöl			
Spez.Gew.		0,929	0,856
Anilinpunkt		-8	49
Siedebeg./E.P. °C		189/320	190/303

Der entscheidende Vorteil des Kontaktes 7360 gegenüber 5056 liegt demnach im niedrigeren Anilinpunkt des Mittelble, der bei Kontakt 7360 bei -8 und bei Kontakt 5058 bei 49 liegt. (Vergl. hierzu die Zusammenfassung Dr.Do vom 3. Januar 1940).

Gemeinsam mit

Dr. Fürst  
Dr. v. Müffling

gez. Nonnenmacher  
gez. Oettinger  
gez. Donath

Anlagen:

- 2 Tabellen
- 1 Kurvenblatt.

Kontakt 7150 Ofenvolumen

Abgasanalyse

Datum 1939	F 1271 red. ab 5.10.39	12.10. 12	12.12. 24	12.10. 10	12.10. 10
Betriebsstunden		12	24	10	10
Bedingungen:					
Ofenvolumen ccm		1000	1000	1000	1000
Druck atm		50	50	50	50
Temperatur °C		510 <sup>1)</sup>	510	510	510
Durchsatz kg/ltr.		0,5	0,5	0,5	0,5
abm Gas/kg Cl		0,6	0,6	0,6	0,6
% P 471		0	0	0	0
Gew. %/Gesamtanfall					
Benzin -150°C + Gasöl		92,8			
Benzin -150-200°C					
Mittelöl 200°C x)		6,8			
Gas. C <sub>1</sub> -C <sub>4</sub>		0,4	0,4	0,4	
Koks					
Gesamtanfall/Ein- spritzung		0,31			
Flüssiger Anfall					
Spez. Gewicht °	0,984	0,920	0,926	0,930	
Anilinpunkt -180°C		-11	-16	-16	
Anilinpunkt -180°C	entpar. -16	-24,0	-31	-31	
Phenole %	15	0,008	0,011	0,010	
Stickstoff		0,032	0,061		
Siedebeginn °C	158	60	50	32	
% - 70°C			1,0	1,0	
- 100°C		4,5	5,0	5,0	
- 150°C		13,0	22,0	21,0	
- 180°C		31,0	32,0	32,0	
- 200°C	14	41,0	12,0	12,0	
- 250°C	50	38,0	12,0	12,0	
- 300°C		2,0	0,0	0,0	
Endpunkt	332/4	350/4	350/4	350/4	
Spez. Gewicht					
Anilinpunkt					
Aromaten					
Oktanzahl Kot.Meth.					

Kontakt vom 11.10.-12.10. in Gas regeneriert

x) C<sub>4</sub> geschätzt  
 1) Die ersten 3 Stunden ca. 400°C

Tabelle I

Volumen 1000 bzw. 500 ccm

Steinkohlenverflüssigungsmittel Scholven

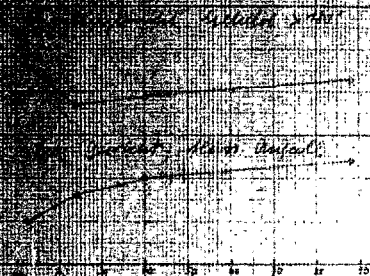
13. bc	15. abc	15. 10. 5'-8"	19. a	2. 12.1 red. 64 20. 10. 3'	20. 10. 3'	28. 10. 3'	22. 10. 3'
40	88	11	52		55	65	134
1000 50 510 0,5 0,6 0	1000 50 510 0,5 0,6 0	500 230 426 1,0 3,0 0	500 230 426 1,0 3,0 0		500 230 426 1,0 3,0 0	500 230 426 1,0 3,0 1	500 230 443 1,0 3,0 1
	16,6 12,7 65,6 4,7 0,4		37 51 4,0				4 35,6 4,2 0,017
0,4	0,4	0,017	0,017		0,017	0,017	0,017
	0,98		1,04				1,35
0,930	0,934 -4,6 -27,0 -- 0,38 78	0,006 3,7 -3,0 0,012 100	0,007 3,5 0,0 0,005 70	0,064 entphen. -15 16,0 166	0,070 3,5 -8,0 0,011 96	0,209 12,0 -5,0 0,024 0,044 30	0,878 0,5 -5,0 0,021 0,024 68
1,0 5,0 21,0 32,5 37,5 61,5 85,0 350/98,0	3,0 16,5 25,5 33,5 57,5 83,5 350/98	19,5 26,5 33,5 63,0 91,0 325/ 28,5	3,5 22,5 37 43 72 91,0 330/98	7,5 45,0 61,5 375/98	17,5 22,5 31,0 63,5 84,5 325/ 28,5	1,5 17,5 25,5 38,5 71,5 91,5 310/98	1,5 15,5 27,5 44,0 71,0 91,0 310/98
	H1-150° 0,806 -7 51 77,5		H1-180° 0,800 3,5 45,0 70,0				

Ofenbau: Neueinbau vor 500 ccm H150°

Tabelle 2.

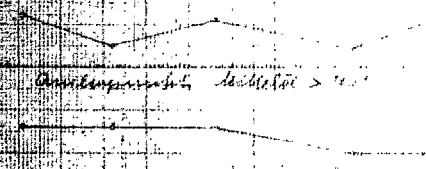
s. Anlage 1

Datum 1939	15.10. abc	19.10. c	
Druck atm	50	230	
<b>Benzin</b>	-150 <sup>00</sup>	150-200 <sup>00</sup>	-180 <sup>00</sup>
Spez. Gewicht/20 <sup>00</sup> C	0,806	0,864	0,900
Anilinpunkt <sup>00</sup> C	-7,0	-13,0	5,5
Siedebeginn <sup>00</sup> C	44	149	58
% - 70 <sup>00</sup> C	4,5		2,0
-100 <sup>00</sup> C	43,0		24,0
-120 <sup>00</sup> C	75,0		53,0
-150 <sup>00</sup> C	96,0		83,0
Endpunkt	156/97,5	207/98,8	180/98,5
Zusammensetzung			
Paraffine	9	18	15
Naphthene	38,5	12	44
Aromaten	51	68,5	40
Ungesättigte	1,5	1,5	1
<b>Teste</b>			
Kupferstreifen	gut	gut	gut
Dokortest	negativ	negativ	negativ
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> -Test	<2	4-5	<2
<b>Elementaranalysen</b>			
C	88,68	88,88	87,53
H	11,41	11,13	12,44
N	0,06	0,38	0,02
S	<0,01	0,01	<0,01
O	--	--	--
H disp.	12,86	12,44	14,2
<b>Oktanzen</b>			
Res. Meth.	90,5	92,0	82
Mot. "	77,5	78	70
Mot. " + 0,09 Pb	84	--	82,5
<b>Rückstand</b>	> 200 <sup>00</sup>		> 180 <sup>00</sup>
Spez. Gewicht/20 <sup>00</sup> C	0,988		0,929
Anilinpunkt <sup>00</sup> C	-30,0		-8,0
Siedebeginn <sup>00</sup> C	206		189
% - 250 <sup>00</sup> C	32,0		62,0
-300 <sup>00</sup> C	77,0		92,0
Endpunkt	353 <sup>00</sup> /98,5		320/99
<b>Elementaranalysen</b>			
C	90,88		89,70
H	8,33		10,29
N	0,39		0,0067
S	0,027		0,028
O	0,37		--
H disp.	9,4		11,45

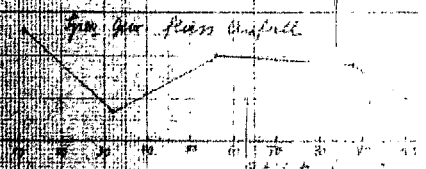


→ *Reaktionskurve*  
 17.160 5700 cmu, 2300 cmu, 2000 cmu, 3100 cmu, 2000 cmu

→ *Reaktion: 2H<sub>2</sub>O → 2H<sub>2</sub> + O<sub>2</sub>*



*Amplitudenverlauf*  $\lambda = 1000$



*Spektrum* *Reaktion* *Amplitude*

→ *Reaktionskurve*  
 17.160 5700 cmu, 2300 cmu, 2000 cmu, 3100 cmu, 2000 cmu  
 11.1971

TITLE PAGE

55. Raffination von Steinkohlenverflüssigungs-Mittelöl bei 50 Atm über Katalysator 3510.  
Refining of liquefaction middle oil at 50 atms. over the catalysts 3510.

Frame Nos. 758 -759

Abdruck - Def:

Neuversuchs  
Lu 558

*berthe* →

Frl. Dr. Höring

*J. Lohmann*  
*W. Müller*  
*W. Müller*

15. Januar 1940/Pr. 758

55) Raffination von Steinkohlenverflüssigungs-Mittelöl

bei 50 Atm über Katalysator 3510.

Steinkohlenverflüssigungs-Mittelöl (Scholven) wurde bei 50 Atm Wasserstoffdruck im 1,5 ltr-Ofen über Katalysator 3510 raffiniert.

Bei 418°C und einem Durchsatz von 0,33 bei 2 m<sup>3</sup> Gas/kg Einspritzung wurde vollständige Phenolreduktion erreicht. Während 21 Betriebstagen wurde kein Kontaktabklingen beobachtet. (Vergl. Tabelle). Unter den angewandten Versuchsbedingungen findet keine Aufhydrierung statt. Die Stickstoffreduktion ist schlecht (0,12 % in b-Mittelöl). Die Vergasung lag unter 1 % bezogen auf Einspritzung. Das anfallende Benzin -180° (-25 % vom Abstreifer) hat nur wenige % -100° und die sehr gute Oktanzahl nach Research-Methode 80, nach Motor-Methode 72, bei 35 % Aromaten.

Steinkohlenverflüssigungs-Mittelöl lässt sich demnach bei 50 Atm über Katalysator 3510 ohne Katalysatorabklingen und ohne Aufhydrierung mit Durchsatz 0,33 entphenolieren.

Gemeinsam mit  
Dr. Fürst  
" Konnenmacher

gez. Göttinger  
gez. Donath

Anlage

1. Tabelle.

*157421*





TITLE PAGE

56. Ni-freie Kontakte für Vorhydrierung.  
Ni-free catalysts for prehydro-  
genation.

Frame Nos. 760 - 763

760 8. Januar 1940/E

56 Ni-freie Kontakte für Vorhydrierung.  
(ältere Versuche).

Fr. Dr. N. N. N.  
1. N. N.

Zusammenfassung.

Unter dem Gesichtspunkt der Ni-Einsparung werden ältere Ni-freie Co-, Mo- und Ti-haltige Vorhydrierungskontakte zusammengestellt und in ihrer Wirksamkeit/dem normalen 6719 verglichen.

Bemerkenswert gut in Phenolreduktion und Aufhydrierung des Mittelöles sind 2 Kontakte der Zusammensetzung  $75 \text{ FeS} + 24 \text{ WS}_2 + 1 \text{ CoS} + 80 \text{ FeS} + 20 \text{ MoS}_2$ . Die beiden Kontakte könnten als Ersatz für den 6719 in Frage kommen; bei gleicher Fahrweise ergeben sie ähnlich wie 6719 ein langsames Absinken im Anilinpunkt des B-Mittelöles.

Kontakte mit nur 1 % NiS waren etwas schlechter als der normale 6719.

Unter dem Gesichtspunkt der Einsparung von Ni wurden in der anliegenden Tabelle ältere Vorhydrierungskontakte von ähnlicher Zusammensetzung wie 6719 zusammengestellt, in welchen das Ni durch andere Elemente (Co, Mo, Ti) ersetzt ist. Diese Kontakte wurden mit phenolhaltigen Steinkohlemittelölen geprüft, und zwar soweit die Versuche vor Oktober 1937 gefahren wurden, in 100-ccm-Öfen mit Durchsatz 0,5, nach diesem Datum in 250-ccm-Öfen mit Durchsatz 1; sonstige Fahrweise: Temperatur  $425-460^\circ\text{C}$ , Gas $\times 3$ , 0,5-1%  $\text{CS}_2$ -Zusatz. Neben Angaben über das Einspritzprodukt sind in der Tabelle typische Analysendaten zu Beginn der Versuchs sowie nach einer möglichst langen Betriebsdauer des betreffenden Ofens angeführt. Zum Vergleich ist ein normal gefahrener 6719-Versuch

15731

vorangestellt, einige Versuche mit Kontakten von etwas geringeren Ni-Gehalt als im 6719 sind mit angeführt. In der Tabelle sind ferner die aus den Schüttgewichten errechneten Metallgehalte in kg pro Raummeter angegeben.

Sämtliche untersuchten Kontakte zeigten Abklingen, das sich im Zurückgehen des Anilinpunktes des B-Mittelöles sowie in einer unvollständigeren Phenolreduktion äusserte, das aber bei den besten dieser Kontakte nicht schneller war als bei 6719.

#### Co-haltige Kontakte.

Ein FeS-CoS-Kontakt ohne Wolfram war schlecht, wogegen unter einigen Kontakten von etwa gleichem WS<sub>2</sub>-Zusatz wie im 6719 der Kontakt mit nur 1 % Co (13 kg Co pro m<sup>3</sup>) in jeder Beziehung gut war und dem 6719 gleichwertig zu sein scheint.

#### Mo-haltige Kontakte.

Unter verschiedenen Herstellungsweisen von FeS-MoS<sub>2</sub>-Kontakten erwies sich Auftränken des Mo als Ammonmolybdat und nachträgliches Schwefeln mit H<sub>2</sub>S am vorteilhaftesten. 2 Kontakte mit 20 bzw. 50 % MoS<sub>2</sub> entsprechend 223 bzw. 565 kg Mo/m<sup>3</sup> waren in der Aufhydrierung des Mittelöles bemerkenswert gut, während die Phenolreduktion nicht ganz so gut war wie bei dem erwähnten Co-Kontakt. Diese Versuchs wurden nur mit Durchsatz 0,5 gefahren.

#### Ti-haltige Kontakte.

Versuche mit FeS-TiO<sub>2</sub>-WS<sub>2</sub>-Kontakten waren unbefriedigend.

#### Ni-haltige Kontakte.

Ein Ni-haltiger Kontakt, der sich vom 6719 nur durch etwas geringeren Ni-Gehalt (1% entsprechend 11-13 kg Ni pro m<sup>3</sup> Kontakt) unterschied, war in der Phenolreduktion etwas weniger gut als

normaler 6719, aber noch brauchbar. Nachträgliches Auftragen  
von NiS (über Oxalat) auf einen fertigen FeS- $\text{SO}_2$ -Porzellan lie-  
ferte schlechte Ergebnisse

Gemeinsam mit:  
Dr. v. Fünck  
Dr. Peters

gen. Reitz:

Anlage: 1 Tabelle.

Kontakt Nr.	Zusammensetzung	kg Metall, geb. Kontakte	Gründatum	Gründ-Nr.	Gründ-Nr.
6719	75FeS+22WS <sub>2</sub> +3NiS	3531/3031	19/14.4.37	2511	21271 v. 19.4.37
	<u>Co-haltige Kontakte:</u>				
6610	70FeS+30CoS	3100	14/24.4.37	1393	Steinkohle 01 aus 19.4.37
6608	80FeS+10CoS+10WS <sub>2</sub>	10100/11600	2/29.4.37	1404	
6713	75FeS+30CoS+22WS <sub>2</sub>	3800/3190	17/18.12.37	1550	21271 v. 18.12.37
6704	75FeS+10CoS+24WS <sub>2</sub>	1300/3525	19/30.11.37	1633	21271 v. 30.11.37
	<u>Mo-haltige Kontakte:</u>				
6666	85FeS+15MoS <sub>2</sub> (gemischt)	166Mo	1/10.4.37	1380	Steinkohle 01 aus 10.4.37
6598	80FeS+20MoS <sub>2</sub> (gemischt)	177Mo	1/13.4.37	1300	
6635	80FeS+20MoS <sub>2</sub> (getränkt)	189Mo	8/18.6.37	1455	21271 v. 18.6.37
6661	80FeS+20MoS <sub>2</sub> (über MoO <sub>3</sub> )	223Mo	17/8.9.37	1536	
6571	50FeS+50MoS <sub>2</sub> (üb. MoO <sub>3</sub> )	555Mo	17/26.9.37	1558	21271 v. 26.9.37
	<u>Ti-haltige Kontakte:</u>				
6621	82FeS+8TiO <sub>2</sub> +10WS <sub>2</sub>	78Ti/121W	2/12.5.37	1412	Steinkohle 01 aus 12.5.37
6625	60FeS+30TiO <sub>2</sub> +10WS <sub>2</sub>	228Ti/34W	10/29.5.37	1431	21271 v. 29.5.37
	<u>Ni-haltige Kontakte:</u>				
6603	75FeS+24WS <sub>2</sub> +1NiS (Ni zum fertigen FeW-Kontakt)	115Ni/320W	20/12.11.37	1612	21271 v. 12.11.37
6689	75FeS+24WS <sub>2</sub> +1NiS	1341/365W	21.10.11.37	1613	21271 v. 21.10.11.37 besw. 21.10.11.37
6609	"	"	19/5.11.37	1634	21271 v. 5.11.37

	Binsprüßpr. dekt	% The- nole	A.P. °C	Betr. Stk.	% The- nole	A.P. °C	Betr. Stk.	% The- nole	A.P. °C	Betr. Stk.
10	P1271 v. 1.2.37	12,9	-20,5	94	0,006	+31	347	0,311	+30,5	1
9	Steinkohlemittel- Ka 803	19,6	-23,7	74	1,5	-	38	-	-11	0,5
	"	19,8	-26,7	75	3,6	-	1	-	-	0,5
	9.12.37	(15-20)	ca -20	28	0,34	+12	-	-	-	1
	v. 26.11.37	(15-20)	ca -20	106	0,045	-35	486	0,07	+21,5	1
0	Steinkohlemittel- 81 aus Ka 803	20,8	-27,5	21	0,2	+14	43	0,2	+15	0,5
0	"	20,8	-27,5	50	0,9	-1	74	0,6	-2	0,1
9	P1271 v. 13.4.37	19,5	-21,5	40	0,4	+35	141	0,4	+24,5	0,5
9	"	19,5	-21,5	26	0,07	+54	430	0,15	+23	0,5
8	P1271 v. 23.3.37	17,5	-16	37	0,03	+37	145	0,16	+22,5	0,7
2	Steinkohlemittel- 81 aus Ka 803	19,8	-23,7	24	0,4	+34,5	144	0,2	+2,5	0,5
1	P1271 v. 13.4.37	19,5	-21,5	26	0,15	+27	98	0,4	-1	0,5
2	P1271 v. 19.10.37	ca 15	ca -20	92	0,07	+18	-	-	-	1
4	P1271 v. 28.10. 26.11.37	ca 15	ca -20	22	0,09	+40	559	0,16	+25	1
	v. 18.10.37	ca 15	ca -20	70	0,02	+59	242	0,05	+20	1

TITLE PAGE

57. Vorhydrierung von Steinkohlemittelöl  
mit K 7424 ( $\text{Al}_2\text{O}_3 + 10\% \text{ Mo}$ ).  
Prehydrogenation of bituminous  
coal middle oil over K7424.  
( $\text{Al}_2\text{O}_3 + 10\% \text{ Mo}$ ).

Frame Nos. 764 - 775



57

Vorhydrierung von Steinkohlenmittelöl mit K 7424 ( $Al_2O_3 + 10\% Mo$ )

Zusammenfassung:

In einem 1-Ltr.-Ofen wurde bei 250 Atm. Druck Steinkohlenmittelöl aus Scholven mit Durchsatz 1,0 kg/Ltr./Std. ohne und mit Sumpffasebenzin vorhydriert.

Bei 425°C zeigte ein Versuch während 16 Tagen kein Abklingen. Hierbei war 1% P 471 zugesetzt. Weitere Versuche wurden ohne P 471 und mit höheren Temperaturen bis 500°C durchgeführt. Einen Überblick über die hierbei erhaltenen Ergebnisse zeigt Abb. 3.

Die erhaltenen Produkte waren stets gut raffiniert. Die Phenolreduktion ist besser als bei K 5058 und 5711, das erhaltene Mittelöl aber wasserstoffärmer, lässt also bei der Benziniierung mit 6434 ein klopfesteres Benzin erwarten.

Die 7424-Mittelöle wurden in einem Ofen mit 0,5 ltr. K 6434 benziniert (hierüber wird besonders berichtet). Die Mittelöle liessen sich über 6434 gut verarbeiten; das bei 425°C erhaltene gab gegenüber den bei höheren Temperaturen vorhydrierten etwas schlechtere Leistung. Nach einer praktisch verlustfreien Wäsche mit 50%iger  $H_2SO_4$  gab es aber die gleiche Leistung wie die anderen bzw. wie z.B. mit 5711 vorhydrierte Mittelöle.

Vorteile des K 7424 sind also, dass er wasserlöslich und Produkte bei gutem Raffinationsgrad liefert. Der Kontakt mit sehr verdünnter  $H_2SO_4$  er enthält auf die Ramsseinheit bezogen nur ein 10% der aktiven Masse von 3510.

765

Versuchsergebnisse.

Scholvener Steinkohleverflüchtigungsmittel 151 wurde in einem Ofen mit 1 Ltr. K 7424 ( $Al_2O_3 + 10\% MoO_3$ ) bei 250 Atm. Druck im Durchsatz 1,0 kg/Ltr./Std. vorhydriert. Zeitweise wurde auch das zugehörige Sumpphasebenzin zugesetzt.

Bei  $425^{\circ}C$  liegt ein Versuchsstadium vor, der nach 5 Betriebstagen am Anfang - hier ließ die Hydrierung etwas nach - die Phenolreduktion besserte sich - während 10 Betriebstagen (von Stunde 120-500) ohne Abklingen lief. Dies zeigt die Tabelle 1 in der Anlage. Während dieser Zeit wurde  $1\% CS_2$  zugesetzt.

Danach wurde ohne  $CS_2$ -Zusatz gefahren. Hierbei war die Hydrierung schwächer; die Raffination (Phenole, K) ebenso gut.

Die wichtigsten Eigenschaften der hierbei erhaltenen Produkte und Versuchsdaten enthält die folgende Tabelle, in der Zahlen für K 5058 und K 6711 mit K 7424 verglichen sind.

Kontakt	7424			Zum Vergleich				
	1	1	0	K 5711a <sup>2)</sup>		K 5058 <sup>3)</sup>		
Zusatz % P471	1	1	0	1	1	1	1	1
Temperatur °C	425	425	425	430	430	425	390	390
Durchsatz	1,0	1,1	1,0	0,8	1,0	0,92	0,92	1,14
Sumpphase- Bi in Ein- spritzung	nein	ja	nein	nein	ja	nein	nein	ja
% Vergasung/ Einspritzung	1,5	-	1,4	0,6	0,6	2,7	0,3	0,7
<b>Im Anfall:</b>								
Gew.% Benzin	13,3	18,2	12,7	23,7	31,0	37	20	38
<b>Benzin:</b>								
spez. Gew.	0,775	0,763	0,780	0,804	0,782	0,754	0,783	0,776
A.P. °C	29	33	26	11	25	41	26	0
% bis 100°C	50,5	60	33	17,5	40	30	17	25,3
Endpunkt °C	125	120	142	164	143	159	160	180
H disp.	-	16,0	-	14,45	15,5	16,5	15,5	15,8
% Aromaten	16	11,5	19,5	30	22,0	7,5	18	17
OZ Res.	72,1	71,5	75,2	77,5	73,5	69	70	65,5
OZ Mot.	70	70	69	70	68	67	66	65
OZ "+0,09 Pb	81,5	85	82,5	83	83	0,1 Pb	0,1 Pb	0,1 Pb
						84	83,5	83,5
<b>b-Mittelöl:</b>								
spez. Gew.	0,904	0,900	0,912	0,898	0,895	0,856	0,883	0,895
Anilinp. °C	6	6,5	1	21	23	49	34	31
50%-P. °C	235	235	235	245	245	187	191	205
Endpunkt °C	304	305	308	318	314	305	308	313
H disp.	12,8	-	-	13,5	13,5	15,1	14,1	-
% Phenole	0,015	0,004	0,011	0,09	0,04	0,03	0,35	-
% N	0,011	0,01	0,011	-	-	-	-	-

K 7424 liefert Vorhydrierungsbenzine, die genügend raffiniert sind. Ein Vergleich dieser Benzine mit den mit K 5711 und 5058 erhaltenen ist wegen des niedrigeren Endpunktes der Benzine und dem tieferen Siedebeginn des Steinkohlemittelöls (für 7424 bei 125°C, für 5711 bei 200°C) nicht ganz eindeutig. Die Benzine gleichen

- 1) OZ von etwas höher abgeschnittenem Benzin.  
 2) 75% FeS, 22% WS, 3% NiS; vgl. Zus. stellg. 127001 v. 24.3.1938; entspricht Kat. 6719.  
 3) Vgl. Vierteljahresbericht v. 15.5.1936, Versuche Januar-März 1936, 6-Ltr-Ofen.

etwa den mit K 6711 erhaltenen. Bei gleichzeitiger Refination des Sumpfbenzins ist das 7424-Benzin sogar klopffester.

Hiergegen sind bei den Mittelölen die Unterschiede deutlich. K 7424 liefert, wie Anilinpunkt und H disp. zeigen, wesentlich wasserstoffärmere Mittelöle bei besserer Phenolreduktion als K 6711 und 5058. Der Stickstoffgehalt der bei 425°C mit K 7424 erhaltenen Mittelöle liegt bei etwa 0,01, die Mittelöle ließen sich ohne weiteres über 6434 benziniieren. Eine deutliche Verbesserung der Leistung trat jedoch ein, wenn das Mittelöl mit Schwefelsäure von nur 50 % Konz. praktisch ohne Verlust gewaschen wurde<sup>1)</sup>, oder wenn (vgl. w.u.) die 7424-Vorhydrierung bei höherer Temperatur (442°C) durchgeführt wurde. Über die 6434-Benzinierung der Mittelöle in einem 0,5-Ltr.-Ofen wird besonders berichtet.

Das 7424-Mittelöl wurde auch auf seine Eignung als Dieselöl untersucht. Es dürfte für sich allein hierzu erwartungsgemäß wenig geeignet sein, da seine Cetanzahl nur bei 26 liegt. Der tiefe Stockpunkt (unter -40°C), die höhere Reinheit (unter 0,04% O, N/u.S) und das hohe spez. Gewicht (0,90) lassen es aber vielleicht für Spezialzwecke als Zusatz geeignet erscheinen.

Nachdem der Versuch bei 425°C kein Abklingen von K 7424 ergeben hatte, wurde der Einfluss höherer Temperaturen (ohne P 471-Zusatz) untersucht. Die Versuchsergebnisse enthält Anlage 4 und Abb. 2. Bis zur Temperatur von 500°C war die Refination des b-Mittelöls für die Verarbeitung über 6434 ausreichend.

1) Auf diese Weise wurden 50 Ltr. Mittelöl gewaschen und dann mit K 6434 benziniert. Weitere Kleinversuche zur Refination mit H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> enthält Anlage 2.

- 5 -

Einen Überblick über die Temperaturabhängigkeit der Reaktion gibt Abb. 3. Mit zunehmender Temperatur nimmt die Spaltzahl (Benzol-Konzentration und Vergasung) zu. Der Aromatengehalt und die Viskosität des Benzins steigt, während das Mittelöl bei etwa 460°C den höchsten Anilinpunkt hat und unter sowie oberhalb dieser Temperatur wasserstoffärmer ist.

gez. Donath  
Oettinger  
Nonnenmacher

Gemeinsam mit:  
Dr. Fürst  
Dr. Dehn  
Dr. Nonnenmacher

Anlage: 4 Tabellen  
3 Kurven

Tabells 1.

Ofen 215: Vorhydrierung über Kontakt 7424

(Betriebsstunden 0-550)

Betriebsstunden	E.P.	17:11	19:11	E.P.	21:11	24:11	E.P.	26:11	2:12	3:10
1939	P 1271 v. 0.10.	74	142	P 1271 v. 0.10.	190	262	P 1271 v. 0.10.	310	454	350
1939	P 1271 v. 0.10.	250	250	P 1271 v. 0.10.	250	250	P 1271 v. 0.10.	250	250	250
1939	P 1271 v. 0.10.	425	425	P 1271 v. 0.10.	425	425	P 1271 v. 0.10.	425	425	425
1939	P 1271 v. 0.10.	1	1	P 1271 v. 0.10.	1	1	P 1271 v. 0.10.	1	1	1
1939	P 1271 v. 0.10.	2	3	P 1271 v. 0.10.	3	3	P 1271 v. 0.10.	3	3	3
1939	P 1271 v. 0.10.	1	1	P 1271 v. 0.10.	1	1	P 1271 v. 0.10.	1	1	1
1939	P 1271 v. 0.10.	0.52	0.13	P 1271 v. 0.10.	0.12	0.14	P 1271 v. 0.10.	0.17	0.22	0.22
1939	P 1271 v. 0.10.	25	14	P 1271 v. 0.10.	12.7	15	P 1271 v. 0.10.	13	13	13
1939	P 1271 v. 0.10.	-	1.7	P 1271 v. 0.10.	-	-	P 1271 v. 0.10.	1.0	1.1	1.1
1939	P 1271 v. 0.10.	25.9	25.9	P 1271 v. 0.10.	25	25.5	P 1271 v. 0.10.	25	25.2	25.2
1939	P 1271 v. 0.10.	12.2	3.5	P 1271 v. 0.10.	2.5	5.9	P 1271 v. 0.10.	5.5	5.7	5.7
1939	P 1271 v. 0.10.	0.12	12.50	P 1271 v. 0.10.	0.008	0.005	P 1271 v. 0.10.	0.004	0.002	0.002
1939	P 1271 v. 0.10.	0.009	0.01	P 1271 v. 0.10.	0.01	-	P 1271 v. 0.10.	0.01	0.01	0.01
1939	P 1271 v. 0.10.	0.500	0.302	P 1271 v. 0.10.	0.222	0.273	P 1271 v. 0.10.	0.240	0.241	0.241
1939	P 1271 v. 0.10.	55	55	P 1271 v. 0.10.	24	27	P 1271 v. 0.10.	25	25	25
1939	P 1271 v. 0.10.	21	21	P 1271 v. 0.10.	25	27.5	P 1271 v. 0.10.	25	25	25
1939	P 1271 v. 0.10.	12.5	71.2	P 1271 v. 0.10.	20	20	P 1271 v. 0.10.	20.5	21	21
1939	P 1271 v. 0.10.	125/50	225/50	P 1271 v. 0.10.	125/50	125/50	P 1271 v. 0.10.	125/50	125/50	125/50
1939	P 1271 v. 0.10.	0	12.2	P 1271 v. 0.10.	12.2	12.2	P 1271 v. 0.10.	12.2	12.2	12.2

24,5	189/98,2	248/98	141/99	157/99	153/97	120/98,5	127/98	142/95
21	71,5	72,5	76,0	75	15	15	19,5	
18,5	ca. 1,0	ca. 1,0	ca. 1,0	ca. 1,0	11,5	11,5	19,5	
23	72,5	72,5	76,0	75	15	15	19,5	
18,5	ca. 1,0	ca. 1,0	ca. 1,0	ca. 1,0	11,5	11,5	19,5	
72	70	70	71,5	70	71,5	70	71,5	
81,5	81,5	81,5	81,5	81,5	81,5	81,5	81,5	
0,903	0,906	0,906	0,898	0,896	0,904	0,900	0,912	
200	182	182	176	161	171	158	171	
59	64	64	47,5	6	12,5	13	12,5	
320/96,5	308/98	308/98	305/98,5	304/99,5	312/99	305/99	304/99	
0,954	0,906	0,906	0,898	0,896	0,904	0,900	0,912	
165	182	182	176	161	171	158	171	
3,5	64	64	47,5	6	12,5	13	12,5	
325/99	308/98	308/98	305/98,5	304/99,5	312/99	305/99	304/99	
Spez Gewicht %	Spez Gewicht %	Spez Gewicht %	Spez Gewicht %	Spez Gewicht %	Spez Gewicht %	Spez Gewicht %	Spez Gewicht %	
18000	18000	18000	18000	18000	18000	18000	18000	
25000	25000	25000	25000	25000	25000	25000	25000	
Ergebnis %	Ergebnis %	Ergebnis %	Ergebnis %	Ergebnis %	Ergebnis %	Ergebnis %	Ergebnis %	

1) Mischbrunnwasser: 10,19 % O, 13,79 % H, 0,00 % O, < 0,01 % N, < 0,02 % S, < 0,02 % Cl, 84,00 % H<sub>2</sub>O  
 2) Mischbrunnwasser: 10,52 % O, 11,54 % H, 0,00 % O, < 0,02 % N, < 0,02 % S, < 0,02 % Cl, 87,92 % H<sub>2</sub>O

Versuche zur Refination von 7:20-b-Mittelöl mit  $H_2SO_4$

b-Mittelöl vom 21.11.1959,  $425^\circ C$ , N° P 471

Gesamtprodukt spez. Gew.  $0,907/15^\circ C$

Stickstoff  $0,013 \%$

500 ccm raffiniert	1x10% $H_2SO_4$	1x10% $H_2SO_4$	1x1% $H_2SO_4$
erhalten	10% 100%	20% 100%	96% 99,0%
Raffinationsverlust	-	-	1,0%
ausgewaschen mit NaOH/ $H_2O$	500 ccm	500 ccm	495 ccm
erhalten	99,0%	99,0%	99,0%
Washverlust	1,0%	1,0%	1,0%
spez. Gew./ $15^\circ C$	0,907	0,907	0,905
Stickstoff %	0,012	0,009	0,007



771 Tabelle 3

Dieselöl-Untersuchung des L-Mittelöls

(425°C, 1,0 Durchsatz, 440 Betriebsstunden,  
ohne Saumpfphasebenzin)

Spez. Gewicht/20°C	0,900
Anilinpunkt °C	+72
% Phenole	0,07
Stockpunkt °C	unter -40
Viskosität °E/20°C	1,08
Cetanzahl	26
% C	88,62
% H	11,34
% O	0,03
% S	unter 0,01
H disp.	12,79
ASTM-Siedekurve:	
Beginn °C	158
% bis 170°C	2,0
% bis 180°C	5,0
% bis 200°C	21,0
% bis 225°C	45,0
% bis 250°C	66,5
% bis 275°C	85,5
% bis 300°C	97,0
Endpunkt °C/%	308/98,5
% Rückstand	1,5

Table 1

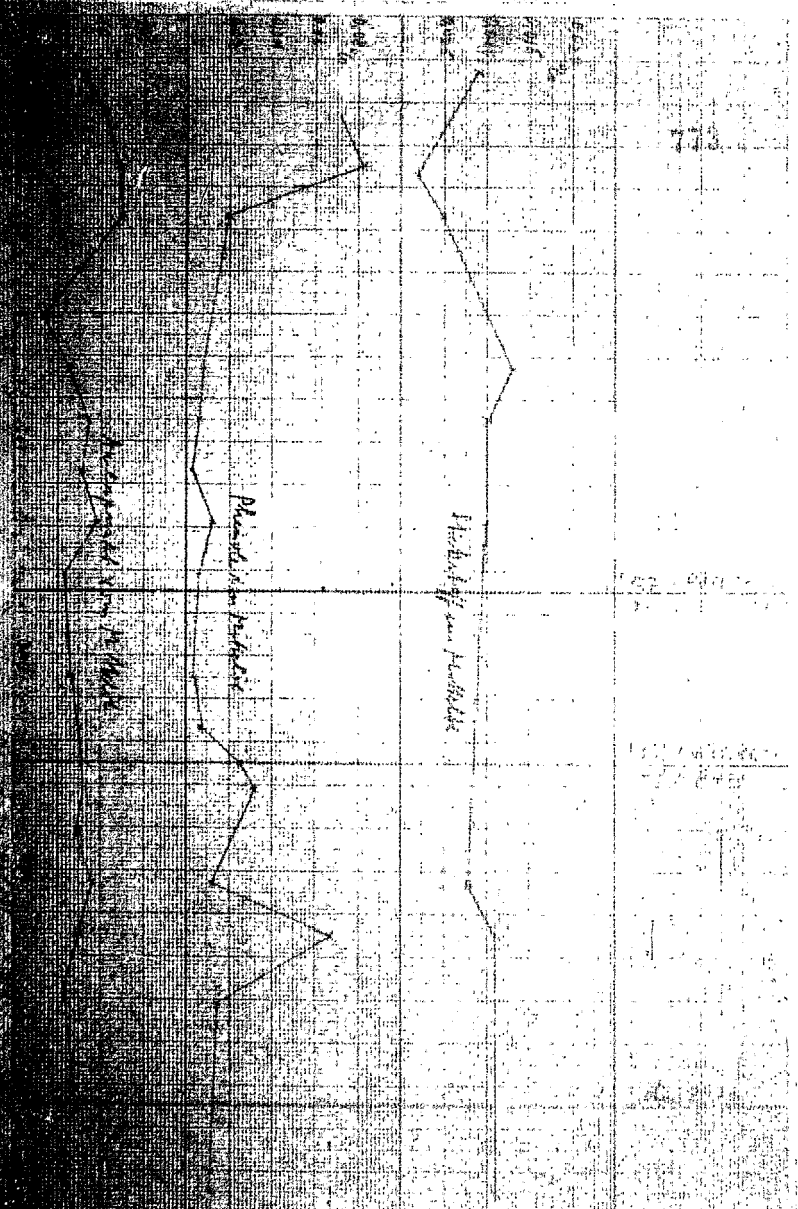
Open 315: Vorhydrierung über Kontakt 7424.  
Betriebsbestunden 375-887.

Datum 1939	E.P.	S.12.0	E.P.	10.12. b, c 646	13.12. a, b, c 718	14.12. c 742	17.12. a, b, c 814	20.12. b, c 887
Betriebsstunden	P 1271 + P 1305 (9218)	F 1271		P 1271 + P 1305	P 1271 + P 1305	P 1271	P 1271	P 1271 + P 1305
Druck atm.		250		250	250	250	250	250
Temperatur °C		442		442	475	475	500	500
Durchsatz kg/ltr/Std.		1,0		1,0	1,0	1,0	1,0	1,1
cbm Gas/kg. Ml		3		3,0	3,0	3,0	3,0	2,73
% P 471		0		0	0	0	0	0
Bl-Leistung		0,15		0,19	0,29	0,20	0,30	0,48
Bl-Konzentration %		16,9		21,0	33,8	22,0	35,0	53,5
% Vorgas/Anfall-Vorgang.		1,8		1,7	4,8	4,3	(ca. 9)	11,2(x)
Wärmeinhalt Bl °C		23,3		29,2	32,2	20,0	17,0	19,2
Bl °C		5,7		7,0	12,7	9,0	6,5	1,0
% Phosphor im Bl		0,004		0,002	0,01	0,008	0,003	0,002
% N im Bl		0,007		0,0074	0,009	0,006	0,007	0,013
Wassergehalt								
Wassergehalt Bl °C		0,776	S-Berein	0,764	0,771	0,774	0,774	0,780
Wassergehalt Bl °C		83		80	83,7	58	47	52
Wassergehalt Bl °C		36,5		47	34,5	42,5	52,5	26
Wassergehalt Bl °C		90,0		90	76,5	85,0	91,0	56
Wassergehalt Bl °C		136/99		129/98,8	145/98,5	140/98,5	131/97,8	122/95,0
Wassergehalt Bl °C		(25,0)		14,8	16,0	14,9	13,5	19,0(x)
Wassergehalt Bl °C		(23,0)		69,5	90,0	62,1	57,0	53,0
Wassergehalt Bl °C		(21,0)		15,0	23,0	23,5	27,0	26,5

Vorgang	129/88,8		157/96,3		140/86,5		Anlaufarbe negativ > 10
	gut negativ < 2	noch gut negativ bikation	gut negativ grün	negativ < 2	gut negativ bikation	gut negativ < 2	
% Paraffine % Naphthene % Aromaten % Ungekennzeichnete	14,8 69,5 15,0 0,7	14,9 62,1 23,5	15,0 60,0 25,0	14,8 69,5 15,0 0,7	14,9 62,1 23,5	14,9 62,1 23,5	14,9 62,1 23,5
Teste: Ca-Streifen Doktor-test H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> -Test Oktanzahlen: - - - Meth. " " "	negativ < 2 75 69,0 84,5	negativ < 2 75 69,0 84,5	negativ < 2 75 69,0 84,5	negativ < 2 75 69,0 84,5	negativ < 2 75 69,0 84,5	negativ < 2 75 69,0 84,5	negativ < 2 75 69,0 84,5
Mittelöl: Exs.-Gewicht °C Siedebeginn °C % bis 180°C % bis 200°C % bis 250°C Endpunkt °C/%	0,958 125 12,5 24,5 62,0 312/99	0,958 125 12,5 24,5 62,0 312/99	0,958 125 12,5 24,5 62,0 312/99	0,896 172 3,0 20,0 71,5 302/98,0	0,896 172 3,0 20,0 71,5 302/98,0	0,896 172 3,0 20,0 71,5 302/98,0	0,898 <sup>2)</sup> 180 30,5 87,5 301/95,0 <sup>xx)</sup>

κ) einsechl. des im Produkt gelösten Gases (ohne gel. Gas 10,0%)  
 1) Elementaranalyse: % C , % H , % O , % N , % S  
 2) Wasserzähluntersuchung.

Cetanzahl: 23,6



Geometric drawing of a handle profile, showing the main profile and the plan profile.

7

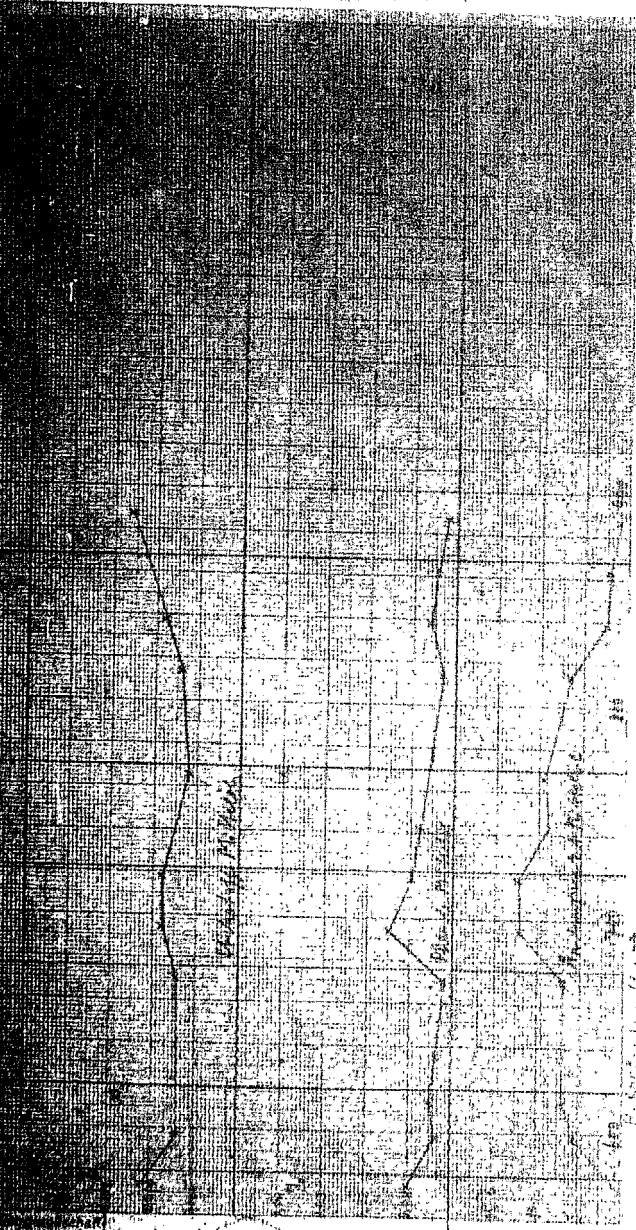


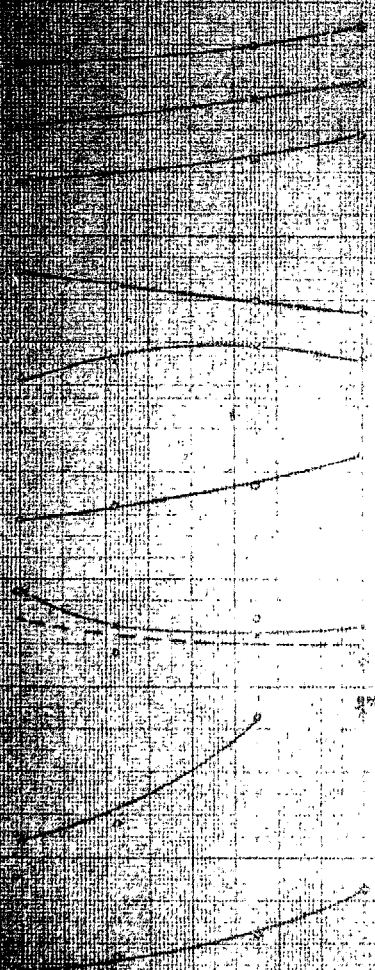
FIG. 1

10

11

12

13



440    460    480    500  
 → T. 0.

TITLE PAGE

58. Vorhydrierung von Braun- und Steinkohlemittelen mit Eisen-Wolfram-Katalysator bzw. 5058 und Benzinierung der erhaltenen B-Mittelöle über 6434.

Prehydrogenation of middle oils with iron-tungsten catalysts and benzinization of the resulting B-middle oils over 6434.

Frame Nos. 776 - 779

Abschrift. /Pf.

16. September 1938 Gr/Fo

Abdruckversuche

Lu 558

776

*f. J. J. J.*

**58** Vorhydrierung von Braun- und Steinkohlemittelölen mit Eisen-Wolfram-Katalysator bezw. 5058 und Benziniierung der erhaltenen B-Mittelöle über 6434.  
(Versuche in kleinen Gasphasenöfen).

In anhängender Tabelle sind Versuche mit Braun- und Steinkohlemittelölen zusammengestellt, wobei 5058 mit Eisen-Wolfram-Katalysator bei der Vorhydrierungsstufe verglichen ist und die daraus erhaltenen B-Mittelöle über 6434 weiterbenziniert wurden. Mit dem Eisen-Wolfram-Katalysator erhält man bei 1 - 2 MV höherer Temperatur und gleichen Durchsätzen wie bei 5058 Mittelöle, welche in Phenol- und Stickstoffgehalt ebenso günstig liegen, aber nicht so weit aufhydriert sind wie die 5058-B-Mittelöle.

Über K 6434 lassen sich die mit Eisen-Wolfram-Katalysator erhaltenen Mittelöle bei etwa 1 MV höherer Temperatur praktisch mit derselben Leistung und Vergasung wie die 5058-B-Mittelöle benziniieren. Man erhält jedoch aus den über Eisen-Katalysator vorhydrierten Mittelölen Benzine, welche um etwa 4 - 5 Einheiten in der Oktanzahl besser liegen, als diejenigen aus 5058-B-Mittelölen.

Die Festigkeit der ausgebauten Eisen-Wolfram-Katalysatoren ist gut (siehe Anlage).

Aus beiliegender Kurve geht hervor, daß Steinkohlemittelöl ohne Abklingen über Katalysator 6719 entphenolisiert und vorhydriert werden kann.

gez. Graßl

" Simon.

1 Tabelle.  
1 Kurvenblatt.

15 451

Festigkeitswerte von gebrauchtem und ungebrauchtem Katalysator 6719 (FeS WS<sub>2</sub> NiS) im Vergleich zu 5058 und 6434.

K 6719 (FeS WS<sub>2</sub> NiS) techn. Herstellung T - Pillen  
(aus Ofen 18 vom 8.2.-23.3.38; 46 Betriebstage)



Festigkeitwerte von gebrauchtem und ungebrauchtem Katalysator 6719 (FeS WS<sub>2</sub> NiS) im Vergleich zu 5058 und 6434.

K 6719 (FeS WS<sub>2</sub> NiS) techn. Herstellung T - Pillen  
(aus Ofen 18 vom 8.2.-23.3.38; 46 Betriebstage)

Ungebraucht:	422	474	538	Ganze Pillen:	93,5 %
Gebraucht:	420	526 ?	555 ?	Halbe " :	5,0 %

K 6719 T-Pillen 17 Betriebstage

Ungebraucht:	258	305	385	Ganze Pillen:	92,5 %
Gebraucht:	235	268	305	Halbe Pillen:	6,5 %
				Staub:	1,0 %

K 6719, 10 mm Pillen 40 Betriebstage K 501

Ungebraucht:	292	340	410	(Pillen gut erhalten,
Gebraucht:	148	197	238	Staub 3,6 %)

K 5058 T-Pillen (Durchschnittswerte)

Ungebraucht:	184	299	437
Gebraucht:	258	376	470

K 6434 T-Pillen (Durchschnittswerte)

Ungebraucht:	235	270	340
Gebraucht:	235	326	363

18. September 1948 GZ/80

Die Festigkeitwerte von  
Katalysator 6719 (FeS WS<sub>2</sub> NiS) und  
Katalysator 5058 (FeS WS<sub>2</sub> NiS) sind  
im Vergleich zu Katalysator 6434  
aufgeführt.

(Vergleich zu Katalysator 6434)

Katalysator 6719 (FeS WS<sub>2</sub> NiS)

Katalysator 5058 (FeS WS<sub>2</sub> NiS)

Katalysator 6434 (FeS WS<sub>2</sub> NiS)

Katalysator	Ungebraucht	Gebraucht	Staub	Ganze Pillen	Halbe Pillen
6719 (FeS WS <sub>2</sub> NiS)	422	420		93,5 %	5,0 %
6719 T-Pillen	258	235		92,5 %	6,5 %
6719 10 mm Pillen	292	148	3,6 %		
5058 T-Pillen	184	258			
6434 T-Pillen	235	235			

Vorhydrierung von Steinkohle- und Braunkohle-Mittelölen mit Eisen-Wolframkontakt, verglichen mit 5058-Vorhydrierung. (Versuche in kleinen Gasphasenöfen)

Zinspritzprodukt	Mitteldeutsche Braunkohle	Rheinische Braunkohle	Gasflamkohle (Ruhr)
Anilinpunkt (entph.)	+ 15,50	-3500 + 80 -14,20	- 19,50
Phenole	19	21,6	18,8
Stickstoff	0,44	---	0,71
<b>I. Vorhydrierung:</b>			
Katalysator	5058	5058	5058
Druck atm	200	250	200
Temperatur	425 (23 MV)	395 (21,5 MV)	406 (22 MV)
Durchsatz	1,1	0,8	0,9
S-Zusatz	ohne	0,5	---
% Benzin im Anfall	50	31	23
% -100° im Benzin	30	12	20
Oktanzahl (Research)	63	62	70-71
Vergasung a. Einspr.	8-10 (a. Bi+Verg.)	1,5	1,2
Anilinp. v. K'öl °C	+ 60	+ 56	+ 41
Phenole im Mittelöl	ca. 0,5	0,2	0,37
Stickstoff	ca. 0,05	0,005	0,09
<b>II. Benzinierung</b>			
Über 8 5434			

Benzin in Alkohol	50	31	26	29	15
>100° in Benzol	30	12	12	20	10
Oktanzahl (Research)	63	62	74	70-71	77 (Endp)
Vergasung a. Sinspr. (a. Bi+Verg.)	8-10	1,5	1,1	1,2	0,4
Anilinp. v. N'O1 °C	+ 60	+ 56	+ 22	+ 41	+ 28,6
Phenole in Mittelst.	ca. 0,5	0,2	0,2	0,37	0,03
Stickstoff	ca. 0,05	—	0,009	0,09	0,04
<b>II. Benzinierung</b> Über K 6434					
Druck atm	200	250	250	200	250
Temperatur °C	415° (22,5 MV)	400° (21,5 MV)	415° (22,5 MV)	390° (21 MV)	408° (22 MV)
Durchsatz	2,3	1,2	1,0	1,0	1,0
S-Zusatz	0,5	0,5	0,75	0,50	0,75
% Benzin	58	63	70	86	80
Benzinleistung	1,4	0,61	0,63	0,77	0,70
% - 100° im Benzin	45	40	45	40	47
Oktanzahl (Research)	68	72	75	73,5	78
Vergasung auf Benzin + Vergasung	12,5	7,0	10,	9,2	9,5
<b>Mischbenzin Stufe I &amp; II</b>					
Spezifisches Gewicht		0,760	0,760	0,756	0,762
% - 100°	ca. 40	31	39	36	37
Siede-Endpunkt °C	—	190	190	180	190
Oktanzahl (Research)	65-67	71	74,5	73	77
Betriebsstage der Vorhydrierung	—	14	10	—	30
Betriebsstage der Benzinierung	—	35	20	—	—



779

TITLE PAGE

III. Hochdruckversuche Laboratories. Papers on  
prehydrogenation. Files of Dr. Peters.  
Folder No. S-33/I-B-10.

TITLE PAGE

1. Verarbeitung von Steinkohlemittelöl  
über Vorhydrierung/ 784.6 W 250.  
Benzinierung und DHD.  
Treatment of coal middle oil  
via prehydrogenation 784.6W250.  
Benzination and D.H.D.

Frame Nos. 780 - 792

107

*[Handwritten signature]*

*[Handwritten initials]*

① Verarbeitung von Steinkohlemittelöl über Vorhydrierung / 7846 W 250, Benziniierung und DHD.

Zusammenfassung

Die Versuche wurden zur Klärung der Frage, wie weit sich Unterschiede bei schwachem und starkem Vorhydrierungsgrad auf Qualität und Ausbeuten der fertigen DHD-Benzine auswirken, durchgeführt.

Ferner sollte festgestellt werden, welche Unterschiede zwischen DHD-Benzinen aus 6434-Benzin allein und aus der Mischung Vorhydrierbenzin + 6434-Benzin bestehen und wo für DHD-Einspritzung zweckmäßig der Schnitt zwischen Schwer- und Leichtbenzin zu ziehen ist.

Es wurde gefunden:

Die Unterschiede zwischen starker und schwacher Vorhydrierung machen sich hauptsächlich im Aromatengehalt der Benzine bemerkbar. Der Unterschied beträgt bei Vorhydr.-Benzinen 3,5 %, bei 6434-Benzinen 2,5 %.

Die DHD-Benzine aus Vorhydrierbenzin bei milderer und schärferer Vorhydrierung unterscheiden sich praktisch nicht. - Über Ausbeuteunterschiede kann infolge ungenauer Bilanzen nichts ausgesagt werden.

Die Restbenzin-O<sub>2</sub> der DHD-Benzine aus Vorhydrierungsbenzin liegt bei 65, die aus 6434-Benzin bei 74. Abschneiden von 15 % statt 30 % Leichtbenzin aus 6434-Benzin für DHD scheint hinsichtlich Qualität etwas günstiger, die Restbenzin-O<sub>2</sub> ist 74,5 statt 73,5. DHD-Benzin aus 6434-Benzin allein liegt bezogen auf 50 Vol.-% Aromaten im Minimum der Überladekurve etwa 1/2 atm über der DHD-Benzin-Mischung aus Vorhydrier- + 6434-Benzinen. Die absolute Höhe (1,5 bzw. 1 atm über CV<sub>2</sub>) der Überladekurve ist durch O<sub>2</sub>-Verluste zu tief.

Durchführung der Versuche.

Vorhydrierung: In einem 1 Ltr.-Ofen mit Kontakt 7846 W 250 (= 8376, Fab 1-413) wurde Steinkohleverflüssigungsmittelöl (P 1271, Scholven) unter 0,5 % Schwefelsatz schwächer und stärker vorhydriert. Fahrbedingungen und Eigenschaften der E-Produkte (siehe Schaubild 2 und Tabelle 1 und 2) sind kurz folgende:

Vorhydrierungsgrad	schwach	stark
Druck	250 at	250 at
Temperatur	426 <sup>o</sup> C	434 <sup>o</sup> C
Durchsatz	1,0	0,5
cbm Gas / kg Öl	4	4
Spez.Gew. des B-Mittelöls	0,898	0,874
Anilinpunkt	+ 37	+ 47
Phenole %	0,18	0,04
Stickstoff %	0,013	0,008



Die Trennung bei 170° in Vorhydrierbenzin und B-Mittelöl wurde in einer dem Ofen nachgeschalteten Kolonne durchgeführt.

**Benzinierung:** Über Kontakt 6434 (T-Pillen) wurden die beiden in der Vorhydrierung erhaltenen B-Mittelöle benzinisiert (500 ccn-Ofen). Während das stärker vorhydrierte Mittelöl infolge seines niedrigen Stickstoff- und Phosphorgehaltes ohne Schwierigkeiten direkt benzinisiert werden konnte, mußte das schwächer vorhydrierte Produkt durch eine Schwefelsäure-Natronlauge-Wäsche (jeweils 50%ige Lösungen) nachraffiniert werden. Das raffinierte Produkt war, wenn auch bei etwas höherer Temperatur, ohne Abklingen benzinierbar (Tabelle 3).

**Fahrweise und Ergebnisse:**

Vorhydrierungsgrad	schwach	stark
Druck	250 at	250 at
Temperatur	369°	353°
Durchsatz	1,2	1,2
cbm Gas/kg Öl	2	2
Benzinleistung	0,54	0,59
Vergasung	ca 12,6 <sup>x)</sup>	ca 13,7 <sup>x)</sup>

Die beiden Benzine wurden jeweils in 70 % Schwerbenzin + 30 % Leichtbenzin und 85 % Schwerbenzin + 15 % Leichtbenzin zerschnitten (Tab. 4 und 5), um den Einfluß der Schnittgrenze auf die Eigenschaften der fertigen DHD-Benzine festzustellen.

**Dehydrierung:** Zur Dehydrierung der erhaltenen Produkte, Vorhydrierbenzine (schwach und stark vorhydriert) sowie der zwei 70%- und der zwei 85%-Schwerbenzine (Schaubild 1), wurde der DHD-Kontakt 7932 Paß 418-497, mit folgenden Notizen verwendet: Temperatur 85, Abdruck: 110, Spaltung 105.

Die Versuche wurden in 8-24 Stunden-Zyklen bei 10 und 25 at H<sub>2</sub>-Druck auf verschiedene Aromatenkonzentrationen gefahren.

#### Untersuchungsergebnisse.

Das Steinkohlöverflüssigungsmittelöl P 1271 von Scholven mit einem Anilinpunkt von -15° (Tabelle 2) wurde in zwei Fahrperioden verschieden stark vorhydriert (Schaubild 2). Dabei wurden zwei Vorhydrierbenzine erhalten, die im Wesentlichen folgende Unterschiede zeigten:

x) Infolge unsicherer Bestimmungen nicht ganz zuverlässig; die Werte für Vergasung sind für beide Fälle vermutlich etwa gleich hoch zu setzen (ca. 13,0 %).

- 1) Der Aromatengehalt der 20°-Fraktionen<sup>x)</sup> aus dem Vorhydrierbenzin (Schaubild 3) ist bei dem schwach vorhydrierten Produkt um etwa 2 - 5 % höher und zwar, vor allem in den höheren Fraktionen, auf Kosten der Naphthene.
- 2) Durch den höheren Aromatengehalt bedingt, liegt auch die Oktanzahlkurve des schwächer hydrierten Benzins in den oberen Fraktionen um 1 - 2 Einheiten über der des stärker hydrierten.
- 3) Der Gehalt an Paraffinkohlenwasserstoffen ist bei dem schwächer hydrierten Produkt etwas geringer.

Das gleiche Bild ergibt sich bei den 170°-Benzinen (Tabelle 1). Die Benzinkonzentrationen sind, da die Benzine aus der gleichen Menge Phenolen entstanden sind, annähernd gleich. Der etwas geringere Gehalt an Paraffinen und höheren Gehalt an Aromaten entspricht der geringeren Wasserstoffzahl des schwach vorhydrierten Produktes (13,78 % H gegen 14,01 %); die Oktanzahl ist dabei um etwa 2 Einheiten höher, ist aber bei beiden Benzinen für Steinkohle etwas niedrig.

Die B-Mittelöle unterscheiden sich wesentlich durch den Anilinpunkt: + 37° gegen + 47°, den Phenolgehalt: 0,18 % gegen 0,04 % und den Stickstoffgehalt: 0,015 % gegen 0,008 %. Basenzahlbestimmungen wurden nicht gemacht.

Das schwächer vorhydrierte B-Mittelöl ließ sich wegen des zu großen Phenol- und Stickstoffgehaltes nicht direkt über 6434 benziniieren. Es wurde deshalb in Waschkolonnen mit 50%iger Schwefelsäure, 50%iger Natronlauge, anschließend mit Wasser gewaschen und enthielt dann 0,067 % Phenole. Die Basenzahl war 5,1 mg NH<sub>3</sub>/Ltr Öl. Diese Behandlung genügt, um es ohne Abklingen benziniierbar zu machen. Die dazu nötige Temperatur lag um etwa 16°C (ca 1 mV) höher als bei dem stark vorhydrierten Produkt.

Die in Tabelle 3 enthaltenen Zahlen geben die Benziniierungsbedingungen mit 6434, so wie die Benzineigenschaften der Benzine -170°, das Schaubild 4 den Vergleich der 20°-Fraktionen aus den 6434-Benzinen wieder.

Danach ist festzustellen:

- 1) Die 20°-Fraktionen zeigen bereits einen viel geringeren Unterschied im Aromatengehalt (1 - 2 %), der offensichtlich ebenfalls auf Kosten der Naphthene geht.
  - 2) Die Unterschiede in den Oktanzahlen sind praktisch verschwunden.
  - 3) Die Mengen der Paraffinkohlenwasserstoffe sind praktisch gleich.
- Die beiden Benzine -170° zeigen die gleichen Eigenschaften. Der etwas höhere Klopfwert (1,5 Einheiten) des stark vorhydrierten Produktes ist durch den höheren Pentanengehalt (9,4 % gegen 7,6 %) zu erklären.

Die beiden gefundenen Werte für die Vergasung (12,6 % und 13,7 %) sind nicht ganz zuverlässig; die KKK etwa beide gleich 13,0 % zu setzen sein.

x) aufgetragen über den 50%-Punkten der Fraktionen.

Die niedrigere Benziniertemperatur bei der Verarbeitung des stärker vorhydrierten Produktes zur Erreichung der gleichen Benzinkonzentration wie bei dem schwächer vorhydrierten wurde bereits erwähnt.

Der Wasserstoffgehalt nach Elementaranalyse ist in der Benziniierungsstufe bei beiden Produkten bereits gleich. (14,41 % + schwach vorhydriert, 14,46 % = stark vorhydriert), dies steht jedoch in Widerspruch zu einer Differenz von 2,5 % im Aromatengehalt.

Zur Feststellung der günstigsten Schnittgrenze bei der Destillation auf Schwerbenzin für die Verarbeitung nach dem DHD-Verfahren wurde aus beiden Benzin 15 % Leichtbenzin bzw. 30 % Leichtbenzin herausgeschritten. Die Analysendaten für die so entstandenen 8 Produkte sind in den Tabellen 4 und 5 enthalten.

Die Schwerbenzine wurden über Kontakt 7955 dehydriert, die Leichtbenzine zur Mischung mit den dehydrierten Benzin aufbewahrt (Schaubild 1). In Tabelle 6 und 6a sind Dehydrierbedingungen und -Ergebnisse enthalten.

Die auf verschiedene Aromatengehalte und bei 10 und 25 at H<sub>2</sub>-Druck dehydrierten Produkte (Feststellung der Relation Aromatengehalt : Ausbeute) wurden zum Teil, soweit es sich um Produkte etwa gleicher Aromatengehalte handelte, gemischt und untersucht (Tabelle 6a).

Infolge ungenauer Rohbilanzen konnten die Beziehungen Aromatengehalt : Ausbeute nicht bestimmt werden.

Die DHD-Benzine aus Vorhydrierbenzin, schwach und stark vorhydriert, bzw. die Restbenzine daraus unterscheiden sich voneinander praktisch nicht. (Tabelle 6a). Der etwas höhere Gehalt an Paraffin-Kohlenwasserstoffen im Restbenzin bei dem Vorhydrierbenzin, schwach, Kolonne 1, ist durch den höheren Gehalt an Anteilen bis 100° zu erklären. Bei den Naphtilenkohlenwasserstoffen sind die Unterschiede in den beiden Restbenzinen aus Vorhydrierbenzin (Kolonne 1 und 2) auf die schwächere und schärfere Fahrweise (79,5 % Aromaten gegen 70,0 %) zurückzuführen. Die Oktanzahlen in den ersten 3 Kolonnen sind bei Umrechnung auf die gleiche Artelle bis 100° etwa gleich.

Was also die Produktqualität angeht, ist bei den DHD-Benzinen aus Vorhydrierbenzin nach starker und schwacher Fahrweise kein Unterschied, der die Versuchsschwankungen übersteige, feststellbar. Über die Ausbeuten kann aus den oben angeführten Gründen kein Urteil abgegeben werden.

Für die dehydrierten 6434-Schwerbenzine (70 % und 85 %, schwach und stark) wurden rechnergemäß die Eigenschaften der Mischungen mit den dazugehörigen Leichtbenzinen bestimmt. Dabei zeigt sich

Irgendwelche Unterschiede zwischen den Produkten aus der schwachen und der starken Vorhydrierfahrweise sind nicht zu erkennen.

Vorteilhafter scheint, nach den Oktanzahlen der Restbenzine zu schließen, die Ziehung des Schnittes zwischen Leichtbenzin und Schwerbenzin bei etwa 15 % Leichtbenzin, als bei 30 %, was einen Siedebeginn des Schwerbenzins bei etwa 80° gegen 95° entspricht.

Es wurden zwei Mischungen untersucht und auf ihr Überladeverhalten geprüft, die folgendermaßen zusammengesetzt worden waren:

Mischung 1:

DHD-Benzin aus 6434-Benzin, 85 % Schwerbenzin (schwache und starke Vorhydrierung)  
 Leichtbenzine von " " (15 %)

Mischung 2:

DHD-Benzin aus Vorhydrierbenzin (schwache und starke Vorhydrierung)  
 " " " 6434-Benzin, 70% Schwerbenzin ( " " )  
 Leichtbenzine von " " (30 %)

Die Analyseergebnisse für diese beiden Produkte finden sich in den Tabellen 6a, 7 und 8.

Die Restbenzine unterscheiden sich durch den höheren Gehalt an Naphthenen bei dem Benzin der Mischung 2, der auf den Gehalt an DHD-Benzin aus Vorhydrierbenzin zurückzuführen ist. Dieses Benzin zeigt, auch nach Umrechnung auf etwa gleiche Siedekurve, eine etwas niedrigere Oktanzahl als das Restbenzin aus reinem DHD-6434-Benzin.

Die Überladekurve liegt im Minimum bei DHD-Benzin aus Vorhydrier- + 6434-Benzin mit 50 Vol.% Aromaten etwa 1 atm, bei dem aus 6434-Benzin etwa 1/2 atm über der von CV 2b.

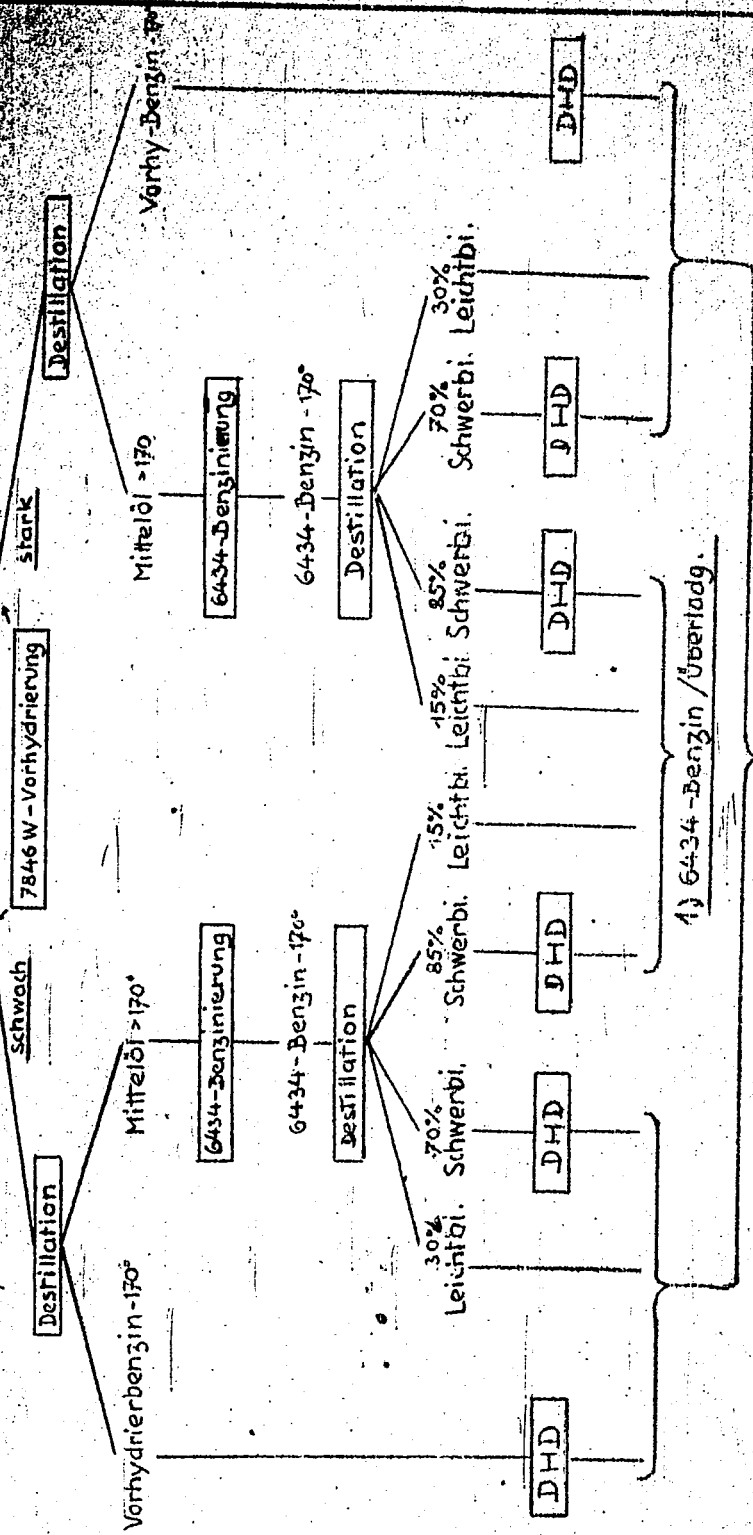
gen. Rotter

Gemeinsam mit:

Dr. Donath  
 " Reitz  
 " Nonnenmacher  
 " Lajus

# Steinkohleverflüssigungs-Möl.

(P1271 - Scholven)



783

Tabelle 1

## Eigenschaften der Vorhydrierbenzine

783

Vorhydrierungsgrad		schwach	stark
Datum		20.1. - 1.5.42	2.5.-11.5., 21.+22.5., 24.5.-4.6.42
Betriebsstunden		113-345	373-1159
Druck	atm	250	250
Temperatur	°C	426	454
Durchsatz	kg/Ltr Kort. & Std.	1,0	0,5
Gas	cbm/kg Öl	4,0	4,0
CS <sub>2</sub>	%	0,4	0,4
Benzinkonzentration im Anfall %		19,0	17,8
" " " " bezogen auf gleichen Endpunkt 168°		19,0	20,0
Stabilisiertes Benzin:			
Gasbenzin	%	0,4	0,4
Verlust	%	0,1	0,1
Spez. Gew.	20°C	0,794	0,785
AP I/II	°C	35,5/43,9	39,2/44,5
Siedebeginn:			94
-70°		---	---
-100°		1,0	3,0
-150°		79,0	88,5
Siedende:			
Zusammensetzung:			
Paraffine		12,5	14,5
Naphthene		77,0	78,5
Aromaten		10,0	6,5
Ungesättigte		0,5	1,0
C	%	86,15	86,00
H	%	13,78	14,01
Oktanzahlen: Research		63,5	63,5
Motor-Meth.		50,0	59,0 ±)
Motor + 0,12 BTX		79,0	79,3

x) Berechnet auf Endpunkt 168°  
O.S. M.M.

58,2

## Eigenschaften der B'-Mittelöle.

Vorhydrierungsgrad	Ausgangsprodukt	Schwach	stark
Datum	Steinkohleampf- mittelöl Schelven	20.4.-1.5.42	2.5.-11.5., 26.5.-1.6.42
Betriebsstunden	P 1271 v. 15.12.41	117-345	
Druck atü		250	250
Temperatur °C		426	434
Durchsatz kg/Ltr. Kont x Std.		1,0	0,5
Gas cm/kg Öl		4,0	4,0
CS <sub>2</sub> %		0,4	0,4
% Mittelöl auf Ein- spritzung		76,4	76,4
% Benzin auf Einspr.		13,3	13,1
% Wasser " "		4,5	5,5
% Vergasung "		0,9	0,9
% Anfall/Einspritzung		102,1	101,9
Mittelöl:			
Spez. Gew. 20°C	0,972	0,888	0,874
Anilinpunkt °C	- 15	37	47
Phenole %	19,2	0,18	0,04
Schwefelstoff %	0,87	0,013	0,008
Jodzahl	28,0	-	-
Nachwäsche mit NaOH und H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>			
Phenole	-	0,067	-
Basenzahl mg NH <sub>3</sub> /Ltr	-	5,1	-
Siedebeginn °C	160	194	190
% - 200°C		1	2
- 250	42	47,5	53
- 325	95	-	-
Siedende °C	325/98,0	315/98,5	315/98,5

## 6434-Benzinierung der 7846 W - B'Mittelzie aus Steinkohlverflüchtigung

Vorhydrierungsgrad des B'M'Öls		schwach	stark
<u>Benzinierungsbedingungen:</u>			
Druck	atm	250	250
Temperatur	°C (mV)	369 (18,7)	353 (17,9)
Durchsatz	kg/Ltr./Std.	1,2	1,2
Gas : Öl	cbm/kg	2,0	2,0
Rückführverhältnis		65:35	70:30
CS <sub>2</sub> -Zusatz	%	0,4	0,4
Abstreifen: Spez.Gew. / 20°		0,783	0,790
Benzinkonzentration - 170°		52,0	55,0
Benzinleistung		0,54	0,59
Vergasung / Benzin + Verg.		ca 12,6 x)	ca 13,7 x)
<u>Benzin - 170°:</u>			
Benzin stabilisiert			
Spez.Gew. / 20°		91,1	93,4
AP I	°C	0,751	0,749
AP II	°C	41,5	49,1
	°C	51,2	52,0
	%	81,64	86,55
	%	14,41	14,45
Dampfdruck n. Reid atm/35°		0,210	0,243
	%	7,58 xx)	9,35 xx)
Siedekurve: Siedebeginn °C		57	55
	% - 70°	5,0	6,0
	% - 100°	41,5	41,0
	% - 150°	84,5	89,0
	% - 170°	98,0	97,5
Siedende Verlust		171/98	173/98,8
		1,3	0,8
Zusammensetzung:			
Paraffine		58,5	35,5
Naphthene		55,0	57,0
Aromaten		4,0	5,5
Ungesättigte		0,5	1,0
Klopfsorte: C.Z. Reb.		71,0	-
	Mot.	67,4	65,0
	Mot. + 0,12 Pb	85,0	94,5

x) Die Vergasungswerte sind für beide Fälle wahrscheinlich gleich (ca. 13 %) zu setzen.

xx) ohne C<sub>5</sub> aus Gasbenzin.



785

Tabelle 4

6434-Benzin, saftwasen vorhydriert.  
 Zerlegung in 70 % - und 85 % -Säurebenzin und  
 die dazugehörigen Leichtbenzine.

Produkt		Destillat 15%	Rückstand 85%	Destillat 30%	Rückstand 70%
Benzin	%	15,0	-	23,9	-
Rückstand	%	-	83,7	-	66,9
Verlust	%	1,3	-	4,2	-
Gesamtein	%	19,5	-	13,7	-
stab. Bl	%	76,9	-	88,1	-
Verlust	%	3,6	-	1,2	-
spez. Gew.		0,651/15	0,767/35	0,686/15	0,778/15
Anilinp. I		-	+45,7	+53,1	+46,3
II		-	+50,9	+56,0	+51,7
ASiM Kurve		35	50	39	94
- 40		45,0	-	-	-
- 50		78,5	-	13,0	-
- 60		83,0	-	54,0	-
- 70		93,0	-	86,0	-
- 80		-	-	-	-
- 90		-	7,0	-	-
- 100		-	27,2	-	11,0
- 110		-	47,0	-	18,0
- 120		-	60,5	-	45,0
- 130		-	72,0	-	62,5
- 140		-	80,0	-	74,5
- 150		-	87,0	-	85,0
- 160		-	93,0	-	92,0
- 170		-	-	-	-
Endp. / %		82/93,0	170/98,5	79/96,0	170/98,8
Rückstand		0,8	1,0	0,6	1,2
Verlust		1,2	0,5	1,4	-
Paraffine		-	34,5	52,0	37,0
Naphthene		-	59,0	45,0	56,0
Aromaten		-	6,5	3,0	7,0
OZ Mot. geschätzt		83	-	79	-

Tabelle 5

6434-Benzin, stark verhydriert,  
 Zerlegung in 70%- und 30%-Schwerbenzin  
 und die dazugehörigen Leichtbenzine

786

Produkt	Destillat 15%	Rückstand 85%	Destillat 30%	Rückstand 70%
Benzin %	15,1	-	30,0	-
Rückstand %	-	82,2	-	70,0
Verlust %	1,7	-	-	-
Gesbenzin %	28,0	-	13,9	-
schw. Benzin %	66,7	-	84,4	-
Verlust %	3,0	-	1,7	-
spez. Gew.	0,645/15	0,765/15	0,632/15	0,774/15
Anilinp. I	-	+47,2°	+55,2°	+47,7°
" II	-	+50,7°	+56,2°	+51,4°
ASTM Kurve	35°	77°	38°	98°
- 40	43,0	-	-	-
- 50	80,0	-	19,0	-
- 60	92,0	-	53,0	-
- 70	-	-	89,0	-
- 80	-	0,5	97,0	-
- 90	-	7,0	-	-
- 100	-	27,5	-	1,0
- 110	-	47,0	-	25,0
- 120	-	61,0	-	54,0
- 130	-	72,0	-	66,5
- 140	-	80,0	-	78,5
- 150	-	87,0	-	85,0
- 160	-	93,0	-	93,0
- 170	-	-	-	97,0
Endp. / %	68/97,5	172/98,5	81/98,0	177/98,5
Rückstand	1,0	1,3	1,0	1,3
Verlust	1,5	0,2	1,0	0,2
Paraffine	-	35,0	53,5	36,5
Naphthene	-	61,0	45,0	59,0
Aromaten	-	4,0	1,5	4,5
OR. Mot. geschätzt	84	-	78	-

**Tabelle 6**

Dehydrierbedingungen für die in Tabelle 6a angeführten Benzine

Kontakt 7935, Paß 418-497, Noten: Temperatur 35, Ausbeute 110, Spaltung 105.

DHD-Benzine aus: (ohne leichte Anteile)	Vorhydrier- benzin schwach	dto.	6434-Benzin 70% schwach		6434-Benzin 85% schwach		dto. stark
			dto. stark	dto. stark	dto. stark	dto. stark	
Druck stH	25	25	10 u. 25	10 u. 25	10 u. 25	10 u. 25	10 u. 25
Temperatur °C	493-510	476	510	493-510	510-518	493-510	493-510
Durchsatz kg/cbm/Std.	0,5	0,5	0,3-0,5	0,5	0,3-0,5	0,3-0,5	0,3-0,5
Ges.Ol cbm/kg/Std.	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Ergebnissen der ein- zelnen Versuche / 8tdn.	16-24	8	8	9	8-16	8-16	8-16
Aufallprodukt:							
Aromaten Gew. %	76,5-80,0	72,0	57,5-65,5	57,5-65,5	60-62,5	47,5-60	47,5-60
% - 100°	9-12	4	5-12	5-12	22-30	19-29	19-29

DHD-Benzine ohne leichte Anteile aus	Vorh. Gr. Mi. schwach	dto. schwach	dto. stark	4474 BK 96AWD
<b>Gesamtprodukt:</b>				
Spez. Gewicht/20°	0,7351	0,7351	0,7351	0,7351
AP. I/II	20,1/49,0	16,2/48,2	17,2/48,2	22,1/50,0
JZ.	2,3	2,5	2,6	-
Ddr. atm	0,099	0,115	0,120	-
Siedekurve: Beginn	76	79	82	71
* - 70°	-	-	-	-
- 100°	15	12	12	12
- 150°	85	84	83	83
- 170°	96	96,5	96	93
- 200°	-	-	-	87
Endpunkt	181/98	180/98,7	180/99	210/91
Rückstand	1,6	1,2	1,0	1,3
Verlust	0,4	0,1	-	1,0
<b>Zusammensetzung:</b>				
Paraffine	6,0	6,0	7,5	11,1
Naphthene	13,0	21,0	17,0	12,1
Aromaten	79,5	70,0	71,5	70,1
Unges.	1,5	1,0	1,0	-
C <sub>11</sub> -Best. x)	0,6	-	-	2,3
Gdsbi (bei Stab.)	0,6	0,5	0,9	1,8
Verlust ( " " )	0,2	-	0,3	0,8
<b>SO<sub>2</sub>-Extraktion:</b>				
<b>Extrakt:</b>				
Spez. Gew./20°	0,800	0,800	0,800	0,800
AP. I	-	-	-	-
AP. I	19,4	27,5	23,0	27,5
(Heftbenzin) Sp. Gew./20°	0,748	0,755	0,752	0,770
AP. I/II	47,5/49,5	45,6/48,6	45,3/50,0	57,3/50,7
Siedekurve: Beginn	69	81	74	51
* - 70°	-	-	-	5
- 100°	49,0	41	42,5	53,5
- 150°	95,0	96	94,5	95,0
- 170°	-	-	-	-
Endpunkt	159/98,5	158/99	160/98,8	155/98,0
Rückstand	1,2	1,0	1,0	1,3
Verlust	0,3	-	0,2	0,7
<b>Zusammensetzung:</b>				
Paraffine	34,5	27,0	29,5	51,5
Naphthene	65,5	70,0	69,0	38,1
Aromaten	2,0	2,5	5,0	2,0
Ungesätt.	1,0	0,5	0,5	-
Klopffwert: Mot	66,5	64,8	64,5	62,7
Mot + 0,12 BTA	-	85,6	84,6	86,5
<b>Berechnete Mischung mit leichtem Antheil:</b>				
<b>Benzin:</b>				
Spez. Gew./20°	-	-	-	0,770
* - 100°	-	-	-	43,9
Aromaten	-	-	-	45,7
Benzin * - 100°	-	-	-	84,5
* Naphthene	-	-	-	42,5
O.Z. Mot.	-	-	-	75,

3) ohne C<sub>11</sub> aus Gasbenzin

Wirtschaftliche

Sto. stark	6434-BI, 954 Kymann	Sto. stark	Partigebühne, Mischungsz. aus	Vonhydr. BI + 6434-BI (77)	6434-Benaki (35K)
0,804	0,802	0,783		0,787	0,770
1,7	6,5	1,1		3,2	1,7
1,51	-	3,0		3,4	3,8
79	68	0,222		97	0,347
-	0,5	0,5		2,5	3,3
12,5	28,0	30,5		38,0	45,8
12,0	81,5	82,5		92,0	87,0
8	89,5	92,0		-	-
	95,0	-		-	-
144/98,8	242/98,8	202/98,8		164/98,7	185/98,8
2	1,2	2,2		1,0	1,1
-	-	0,8		0,3	0,2
25,0	20,0	22,5		23,5	21,0
22,0	18,0	19,5		24,0	22,0
93,0	64,0	58,0		50,5	43,0
-	-	-		-	0,5
0,6	0,5	0,75		3,0	1,0
0,4	1,4	0,7		1,0	1,2
0,3	0,2	1,0		1,9	1,4
51,5	65,0	59,5		50,7	44,5
0,872	0,878	0,871		0,866	0,858
-55,7	-57,3	-54,7		-59,5	-59,1
48,0	35,0	39,5		47,5	54
0,742	0,739	0,723		0,724	0,708
1,7	53,2	54,5		52,7	51,5
72	49	62		56	46
-	7,5	3,0		1,5	25,3
33,5	66,0	68,0		65,0	70,0
7	92,0	95,1		94,0	76,0
-	94,0	-		-	-
168/98,0	186/97,5	156/97,5		165/98,7	156/97,8
1,2	1,5	1,0		1,1	1,1
0,8	1,0	1,5		0,8	1,1
11,0	53,5	54,5		4,1	29,0
46,0	43,0	4,0		-	12,0
1,0	3,5	2,5		-	1,0
-	-	-		-	0,5
65,8	67,7	67,8		66,0	61,4
85,0	69,6	87,8		90,0	82,0
0,775	0,762	0,791	Überhöhung im Minimum	0,781 über 0,77	0,781 über 0,77
43,9	41,5	45,3			
47,7	33,9	49,4			
84,5	68,5	81,7	Überhöhung im Minimum	1,1 über 0,77	1,2 über 0,78
42,1	41,5	-	(berechnet mit 50 Vc. [Lern.])	(11,5 über 0,77)	(11,5 über 0,78)
7,1	72,0	74,8			

Tabelle 7

788

Erdbenzinuntersuchung

der Mischung der I D-Benzine aus Vorhydrierbenzinen, von denen stark vorhydriert, desgl. 70% -Schwerbenzin/6494 und den zugehörigen Leichtbenzinen. (27:53:50)

Überladung: im Minimum 1 1/4 at (Nrp. 742) H)

SO<sub>2</sub>-Extraktion: 3 x 100% SO<sub>2</sub>, 1 x 100% Propan, Temp.: -78°O

Produkt	Gesamtprodukt	Raffinat (Healbi)	Restbenzin -100	> 100	Extrakt
Gewicht %		47,5	54,0	12,5	50,7%
Spez. Gewicht	0,791/15	0,729/15	0,706/15	0,706/15	0,670/15
Anilinp. I	+ 5,2	+ 52,7	-	+ 52,1	-
Anilinp. II	+ 55,9	+ 54,6	-	+ 55,5	- 50,3
Jcdzahl (36394)	3,4	-	-	-	-
Dokortest C <sub>5</sub>	5,6	-	-	-	-
ASTM. Kurve	57	55	52	110	
- 40	-	-	-	-	
- 50	-	-	-	-	
- 60	0,5	1,5	7,0	-	
- 70	2,5	10,5	32,0	-	
- 80	9,0	31,5	70,0	-	
- 90	22,5	51,0	89,0	-	
- 100	38,0	65,0	95,0	-	
- 110	51,5	75,5	-	-	
- 120	62,0	82,5	-	32,0	
- 130	73,0	89,0	-	58,0	
- 140	84,0	91,0	-	72,0	
- 150	92,0	94,0	-	86,0	
- 160	97,0	96,5	-	93,0	
Endp. / %	164/98,7	165/98,3	107/97,5	172/98,0	
Rückstand	1,0	1,2	1,0	1,2	
Verlust	0,3	0,5	1,5	0,8	
Paraffine	23,5	48,0	-	52,5	
Naphthene	26,0	50,0	-	42,0	
Aromaten	50,5	2,0	-	5,5	
Alpiverte	(7429 H)	(7456 H)	(7457 H)		
Res					
+ Pb					
Mot					
+ Pb					
Elementaranalyse (3639 H)	88,01 12,09				
O <sub>2</sub> -Bombentest	ohne Abfall				
Gumtest vor	3,5 mg				
" nach	4,8 "				
Cu-Schale	7,0 "				
Gasbi	= 1,2 %				
stab. Bi	= 97,0 %				
Verl.	= 1,2 %				
rel. 165	= 98,7 %				
169	= 0,0				
Verlust	= 2,1				

Restbenzinanalyse

789

der Mischung der DHD-Benzine aus 85% Schwerbenzin, 6434 schwach und stark  
 vorhydriert und den dazugehörigen Leichtbenzinen (51 : 49)

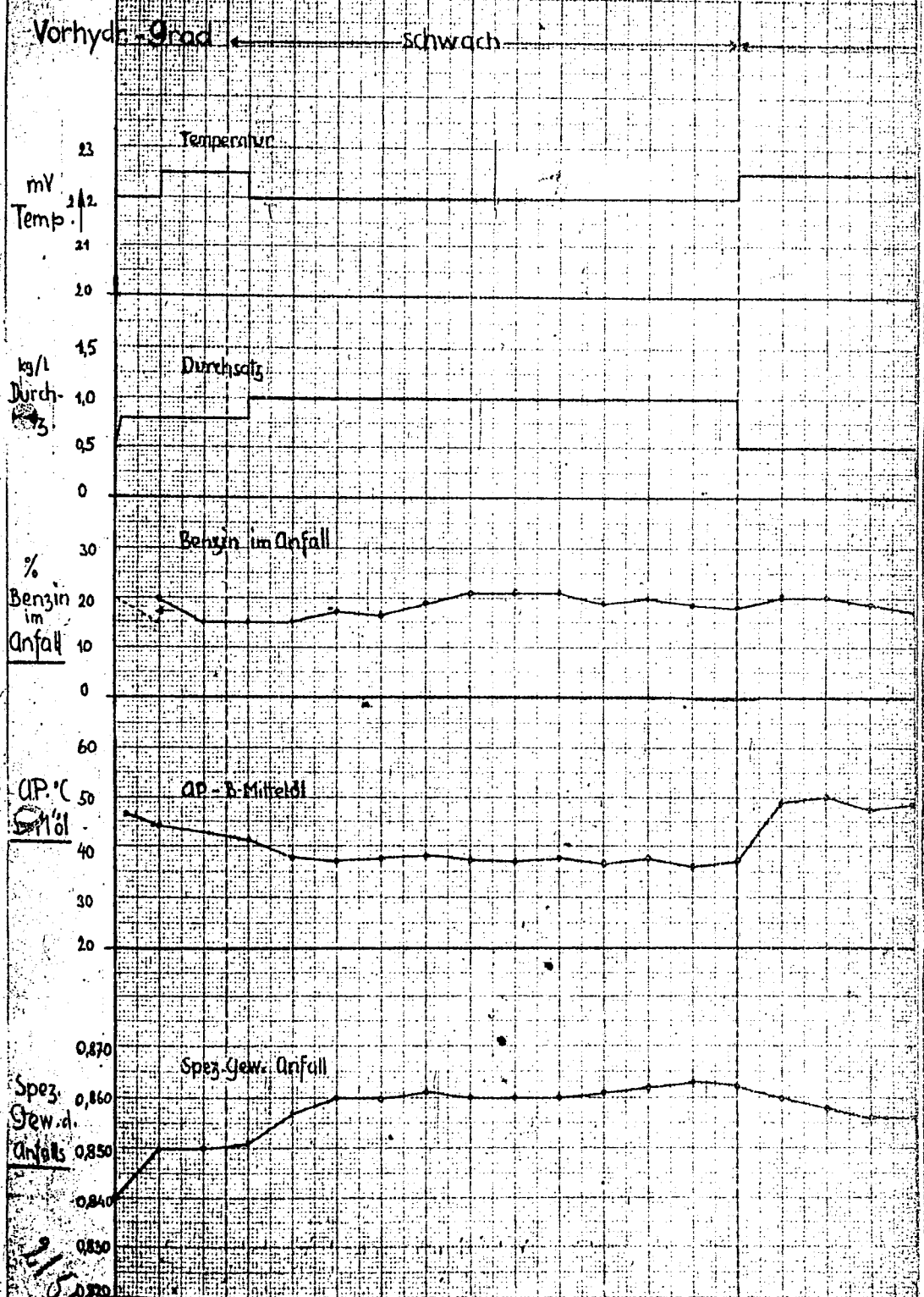
Überladung: im Minimum 11,0 at. (Nro. 7428 H)

SO<sub>2</sub>-Extraktion: 3 x 100% SO<sub>2</sub>, 1 x 100% Propan, Temp. = 70°C

Produkt	Gesamtprodukt	Raffinat (Restbi)	Restbenzin		Klopffakt
			-100	100	
Gewicht *		54,0	37,8	15,5	44,5
Spez. Gew.	0,774/15	0,714/15	0,696/15	0,760/15	0,870/15
Anilinp. I	+ 14,7	+ 53,1	+ 56,6	+ 53,2	- 53,1x
Anilinp. II	+ 56,3	+ 56,8	+ 56,6	+ 56,2	
Indizahl (3638 H)	3,8	-	-	-	
Dokortest C <sub>5</sub> (3638 H)	1,0	-	-	-	
Dampfdruck	0,347 atm				
ASTM. Kurve	52	46 <sup>0</sup>	47	109 <sup>0</sup>	
- 50	-	0,5	1,0	-	
- 60	1,5	5,3	20,0	-	
- 70	9,0	25,5	48,0	-	
- 80	18,5	41,5	72,0	-	
- 90	30,5	56,5	90,0	-	
- 100	43,5	70,0	-	-	
- 110	57,0	79,0	-	-	
- 120	67,0	85,0	-	35,0	
- 130	77,0	89,5	-	53,0	
- 140	85,0	93,0	-	60,0	
- 150	92,0	96,0	-	69,0	
- 160	97,0	-	-	95,0	
Endp. %	163/98,4	156/97,5	161/97,0	154/98,5	
Rückstand	1,1	1,1	1,1	1,0	
Verlust	0,5	1,1	1,5	0,5	
Paraffine	31,0	55,0	5,0	57,0	
Naphthene	25,0	42,5	11,0	36,5	
Aromaten	43,5	2,0	-	6,0	
Ung. kW	0,5	0,5	-	0,5	
Klopffwerte	(7428 H)	(7454 H)	(7455)		
Res.					
+ Pb					
+ MoS					
+ Ph					
Elementaranalyse (3638 H)	87,32				
	12,66				
C <sub>2</sub> -Bombentest	Atfall 9,6-8,8				
Güntest vor	0,8 mg				
" nach	31,9/23,7				
Cu-Schale	1,8 mg				
Gasbl.				1,2 %	
stab. Bl.				97,8 %	
Verlust				1,4 %	
- 165				92,6 %	
165				5,0 %	
Verlust				2,4 %	

2

# Vorhydrierung



I.G. Farbenindustrie AG, Ludwigshafen a. Rhein. Betriebstage (1942)

DIN-Format A 4 T (20 x 25 cm)

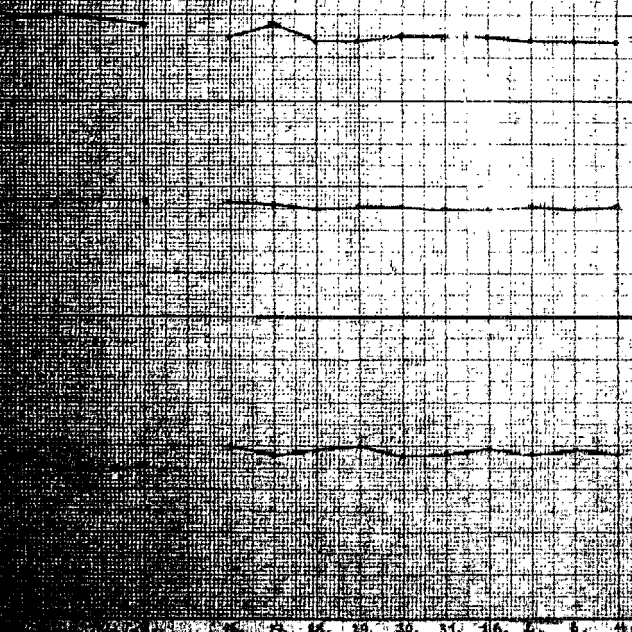


Wasserschiffahrt

Schaubild 2

Strom

Wasser



25 26 27 28 29 30 31 10 5 4

Ritter, 5.11.02

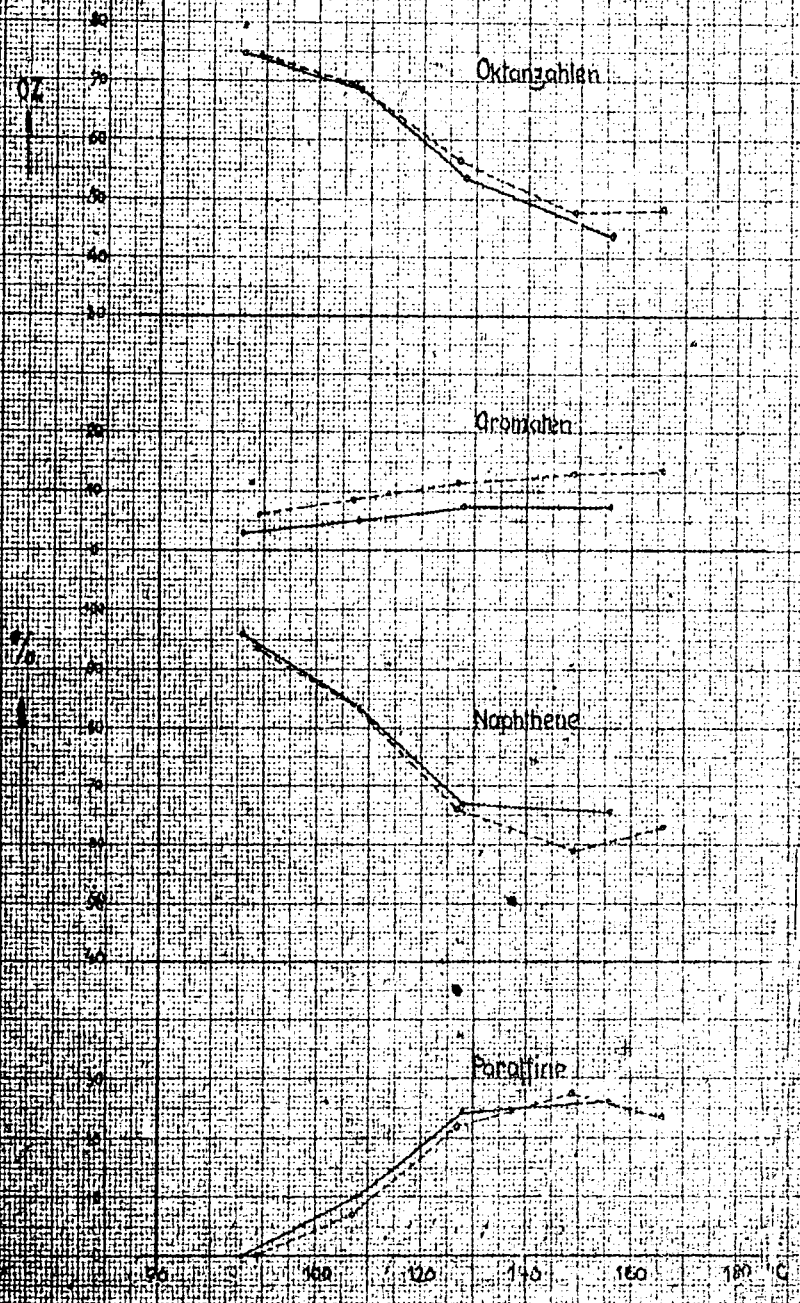
# Vorhydrierbenzine

(Oktanzen und Zusammensetzung der Fraktionen)

Schmidt 3

791

— stark vorhydriert  
 - - - schwach

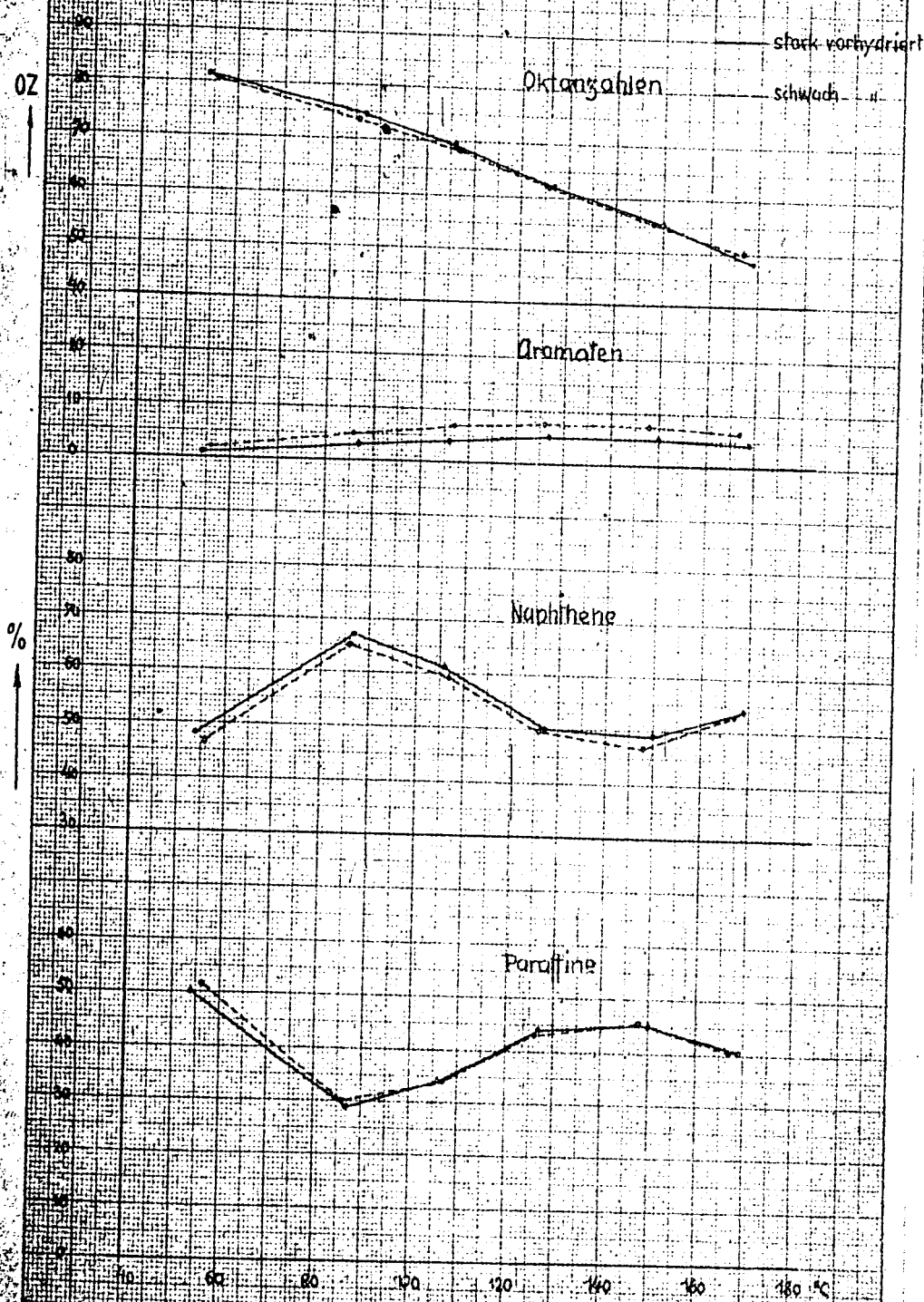


# 6434 Benzine

Schaubild 4

792

(Oktanahlen und Zusammensetzung der Fraktionen)



stark vorhydriert

schwach

Oktanahlen

Aromaten

Naphthene

Paraffine

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

→ Fraktionen.

5543 P. 100

TITLE PAGE

2. Der Einfluss des Hydrierungsgrades  
(A.P. des B-Mittelöls) auf die  
Ergebnisse der 8376/6434 Verarbeitung  
von S-Mittelöl Scholven.  
The influence of the degree of  
hydrogenation (A.P. of B-middle  
oils) on the results of the  
8376/6434 treatment of S-middle  
oil Scholven.

Frame Nos. 793 - 803

Hochdruckversuche  
Nr. 558.

26. September 1942. Ath/Lo.

107  
793 Frl. Dr. Hörling  
F. J. J. J. J.

(2) Der Einfluss des Hydrierungsgrades (AP. des B-Mittelöls)  
auf die Ergebnisse der 8376/6434-Verarbeitung von  
B-Mittelöl Scholv.

Zusammenfassung.

- 1.) Scholvener Verflüssigungsmittelöl wurde über Kontakt 8376 bei verschiedenen Temperaturen auf B-Mittel-Anilinpunkt 50, 47, 46, 39 und 32 anhydriert. Die B-Mittelöle wurden über Kontakt 6434 benziniert.
- 2.) Der Einfluss der Vorhydriertemperatur auf B-Mittelöl-Anilinpunkt, Phenolgehalt, Basenzahl und Benziniertbarkeit liegt in der erwarteten Richtung. Er ist zwischen 21 und 22,5 MV sehr gering, unterhalb 21 MV sehr stark. Es kann angenommen werden, dass das Hydriermaximum nur wenig oberhalb 22,5 MV liegt.
- 3.) Der Einfluss der Vorhydriertemperatur auf die Eigenschaften des 8376-Benzins ist viel geringer als auf die Mittelöleigenschaften.
- 4.) Der B-Mittelöl-Anilinpunkt hat auf die Qualität des 6434-Benzins folgenden Einfluss: Mit sinkendem B-Mittelöl-Anilinpunkt steigt der Aromatengehalt des 6434-Benzins auf Kosten des Paraffinanteils. Einen Einfluss auf die Grund-Oktanzahl des 6434-Benzins hat dies praktisch nicht, wohl aber auf die Bleisempfindlichkeit, die mit sinkendem B-Mittelöl-Anilinpunkt ebenfalls abnimmt.
- 5.) Für die Qualität der Fertigbenzins (= Mischung aus 8376- und 6434-Benzin) gilt ebenfalls etwa das unter 4.) Gesagte.
- 6.) In dem technisch wichtigen Gebiet zwischen B-Mittelöl-Anilinpunkt 50 und 45, wo die Benziniertbarkeit der B-Mittelöle sehr gut bis ausreichend ist, ist die Abhängigkeit der Zusammensetzung, Grund-Oktanzahl und Bleisempfindlichkeit der Benzins vom B-Mittelöl-Anilinpunkt ausserordentlich gering. Es ist anzunehmen, dass auch bis zu B-Mittelöl-Anilinpunkt 42 herunter nur sehr geringe Abhängigkeiten bestehen.

Versuche gemeinsam mit:

Dr. Peters  
" Gracel  
D. Ch. Trofimow

Gen. Günther.

Untersuchungen:

Dr. Dehn, Dr. FÜRST, Dr. Meier, Dr. Wittmann.

206871

### 1.) Zweck und Art der Versuche.

Durch die im folgenden beschriebenen Versuche sollte festgestellt werden, auf welchem B-Mittel81-Anilinpunkt man in Scholven über Kontakt 8376 gehen muss, um gutes Arbeiten der 6434-Kammer zu gewährleisten, sowie die Abhängigkeit der Fertigenbenzinqualität vom B-Mittel81-Anilinpunkt.

Hierzu wurden in einem Versuch von fast 4 Monaten Dauer in einem 200 cm-Ofen aus Scholvenner Verflüssigungsmittel81 (P 1271 ohne Sumpfbenzin!) 8376-B-Mittel81e mit den Anilinpunkten 50, 47, 46, 39 und 32 hergestellt. Versuchsverlauf siehe Kurvenblatt I. Die Vorhydrierbedingungen wurden dabei bis auf die Temperatur konstant gehalten (250 at  $H_2$ , Durchsatz 0,8, 3,0 obm Gas/kg Öl, 0,4 %  $CS_2$ -Zusatz) und der jeweils gewünschte Anilinpunkt des B-Mittel81e durch die Temperatur eingestellt. Begonnen wurde mit 22,5 MV = 434°C. Die Schichten mit Gesamtanilinpunkt 47 bis 50°C wurden gesammelt, herausfallende Schichten verworfen. Nachdem genügend Produkt für einen Benzinierungsversuch vorhanden war, wurde die Temperatur erniedrigt, bis der Anfall ca. Anilinpunkt 45 hatte, und die Chargen mit Anilinpunkt 44-47 erneut gesammelt. Auf diese Weise wurden je 50 Ltr. B-Produkt (Benzin + Mittel81) mit den Anilinpunkten 48, 45, 43, 38 und 31 hergestellt. Die Sammelprodukte wurden zerlegt in Benzin -150°C und B-Mittel81. Die Ergebnisse der Untersuchungen der 8376-Abstreifer, Benzine und B-Mittel81e befinden sich auf Tabelle I. Nach Beendigung dieser Versuche wurde die Temperatur nochmals auf 22,5 MV wie zu Beginn des Versuches eingestellt, um zu sehen, ob die Aktivität des Kontaktes gelitten hat. Es wurden folgende Ergebnisse erhalten:

	Beginn (April)	Ende (August)
Anilinpunkt Gesamtanfall	49°C	45°C
Anilinpunkt B-Mittel81	49°C	46°C
Phenolgehalt B-Mittel81	0,03 %	0,01 %
Basenzahl B-Mittel81	1,4 mg/l	92 mg/l
	8,2 mg/l	36 mg/l

Die Hydrieraktivität des Kontaktes hatte nur wenig (von 49 auf 46) nachgelassen. Die Phenolreduktion war nach wie vor ausgezeichnet (0,01 %). Die Fähigkeit des Kontaktes, den Stickstoff aus dem Öl zu  $NH_3$  zu hydrieren, hatte aber so erheblich nachgelassen (von Basenzahl ca. 5 auf über 30), dass das B-Mittel81 kaum mehr für die 6434-Benzinierung geeignet sein dürfte.

Nach weiterer 14-tägiger Betriebszeit mit 600 at-B-Produkt aus Primärbitumen wurde wiederum mit P 1271 bei 22,5 MV nur mehr B-Mittel81-Anilinpunkt 36 bei 0,06 % Phenolen und Basenzahl 34,7 erhalten. In dieser 14-Tage-Periode war also auch die Hydrieraktivität des Kontaktes geschädigt worden.

Der Kontakt wurde nun mit Luft  $N_2$ -Gemisch abgebrannt und mit einer Mischung aus Cyclohexan und Schwefelkohlenstoff bei 250 at  $H_2$  und 22,5 MV geschwefelt. Mit dem so regenerierten Kontakt wurde auf P 1271 bei 22,5 MV B-Mittel81 mit Anilinpunkt 43, 0,01 % Phenolen und Basenzahl 10,4 erhalten. Der regenerierte Kontakt ist frischer also nicht gleichwertig. Die gesamten Ergebnisse mit P 1271 bei 22,5 MV gibt folgende Übersicht:

794

3

	Beginn des Versuches (Frischkontakt)	Ende des Versuches	Nach der Periode mit B-Produkt aus Primärbitumen	Nach der Regeneration
Datum 1942	27.4.	17.8.	31.8.	6.9.
Anilinpunkt Abstreifer	49	45	36	42
" B-Mittelöl	49	46	36	43
Phenole B-Mittelöl	0,05	0,01	0,06	0,01
Basenzahl B-Mittelöl	4,8	36,0	34,7	10,4

Die B-Mittelöle wurden dann jeweils in einem Versuch im 50 cm-Ofen benziniert. Der 6434-Kontakt für alle 5 Versuche wurde aus einer Flasche entnommen, sodass gleichbleibende Kontaktaktivität für alle 6434-Versuche gewährleistet ist. Bei der Benziniierung wurden wiederum alle Bedingungen bis auf die Temperatur konstant gehalten. Diese wurde so gewählt, dass im Abstreifer ca. 50 % Benzol und 50 % bis 100 °C siedende Anteile enthalten waren, jedoch nicht über 22,5 MV hinaus gesteigert. Die übrigen Bedingungen waren: Kontakt: 6434 T Pillen, Druck 250 at H<sub>2</sub>, Durchsatz 1,5 kg/l/h, 2,7 ehm Gas/kg Öl. Zusatz von 0,75 % CS<sub>2</sub> zum Öl. Nach jeweils ca. 5 Tagen Versuchsdauer wurde das 6434-C-Mittelöl zurückgeführt. Unter diesen Bedingungen wurde dann die grosse Benzoluntersuchung durchgeführt. Die Ergebnisse der Benziniierungsversuche befinden sich auf Tabelle II.

Auf Tabelle III sind nochmals die wichtigsten Zahlen aus Vorhydrierung und Benziniierung angeführt sowie die Untersuchung der Fertighbenzine (= der Mischungen der Benzine aus Vorhydrierungs- und Benziniierungsstufe.)

2.) Diskussion der Ergebnisse auf Tabellen I bis III.

Auf Tabelle I fällt folgendes auf (vgl. hierzu Kurvenblatt II):

- 1.) Die Hydrierwirkung des Kontaktes ist oberhalb 21 MV ziemlich wenig, unterhalb 21 MV stark temperaturabhängig. Es ist anzunehmen, dass das Hydriermaximum ähnlich wie beim Kontakt 7846 Mo (vgl. Zusammenstellung 191051, Gth. v. 8. 1941) bei 22,5 MV oder knapp darüber liegt. Entsprechend dem fallenden Anilinpunkt des B-Mittelöls steigen spezifisches Gewicht, Phenolgehalt, und Basenzahl des B-Mittelöls mit sinkender Temperatur, was starkes Absinken der Benziniierbarkeit des B-Mittelöls mit fallender Vorhydrierungstemperatur bedingt. Ein B-Mittelöl-Anilinpunkt von 46-47 °C kann eben noch als ausreichend betrachtet werden, um ein über 6434 verarbeitbares Produkt zu erhalten.
- 2.) Die Unterschiede in der Siedekurve bzw. im Benzolgehalt des Abstreifers beruhen nur auf der Verwendung verschiedener Chargen P 1271, ebenso die Unterschiede in den Benzinsiedekurven.

- 3.) Der Anilinpunkt und damit die Zusammensetzung des Benzins ist nur sehr wenig von der Vorhydrierstemperatur abhängig, jedenfalls viel weniger als der Anilinpunkt des Mittelöls.
- 4.) Die Oktanzahlen sind im wesentlichen durch die Siedekurve des Vorhydrierbensins bestimmt; die geringen Unterschiede in der Zusammensetzung sind auf die Oktanzahl praktisch ohne Einfluss.

zu Tabelle II ist zu bemerken:

- 1.) Die Abhängigkeit der Benzinsierbarkeit vom B-Mittelöl-Anilinpunkt wurde schon bei Tabelle I unter 1.) diskutiert.
- 2.) Die Benzine (bis auf das aus dem B-Mittelöl mit Anilinpunkt 32) wurden auf etwa gleiche Siedekurve gestellt.
- 3.) Die Zusammensetzung des 6434-Benzins ist vom Aufhydrationsgrad des B-Mittelöls in der Weise abhängig, dass mit sinkendem B-Mittelöl-Anilinpunkt im wesentlichen die Aromaten auf Kosten der Paraffine zunehmen.
- 4.) Auf die Grundoktanzahl haben die unter 3 beschriebenen Verschiedenheiten der Benzinszusammensetzung keinen Einfluss, wohl aber auf die Bleiempfindlichkeit, die mit steigendem Aromatengehalt der Benzine (2 auf 20 %) von 19,6 auf 14,3 sinkt.
- 5.) Der 6434-C-Mittelöl-Anilinpunkt liegt jeweils um 2 bis 3 Punkte höher als der Anilinpunkt des 6434-Frischprodukts (=8376-B-Mittelöls).
- 6.) Bemerkenswert ist, dass das B-Mittelöl mit Anilinpunkt 50 sich zwar, wie erwartet, schlecht, aber ohne merkliches Abklingen der 6434-Aktivität benzinsieren liess.

Auf Tabelle III ist wichtig (vgl. hierzu Kurvenblatt III):

- 1.) Vergleichend diskutierbar sind nur die ersten 4 Benzine. Das fünfte fällt in der Siedekurve stark heraus.
- 2.) Die Zusammensetzung der Benzine ändert sich ähnlich wie die der Benzine auf Tabelle II. (s.o.)
- 3.) Auch hier ist höchstens ein minimaler Einfluss der Zusammensetzung auf die Grund-Oktanzahl festzustellen, vermutlich, weil hier die Paraffine ähnlich gute Oktanzahlen haben wie die Aromaten. Die Höhe der Oktanzahl der Benzine ist im wesentlichen eine Funktion ihrer Siedekurve ( $\% - 100^\circ \text{C}$ ). Von wesentlichem Einfluss hingegen ist die Zusammensetzung der Benzine auf die Bleiempfindlichkeit derselben.
- 4.) In dem technisch wichtigen Gebiet zwischen B-Mittelöl-Anilinpunkt 50 und 46, wo die Benzinsierbarkeit der Mittelöle sehr gut bis genügend ist, ist die Abhängigkeit der Zusammensetzung, Grund-Oktanzahl und Bleiempfindlichkeit der Fertigenzine vom B-Mittelöl-Anilinpunkt ausser-



Tabelle J.

797

Vorhydrierung. Kontakt 8376, 250 at, Durchsatz 0,8, Steinkohle-  
Verflüssigungsmittel 181

Temperatur MV/°C	22,5/434	21,2/411	20,9/407	20,5/400	20,2/395
Anfalls spez. Gewicht	0,847	0,865	0,870	0,874	0,880
Anilinpunkt	48	45	43	38	31
S.B.	110	122	127	130	130
% -150°	8	7	3	4	3
% -180°	19	16	14	12	13
% -225°	44	25	33	34	31
S.E.	310/98	313/98	319/98	310/98	315/98
Beginn: % in Anfall	15,5	9,6	12,2	11,0	11,0
spez. Gewicht	0,776	0,775	0,775	0,778	0,780
A.P. I/II	39/42	37/42	37/41	36/42	38/41
S.B.	85	90	88	95	92
% -100°	27	17	22	12	13
S.E.	150/98	150/98	15/98	150/98	167/99
% Paraffine	6	6	4	6	4
Naphthene	90	88	89	86	83
Aromaten	3	6	6	7	9
Ungesättigte	1	0	1	1	1
O.Z.Nat./M.O.12	70,0/87,5	69,5/87,0	71,0/87,0	68,0/84,5	68,5/85,0
Jodzahl	0,7	4,3	8,4	2,4	6,5
B-Mittelöl, % in Anfall	84,5	90,4	87,8	89,0	89,0
spez. Gewicht	0,866	0,876	0,877	0,883	0,893
A.P.	50	47	46	39	32
S.B.	180	155	164	177	179
% -225°	39	29	27	24	24
% -300°	97	93	93	94	92
S.E.	313/99	320/98	311/99	312/99	318/99
% Phenolgehalt	0,07	0,04	0,01	0,20	0,90
Basenzahl	7,3	11,6	3,2	39,9	217,8
Benzinierbarkeit	62	33	33	21	5
Ofen/Blatt	1/4608	1/4608	1/4608	1/4608	1/4608
Datum 1942	24.4.-12.5.	19.5.-4.6.	6.-28.6.	2.-22.7.	25.7.-11.8.
Betriebsstunden von	1	580	990	1640	2140
bis	430	970	1560	2090	2570
Basenzahlen von einzelnen Tagen:	1,4; 8,2	6,0	4,8; 7,1	84,1	-

ordentlich gering. Es ist anzunehmen, dass auch bis zu B-Mittelst-  
allingsart 42 herunter nur sehr geringe Abhängigkeiten bestehen.

Tabelle II.

Benzinierungen, Kat. 64, 250 at, Durchsatz 1,5<sub>0</sub>+B-Mittelöle von Tab. I.

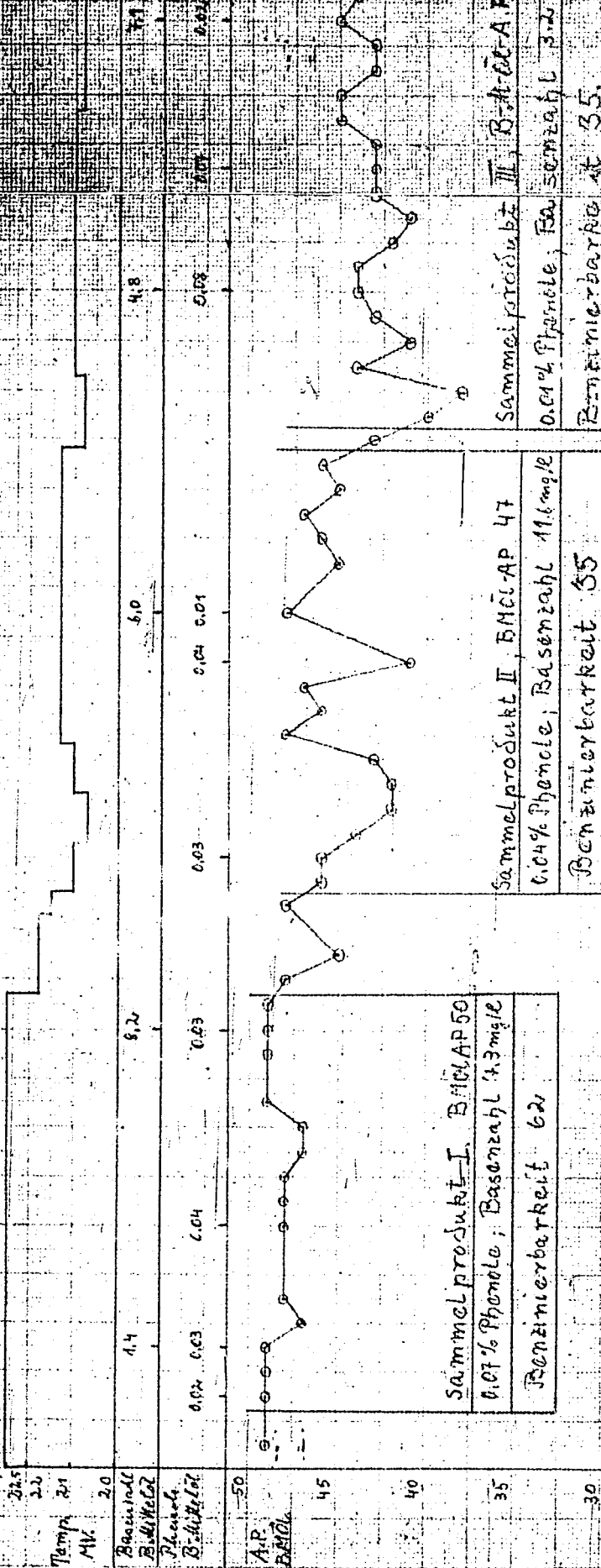
Anilinpunkt des B-Mittelöls	50	47	46	39	32
B.o. des B-Mittelöls	7 <sub>3</sub>	11 <sub>6</sub>	3 <sub>2</sub>	65 <sub>8</sub>	217 <sub>8</sub>
Temperatur NV/°C	19,5/382	21,0/408	21/408	22/425	22,05/434
spez. Gewicht Abstr.	0,757	0,760	0,760	0,780	0,850
% -150° unstab.	62	60	59	51	15
Benzinierbarkeit	62	35	35	21	5
stabilisiertes Benzin					
% in Abstreifer	56	52	55	45	15
Leistung	0,75	0,69	0,75	0,62	0,21
Vergasung	22 <sub>0</sub>	24 <sub>6</sub>	18 <sub>1</sub>	24 <sub>5</sub>	7 <sub>1</sub>
spez. Gewicht	0,730	0,727	0,725	0,744	0,770
Anilinpunkt I/II	52/53	51/54	50/53	43/52	32/49
B.o.	55	45	55	60	71
% -70° C	11	13	5	5	0
100° C	56	61	52	56	37
150° C	97	98	93	99	92
B.H.	151/98	150/98	158/97	150/99	160/96
% Paraffine	43	43	40	34	23
Naphthene	54	52	55	53	56
Aromaten	2	4	4	10	20
Ungesättigte	1	1	1	3	1
O.Z. Motor	74 <sub>1</sub>	74 <sub>3</sub>	74 <sub>1</sub>	73 <sub>8</sub>	71 <sub>2</sub>
M. + O.2. Pb	93 <sub>7</sub>	92 <sub>2</sub>	90 <sub>8</sub>	88 <sub>3</sub>	ca. 85,5
Jodsahl	0 <sub>8</sub>	2 <sub>2</sub>	0 <sub>6</sub>	23,29	3 <sub>2</sub>
G-Mittelöl; Anilinpunkt	53	49	43	41	34
Siedeende	275	305	300	289	293
Abklingen	ohne	ohne	ohne	ohne	stark
Öfen / Datum 1942	2 / 24.5.	5 / 21.6.	13 / 12.7.	4 / 3.8.	3 / 18.8.
Blatt	4645	4684	4715	4737	4766
Betriebsstunden	220	283	254	237	156

Tabelle III.

Fertigbensine (Mischungen aus 8376- und 6434-Bensin).

Vorhydrier-Temp. MV	22,5/434	21,2/411	20,9/407	20,5/400	20,0/392
% Bensin im 8376-Anfall	15,5	9,6	12,2	11,0	11,0
B-Mittel81-Anilinpunkt	50	47	46	39	32
Basenzahl des B-Mittel81a	7,3	11,6	3,2	63,9	217,8
6434-Temperatur	19,5/382	21,0/408	21,0/408	22,0/425	22,5/434
Bensinierbarkeit des B-Mittel81a	62	33	35	21	5
Mischung:					
Teile 8376-Bensin	20	12	15	13	13
Teile 6434-Bensin	80	88	85	87	87
<u>Fertigbensine</u>					
rel. Gewicht	0,738	0,730	0,740	0,750	0,771
Anilinpunkt I/II	50/51	50/52	48/51	42/51	32/48
N.B.	50	48	58	57	75
% -70°	3	10	2	2	0
100°	52	58	48	50	34
150°	98	98	93	98	92
N.E.	150/98	150/99	160/97	150/98	160/98
% Paraffine	34	38	36	31	21
Naphthene	63	58	59	56	60
Aromaten	2	3	4	10	18
Ungesättigte	1	1	1	3	1
Jodzahl	0,8	2,2	2,1	18,6	3,5
O.Z. Motor	73,2	74,0	72,0	73,3	70,8
Motor + 0,12 Pb	92,6	91,7	90,2	86,8	88,85,5
Bleiemfindlichkeit	19,4	17,7	18,3	13,5	14,7

Versuchsverlauf der Verflüssigung von Pfl. auf verschiedene Anilimpunkte.

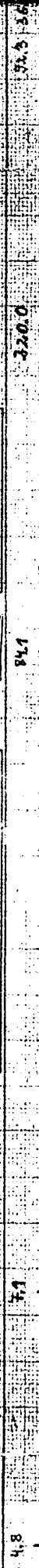


W. Voßmann, Chemisch-technische Anstalt, Gesellschaft für Anilinfabrikation a. Rhein

München, 24.9.92

Kohlenstoff I.

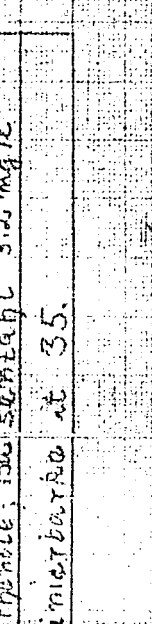
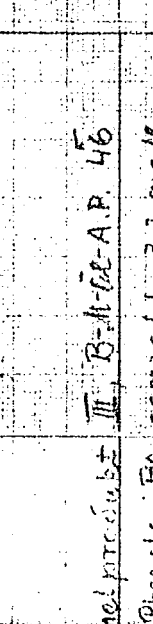
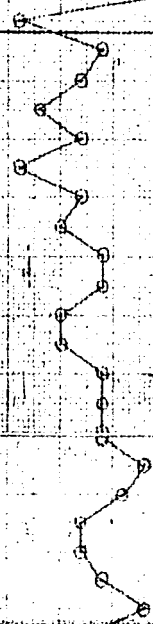
4.8 4.9 4.91 4.95 4.96 4.97 4.98 4.99 5.00 5.01 5.02 5.03 5.04 5.05 5.06 5.07 5.08 5.09 5.10 5.11 5.12 5.13 5.14 5.15 5.16 5.17 5.18 5.19 5.20 5.21 5.22 5.23 5.24 5.25 5.26 5.27 5.28 5.29 5.30 5.31 5.32 5.33 5.34 5.35 5.36 5.37 5.38 5.39 5.40 5.41 5.42 5.43 5.44 5.45 5.46 5.47 5.48 5.49 5.50 5.51 5.52 5.53 5.54 5.55 5.56 5.57 5.58 5.59 5.60 5.61 5.62 5.63 5.64 5.65 5.66 5.67 5.68 5.69 5.70 5.71 5.72 5.73 5.74 5.75 5.76 5.77 5.78 5.79 5.80 5.81 5.82 5.83 5.84 5.85 5.86 5.87 5.88 5.89 5.90 5.91 5.92 5.93 5.94 5.95 5.96 5.97 5.98 5.99 6.00

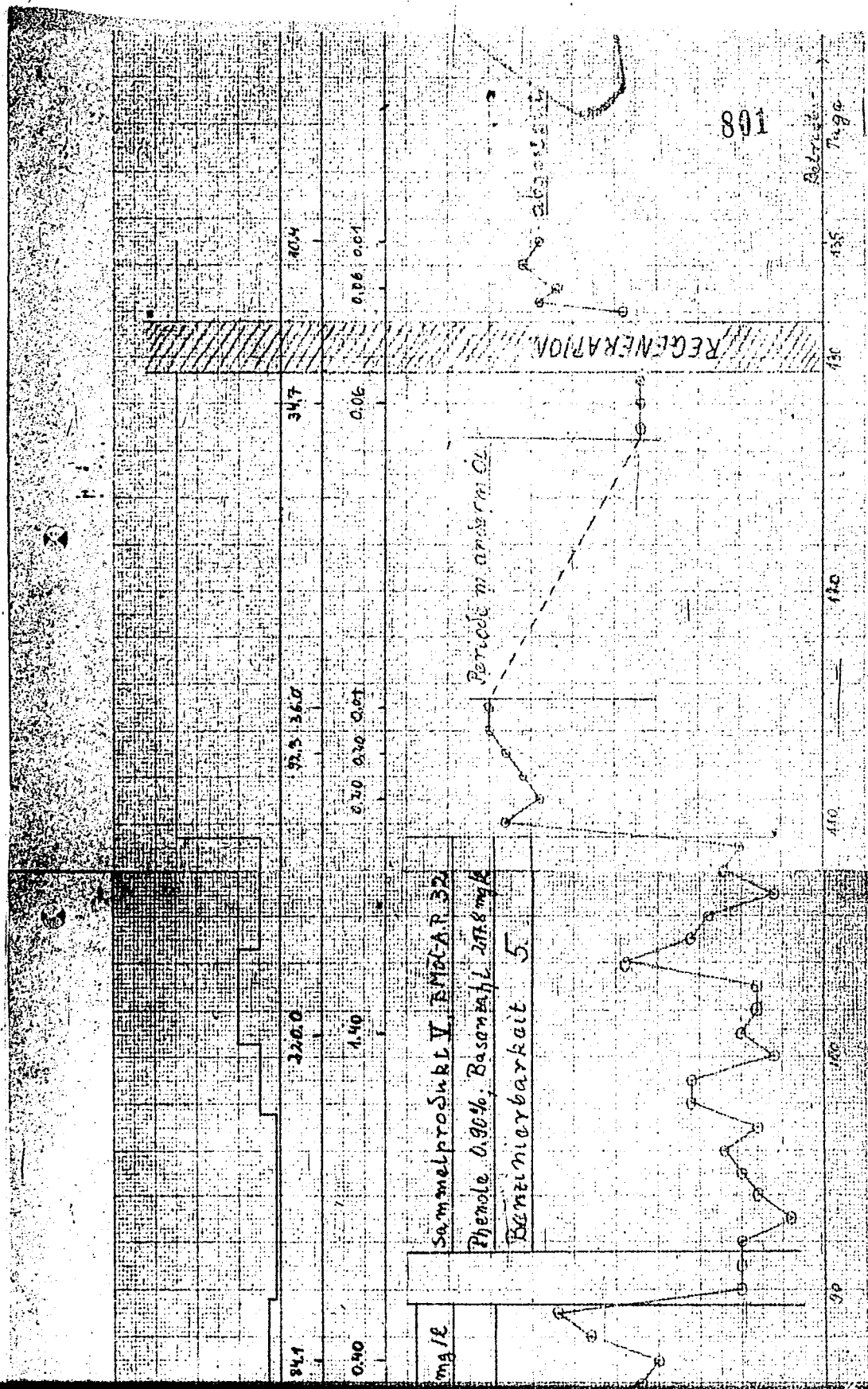


Sammelprodukte IV, B-MCL-AP. 39  
Phenole 0.20%; Basenzahl 65.8 mg/l  
Benzinierbarkeit 21.

Sammelprodukte V, B-MCL-AP. 32  
Phenole 0.30%; Basenzahl 207.8 mg/l  
Benzinierbarkeit 5.

Sammelprodukte III, B-MCL-AP. 46  
Phenole; Basenzahl 3.20 mg/l  
Benzinierbarkeit 35.





108

Bedruckt  
T. 90

4.8

0.08

melproben  
 Phenole; i  
 mierbar

50

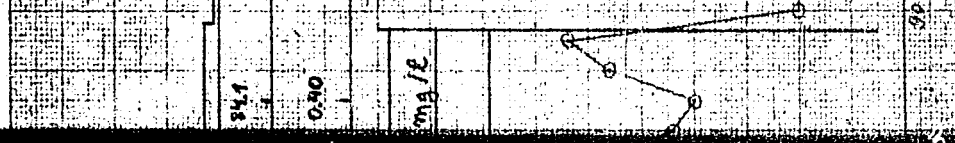
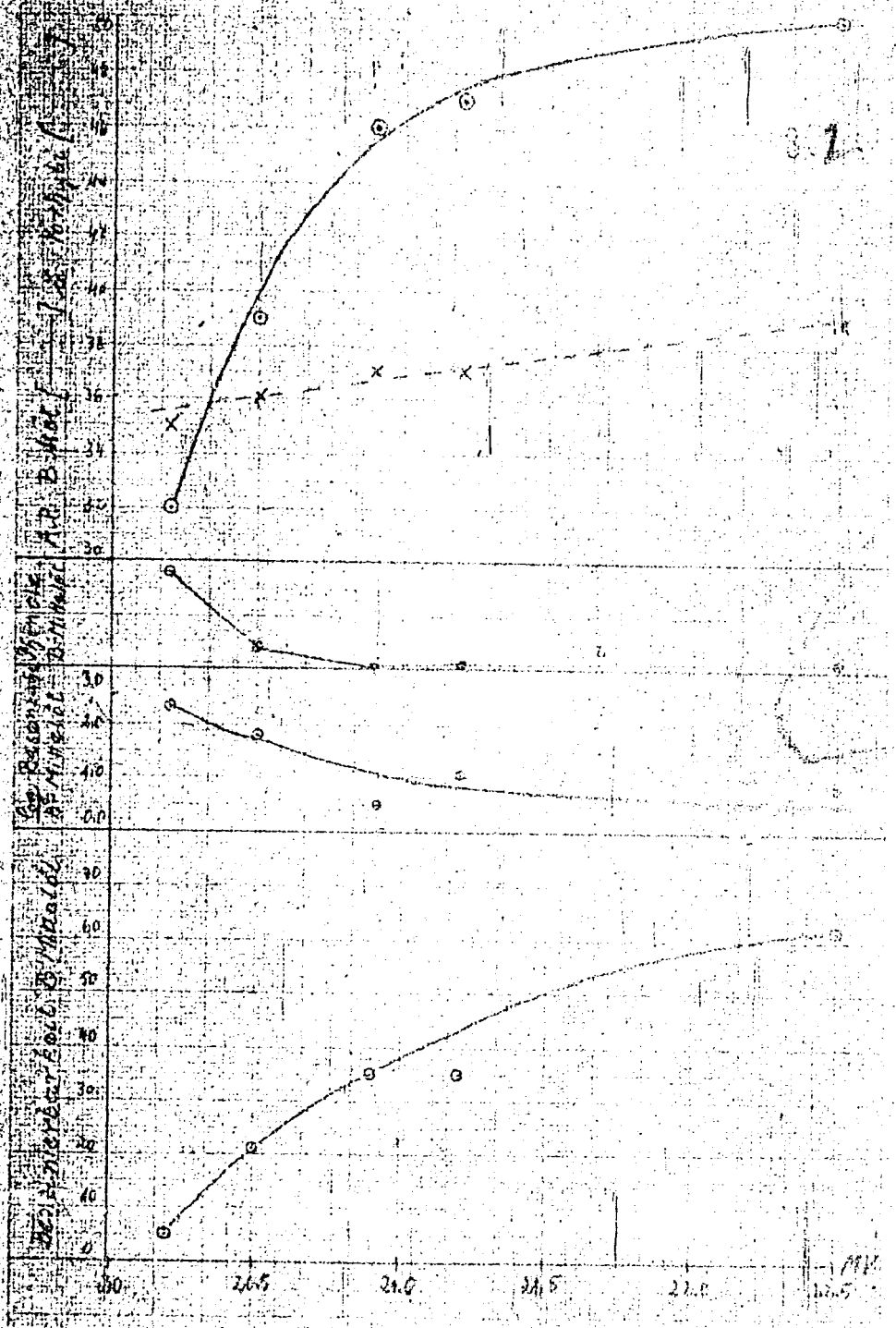


Diagramm I: Verhydrung von Stk-katal-Abe über Kat. 2376 bei versch. Temperaturen.

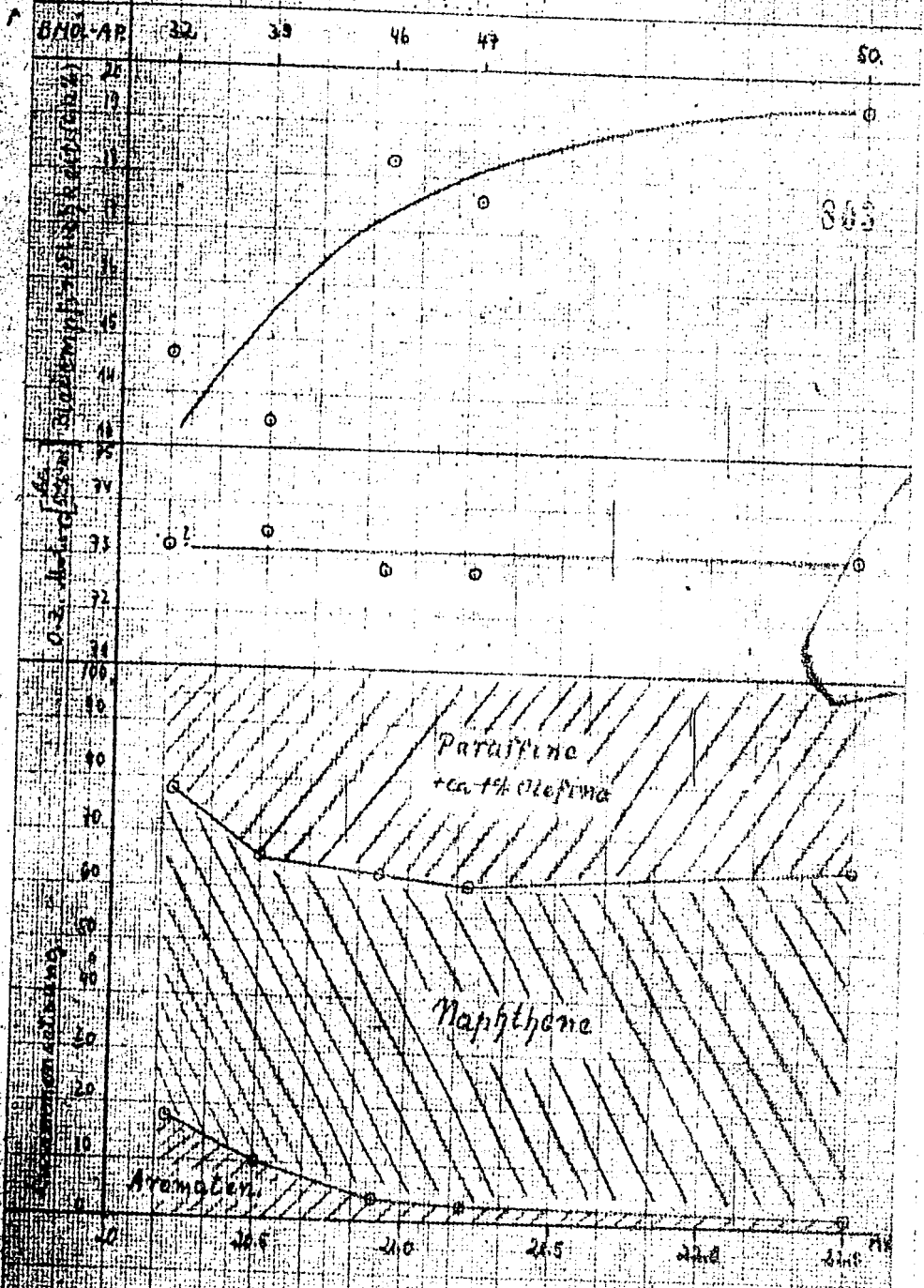


7.10.1912

Müller 2. 1912



Kohlenstoff-Äquivalent der Fettlegensätze (Mischung 8376/4434)  
 aus Stk. Kopl. Mol bei versch. Vorhydr-Temperaturen



Industrie-Aktiengesellschaft  
 Ludwigshafen a. Rhein.

Heinrich 22.12.

TITLE PAGE

3. Einsatz des Tonerde - W -Ni- Vorhydrogenation-Kontaktes 8376 (= 7846 W 250) für verschiedene Produkte.  
Use of the alumina-W-Ni prehydrogenation catalysts 8376 (= 7846W250) for various raw materials.

Frame Nos. 804 - 807

804 8. September 1942. Gth/Ou

107  
H. J. Peters  
St. L.  
3. RT

(3) Einsatz des Tonerde - W - Ni - Vorhydrier-Kontaktes  
8376 (= 7846 W 250) für verschiedene Produkte. x)

Teil Ia : Scholvener Sumpf-Benzin und -Mittelöl<sup>x)</sup>

Zusammenfassung:

Die Mitverarbeitung des Sumpfbenzins bei der 8376/6434 -  
Verarbeitung von Steinkohle-Verflüssigungs-Mittelöl wirkt sich  
gegenüber der Verarbeitung von Sumpfmittelöl allein in folgen-  
den Punkten aus:

1. In der Vorhydrierung fällt doppelt so viel Benzin an.
2. Das Vorhydrierbenzin enthält mehr (12% statt 4%) Paraffine,  
ist im Gansen aber noch als weitgehend naphthenisch anzu-  
sprechen. Es hat schlechtere Oktanzahlen.
3. Die Qualität des B-Mittelöls sowie des daraus hergestellten  
6434-Benzins bleibt unverändert.
4. Das Fertigbenzin (Mischbenzin aus 8376- und 6434-Stufe)  
enthält mehr Vorhydrierbenzin (32 gegenüber 17%) und hat  
daher bei niedrigerem Paraffingehalt eine um ca. 2 Punkte  
schlechtere Klopfzahl.

gez. Günther

Versuche gemeinsam mit:

Dr. Peters  
" Graßl  
D. Ch. Trojinow

Untersuchungen:

Dr. Dehn  
" Fürst  
" Meier  
" Wittmann

x) vergl. Teil I: Scholvener B-Mittelöle ohne S-Benzin, 19 5891, Nov. 41.

1057957

In Bericht 19 5891 vom 27.11.41 wurden die Ergebnisse von Versuchen der 8376/6434-Verarbeitung der Scholvener Mittelöle (P 1271 und P 1468) mitgeteilt. In einem weiteren Versuch wurde nun das bensinhaltige Ausgangsprodukt der Scholvener Gasphase (P 1421) ebenfalls über 8376/6434 verarbeitet.

Das P 1421 unterscheidet sich von P 1271 nur durch seinen zusätzlichen Benzingealt. In den vergleichbaren Fraktionen hat das P 1421 dieselben A.P. und spez. Gewichte wie das P 1271. Der zusätzliche Benzanteil des P 1421 bedingt natürlich Unterschiede im spez. Gewicht, A.P., Phenolgehalt, Wasserstoffgehalt zwischen den Gesamtprodukten P 1421 und P 1271. Die Analysen der beiden Produkte sowie charakteristische Daten einiger Fraktionen daraus befinden sich auf Tabelle I.

Das P 1421 wurde im 200 ccm-Ofen (Ofen 19 vom 7. bis 22.7.42, Blatt 4718) bei 250 at und 22,5 MV mit Durchsatz 0,8 über Kontakt 8376 vorhydriert. Die Ergebnisse (und zum Vergleich dazu die eines früheren Versuches mit P 1271) befinden sich auf Tabelle II. Der Kontakt war offenbar etwas weniger aktiv als der für die P 1271-Hydrierung verwendete. Während mit P 1271 A.P. 62 im B-Mittelöl erreicht wurde, wurde hier nur A.P. 46 erreicht. Die N-Raffination war aber nicht erkennbar schlechter als beim P 1271. Infolge des Benzingerhaltes des Ausgangsproduktes enthält der Abstreifer naturgemäß mehr Benzin (27,5 gegen 13,5%). Dieses Benzin, von dem etwa die Hälfte durch Raffination aus dem eingesetzten Benzin, der Rest durch Hydrierung O- und N-haltiger Verbindungen des Mittelöl-Siedebereiches entstanden sein dürfte, enthält wesentlich mehr Paraffine (12%) als das aus reinem Mittelöl entstehende Benzin (4%). Trotzdem ist es mit 82% noch sehr naphthenreich. Weiterhin enthält es wesentlich mehr tiefsiedende Anteile (bis 100°C), hat aber trotzdem eine schlechtere Klopfzahl. Das aus dem Sumpfbenzin allein durch Druckhydrierung entstehende Benzin hat also vermutlich ziemlich schlechte Klopf Eigenschaften.

Die über 150°C siedenden Anteile des Vorhydrierungs-Abstreifers wurden im 50 ccm-Ofen (Ofen 10 vom August 1942, Blatt 4746) über Kontakt 6434 bei 250 at mit Durchsatz 1,5 benziniert. Zur Erreichung von 50% Benzin bis 150°C war die ziemlich hohe Temperatur von 20,5 MV = 400°C erforderlich. Die Vergasung war dabei mit 25,4 auch ziemlich hoch. Bei Aufhydrierung des Mittelöls in der 8376-Stufe auf einen um 1-2° höheren A.P. wären die Ergebnisse sicherlich wesentlich besser geworden.

Die 6434-Benzine aus den P 1421 bzw. P 1271 -B-Mittelölen unterscheiden sich im A.P. nur sehr wenig, in den Oktanzahlen praktisch gar nicht mehr. (Tabelle III).

In den Fertighbenzinen (8376+6434-Stufe) aus P 1421 und P 1271 bestehen allerdings größere Unterschiede (ebenfalls Tabelle III). Das Fertighbenzin aus P 1421 enthält 32%, das aus P 1271 nur 17% Vorhydrierbenzin. Dies wirkt sich insbesondere dahingehend aus, dass das P 1421-Benzin nur 29% Paraffine gegenüber 35% im P 1271-Benzin enthält: x)

Trotz dieses niedrigeren Paraffingehalts des P 1421-Fertighbenzins hat dieses schlechtere Klopf Eigenschaften als das P 1271-Fertighbenzin, obgleich es (zufälligerweise) auch in der Siedekurve noch günstiger liegt. Bei Umschätzung auf gleiche Siedekurve dürfte der Unterschied in den O.Z. der P 1421- und P 1271-Fertighbenzine sogar 2 bis 2,5 Punkte zugunsten des P 1271-Fertighbenzins (stragen.

Anlagen: 3 Tabellen.

x) Der höhere Aromatengehalt des P 1421-Benzins ist hingegen nicht durch die Ausgangsprodukte, sondern durch den niedrigeren Hydrierungsgrad in der 8376-Stufe beim Versuch mit P 1421 gegenüber dem Versuch mit P 1271 bedingt.

Tabelle I: Ausgangsprodukte

806

Produkt	P 1421 - 325 <sup>o</sup> C vom 6.7.42	P 1271 - 325 <sup>o</sup> C vom 5.7.41
spez.Gewicht	0,933	0,970
A.P. <sup>o</sup> C	-10,0	-23,0
Siedebeginn <sup>o</sup> C	72	184
% - 150 <sup>o</sup> C	13	-
% - 180 "	20	-
% - 225 "	41	24
% - 300 "	80	70
% - 325 "	94	96
Siedende <sup>o</sup> C/%	332 <sup>o</sup> /98	333 <sup>o</sup> /99
Phenolgehalt	14,9	18,5
Jodzahl	56,5	-
Elementar-Analyse:		
% C	87,15	86,20
% H	9,45	9,01
% O	2,82	3,89
% N	0,52	0,76
% S	0,05	0,07
H/100 C	10,64	10,46
H disp. /100 C	10,30	9,69
spez.Gew./A.P.		
Frakt. 110-140 <sup>o</sup> C	0,762/ +29,5	- / -
150-180 "	0,811/ +15,5	- / -
180-210 "	0,855/ + 3,0	- / -
210-230 "	0,886/ - 8,0	0,892 / -8,0
240-270 "	0,942/ -22,0	0,940 / -26,0
280-310 "	0,933/ -33,0	0,980 / -29,0
entphenoliert:		
spez.Gewicht	0,915	0,936
A.P.	-11	-22,5

Tabelle II: Vorhydrierungen.

807

Produkt	P 1421 (mit S-Bi)	P 1271 (ohne S-Bi)
Druck atm	250	250
Temperatur °C/MV	434°/22,5	434/ 22,5
Durchsatz kg/Ltr.u.Std.	0,8	0,8
ohn Gas /kg Öl	3,0	3,0
Schwefelzusatz % GS2	0,4	0,4
<b>Anfall:</b>		
spez.Gew.	0,832	0,846
A.P.	43	50
Phenolgehalt	unter 0,02	unter 0,02
Siedebeginn °C	90	110
% - 150°	27	12
% - 180 "	39	23
% - 225 "	60	47
Siedende °C/%	305°/90	312°/98
% Vergasg./Einspr.	2,5	ca. 1,5
<b>Benzin:</b>		
% im Anfall	27,5/150°	13,5/150°
spez.Gew.	0,757	0,769
A.P. I/II	41/44	38/41
Siedebeginn	75°	85°
%-100°C	56	34
Siedende	144°/98	150°/98
% Paraffine	12	4
% Naphthene	82	92
% Aromaten	4	3
% Ungesättigte	2	1
O.Z.Mot.Meth.	69	71
" +0,12% Pb	85,5	-
<b>B-Mittelöl:</b>		
% im Anfall	72,5 > 150°	66,5 > 150°
spez.Gew.	0,866	0,861
A.P.	46	52
Phenolgehalt	0,07	u. 0,02
Basenzahl	7,5	3,5
Siedende °C/%	315°/99	315°/99
Benzinierbarkeit	35 (50/20,5)	79 (66% - 19MV)
Vorhydr. Ofen/Dat. Blatt	19/ 7.-22.7.42 4718	1/ 19.-28.8.41 4208a
Bemerkungen	ohne Abklingen	ohne Abklingen

Tabelle III: Benziniierungen sowie Fertigbenzine

Einspritzprodukt	P 1421-8376-B-Mittelöl > 150° v. Ofen 19 v. 7.7.-22.7.42		P 1271-8376-B-Mittelöl > 150° v. Ofen 1 v. 19.8.-28.8.41	
	Benziniierung	Fertigbenzin	Benziniierung	Fertigbenzin
Kontakt	6434	-	6434	-
Druck atm	250	-	250	-
Temperatur °C	400	-	374	-
Durchsatz kg/Ltr/Std.	1,5	-	1,5	-
Gas : Öl cbm/kg	2,7	-	2,7	-
Mischung Vorhydr. Bi : 6434-Bi	-	32 : 68	-	17 : 83
spez. Gew. Abstreifer	0,773	-	0,748	-
Benzinkon. 150° unstab.	50	-	66	-
Benzinierbarkeit	35	-	79	-
Bi-Konz. stabilisiert	45	-	64	-
Bi-Leistg. "	0,61	-	0,85	-
Vergasung "	25,4	-	19,6	-
<b>B e n z i n :</b>				
spez. Gew.	0,727	0,737	0,731	0,739
A.P. I/II	48/53	46/49	51/54	49/51
Siedebeginn °C	51	56	57	63
% - 70° C	13	7	7	3
% - 100 "	60	61	54	50
% - 150 "	-	-	97	98
Siedeende °C/%	145°/98	144°/98	151°/99	150°/98
% Paraffine	41	29	43	35
% Naphthene	53	65	52	62
% Aromaten	6	5	4	2
% Ungesättigte	0	1	1	1
O.S. Mot. Meth.	74,5	72,0	74,0	73,5
" + 0,12% Pb.	90,5	89,0	ca. 92,5	90,0
<b>C-Mittelöl:</b>				
spez. Gew.	0,830	-	0,838	-
A.P.	46	-	51	-
Siedeende	275°/99	-	282°/99	-
Ofen / Datum	10/4.8.42	-	3 / 10.9.41	-
Betriebsstunden	190	-	245	-
Ofenblatt	4746	-	4237	-



TITLE PAGE

4. Versuch der Verarbeitung von 7019-B  
Mittelöl aus Scholven über 8376-6434  
auf 87en Kraftstoff.  
Attempt to treat 7019-B-middle  
oil Scholven over 8376/6434 for  
87 O.N. motor fuel.

Frame Nos. 808 - 811

Hochdruckversuche  
Ia 558.

101

Dr. Meier  
Dr. Fürst  
Dr. Dehn  
Dr. Peters

18. Juni 1942. 838 Gth/La.

4. Versuch der Verarbeitung von 7019-B Mittelöl aus Scholven über 8376-6434 auf 87er Kraftstoff.

- 1.) Aus Grund der guten Ergebnisse bei der Verarbeitung von IHD-Rückstand aus rumänischem Benzin über 8376/6434 wurde ein ähnlicher Versuch mit Scholvener 7019-B-Mittelöl unternommen. Das 7019-B-Mittelöl mit Anilinpunkt  $+5^{\circ}\text{C}$  wurde dabei über Kontakt 8376 auf  $+5^{\circ}\text{C}$  hydriert und der mit einprozentiger Schwefelsäure gewaschene 8376-Abstreifer über Kontakt 6434 benziniert.
- 2.) Die Raffination in der 8376-Stufe war nicht ausreichend. Infolgedessen musste die Benziniierung bei der sehr hohen Temperatur von  $22,5\text{ MV} = 434^{\circ}\text{C}$  vorgenommen werden.
- 3.) Das 8376-Produkt aus dem Scholvener 7019-B Mittelöl spaltete hierbei vorwiegend zu leichtsiedenden Benzinanteilen (und Gas). Das erzeugte Benzin mit Endpunkt  $155^{\circ}\text{C}$ , 20 % Aromaten und 61 % bis  $100^{\circ}\text{C}$  siedenden Anteilen stellt einen hervorragenden 87er-Kraftstoff dar (Oktanahl Motor-Methode 76,5 mit 0,12 % Blei 91,5).

gez. Günther.

Gemeinsam mit

Dr. Peters	Dr. Dehn
Dr. Grassl	Dr. Fürst
Dr. Trofinow	Dr. Meier.

2041

Auf Grund der guten Ergebnisse, die bei der Verarbeitung von DHD-Rückstand aus rumänischem Erdöl über 8376/6434 erhalten worden waren (Bericht 203391, Gth 5.6.42) wurde ein ähnlicher Versuch mit dem 7019-B-Mittelöl aus Scholven (P 1497) unternommen.

Das 7019-B-Mittelöl wurde im 200 ccm-Ofen (Blatt 4573b) über einen Tonerde-W-Ni-Kontakt, der ausserdem noch etwas Vanadin enthielt (Kontakt 8689) bei 250 und 18 MV (350°C) mit Durchsatz 1,2 aufhydriert. Dem 7019-B-Mittelöl wurden 0,4 % Schwefelkohlenstoff zugesetzt. Der verwendete 8689-Kontakt gab bei der Vorhydrierung von Steinkohleverflüssigungsmittelöl etwa dieselben Ergebnisse wie normaler 8376. Das 7019-B-Mittelöl hat die Siedegrenzen 175-340°C, 50 %-Punkt bei 225°C und Anilinpunkt -5°C. Es enthält nur 0,02 % Phenole und hat eine ziemlich hohe Basenzahl (ca. 1 000 mg  $\text{NH}_3$ /l). Unter den oben angeführten Bedingungen war der Hydrierereffekt sehr gering; der Anilinpunkt des 8689-Abstreifers lag bei +4, die Basenzahl ging von 1000 auf etwa 20 (nach Wasserwäsche) zurück. In der gesamten Siedekurve war nur eine geringfügige Verschiebung zu leichtersiedenden Anteilen festzustellen. Das Siedende lag bei 320°C. Die Vergasung wurde zu 0,2 % bestimmt. Der Versuch lief 18 Tage, die Ergebnisse waren ziemlich konstant. Der Kontakt wurde vor und nach der Periode mit 7019-B-Mittelöl mit Steinkohleverflüssigung geprüft. Vorher wurde bei 21 MV (=408°C) Anilinpunkt 50 im B-Mittelöl erhalten, hinterher Anilinpunkt 43. Die Schädigung der Kontaktaktivität ist also in Anbetracht der kurzen Betriebszeit mit dem 7019-B-Mittelöl recht beträchtlich.

Der gesammelte 8689-Abstreifer wurde in Anbetracht seines starken Geruchs nach Ammoniak mit 10 % einprozentiger Schwefelsäure gewaschen. Die Basenzahl ging dadurch auf 12,8 mg  $\text{NH}_3$ /l zurück.

Der gewaschene Abstreifer wurde bei 250 at mit Durchsatz 1,5 über Kontakt 6434 benzinisiert. Selbst bei der hohen Temperatur von 22,5 MV (=434°C) wurden im Abstreifer nur 40 % Benzin -150°C erhalten (Benzinierbarkeit ca. 13). Das Benzin bis 150°C enthielt ca. 16 % Aromaten und hatte einen ausserordentlich hohen Gehalt an leicht siedenden Bestandteilen (ca. 70 % - 100°C). Die Vergasung war mit 29 % auf 150°-Benzin + Vergasung auch ziemlich hoch.

Für die grosse Untersuchung wurde aus dem 6434-Abstreifer 46 % eines Benzins bis 165°C herausgeschnitten. Dieses Benzin enthielt 20 % Aromaten und hatte (butanfrei!) immer noch 61 % bis 100°C siedende Anteile. Es hatte die guten Oktanzahlen 76,5 (Motor) und 91,5 (Motor + 0,12 Blei). Seine Jodzahl war mit 3,8 wesentlich höher als die von 8376/6434-Benzinen aus Steinkohleverflüssigung.

Der Versuch lief nur 4 Tage bei konstanter Temperatur, über Abklingen können infolgedessen keine Aussagen gemacht werden.

Auf der anliegenden Tabelle ist das Ergebnis des vorliegenden Versuches dem Ergebnis der Verarbeitung von DHD-Rückstand über 8376/6434 bei etwa gleichem B-Produkt-Anilinpunkt gegenübergestellt. Das B-Produkt aus dem DHD-Rückstand spaltet viel leichter und dabei auch viel mehr an höhersiedenden Benzinanteilen als das B-Produkt aus P 1497, was sich auch in der Vergasung ausdrückt. Infolge der

höheren Benzinsierungstemperatur enthält das Benzin aus dem P 1497-B-Produkt etwas mehr Aromaten; Infolgedessen hat es sogar noch eine höhere Klopfzahl als das Benzin aus dem DHD-Rückstand, wenn man es auf etwa gleiche % bis 100°C und damit um 15° höher abschneidet als dieses.

Das 8376/6434-Benzin stellt einen ausgezeichneten 67er-Kraftstoff dar. Als DHD-Ausgangsprodukt wäre es wegen seines hohen Gehaltes an Tiefsiedenden weniger geeignet, wenn für das Leichtbenzin keine andere Verwendung vorhanden wäre.

Reinigung von 8376-B-Produkten aus 7019-B-Mittelöl Scholven und DHD-Rückstand.

Ausgangsprodukt	PL497/7019-B-Mittelöl Scholven	PL505/7360 DHD-RH v. Ka 801	
6434-Einspritzprodukt	P 1497/8689-B-Produkt, mit 1%iger Schwefelsäure gewaschen.	DHD-RH/8376-B-Produkt, mit 1%iger Schwefelsäure gewaschen.	
Spez. Gewicht	0,888	0,870	
Anilinpunkt °C	+5,5	+10,5	
Siedegränzen	184-320	164-320	
Rechenzahl	12,8	1,4	
Kontakt	6434	6434	
Druck at	250	250	
Temperatur MV/°C	22,5/434	20,0/392	
Durchsatz kg/l/h	1,5	1,5	
Gas : Öl cbm/kg	2,7	2,7	
Spez. Gewicht	0,792	0,740	0,740
Brennkonzentration (stab)	46/165	68/170	47/145
Leistung	0,60	0,90	0,62
% Vergasung / B + V	23,2	18,3	25,6
Bezgl. spez. Gewicht	0,750	0,756	0,740
Anilinpunkt I/II	35/52	40/52	47/52
Siedebeginn	58	60	55
% - 70	8	4	8
% - 100	61	39	55
% - 150	94	83	60
Endpunkt	165/96	170/97	149/97
Jodzahl	3,8	-	0,1
Zusammensetzung			
% Paraffine	32	34	34
% Naphthene	47	50	55
% Aromaten	20	15	10
% Ungesättigte	1	1	1
O.Z. Not.	76,5	74,0	75,5
Not. + 0,12 Blei	91,5	90,0	91,5
Mittelöl spez. Gewicht	0,855	-	0,836
Anilinpunkt °C	25	-	25
Endpunkt °C	-	-	260
Ofen/Datum	3/13.5.42	11/29.3.42	11/29.3.42
Betriebsstunden	144	240	240
Ofenblatt	4633	4557	4557
Bemerkungen		vgl. auch Bericht 2033	

TITLE PAGE

5. Einsatz des Tonerde-W-Ni-Vorhydrier-  
kontaktes 8376 = 7846 W 250 für  
verschiedene Produkte.

Use of the alumina-W-Ni prehydro-  
genation catalysts 8376 (= 7846/250)  
for various raw materials.

Frame Nos. 812 -- 826

Hochdruckversuche  
La 558.

27. November 1941. Gth/Le.

107

812

*Handwritten signatures and initials*

5) Einsatz des Tonerde-W-Ni-Vorhydrierkontaktes  
8376 = 7846 W 250 für verschiedene Produkte<sup>1)</sup>

1. Teil: Scholvener a-Mittel-Öle.<sup>1)</sup>

Zusammenfassung.

- 1) Scholvener Steinkohle-Verflüssigungs-Mittelöl allein (P 1271) und in Mischung mit 30 % Steinkohlenteer-a-Mittelöl (P 1468) wurden über Kontakt 8376 vorhydriert und die B-Mittelöle benzinisiert.
- 2) Die Hydrierungen verliefen ohne jedes Kontaktabklingen und auch ohne Spaltung. Die Vorhydrierbenzine (-150°C) hatten Naphthengehalte über 90 % und enthielten nur 3 % Paraffine. Sie sind vermutlich vollständig durch Reduktion der Phenole des a-Mittelöls entstanden. Die B-Mittelöle waren sehr gut raffiniert und hatten wesentlich höhere Anilinpunkte als vergleichsweise 5058- oder 7846 oder 7846-W-150-B Mittelöle.
- 3) Die Benzinierbarkeit der B-Mittelöle war sehr gut. Die Unterschiede in den Anilinpunkten der einzelnen B-Mittelöle treten in den 6434-Benzinen nicht mehr sehr deutlich hervor. Ein Einfluss des B-Mittelöl-Hydrierungsgrades (gemessen am AP) besteht nicht in Bezug auf den Paraffingehalt der 6434-Benzine, wohl aber in Bezug auf das Aromaten-Naphthenverhältnis. Dieser Einfluss drückt sich in der O.Z. nicht erkennbar aus.
- 4) Einen wesentlichen Einfluss auf die O.Z. des Fertigenzins hat die Spaltung in der Vorhydrierstufe. Je höher diese ist, desto höher ist auch der Anteil des Vorhydrierbenzins im Fer-

1) Weitere Teile folgen für Steinkohlen-Teer-a-Mittelöl und Braunkohle-Verflüssigung Leuna, später wahrscheinlich noch für Mittelöl aus rheinischer Braunkohle.

795891

813

tigbenzin und desto niedriger die O.Z. des Fertigtensine. Das Vorhydrierbenzin hat nämlich in allen Fällen trotz meistens wesentlich höheren Aromatengehalts eine niedrigere O.Z. als das zugehörige 6434-Benzin. Dies wird besonders deutlich am Vergleich des 5058 mit irgendeinem der anderen Kontakte auf Tabelle III.

- 5) Die Fertigtensine sind in allen Fällen normengerechte 87er-Kraftstoffe (Manche der in der Tabelle III angeführten Benzine sind mit 155° Endpunkt etwas zu hoch abgeschnitten).

Gemeinsam mit:

Dr. Peters	Dr. Fürst
Dr. Grassl	" Dehn
Dr. Rotter	" Meier.
Trofimow	



A: Versuche mit P 1271.AI: Vorhydrierung von P 1271 (Stk.-Verfl.-Möhl Scholven) mit  
Kontakt 8376 = 7846 W 250 - 200 com-Ofen l v.16.-27.8.41.  
Blatt 4208a.

Das Produkt mit AP  $-20^{\circ}\text{C}$  und den Siedegrenzen  $185 - 335^{\circ}\text{C}$  wurde bei 250 at und  $434^{\circ}\text{C}$  (= 22,5 MV) mit Durchsatz 0,8 vorhydriert. Der AP des Anfalls lag völlig konstant bei  $50^{\circ}\text{C}$  während des 13-tägigen Versuches. Die Phenolraffination war immer sehr gut. Die N-Raffination war zahlenmäßig nicht einwandfrei (0,011 - 0,036 % N!), jedoch spricht die hervorragende Benzinierbarkeit (siehe Abschnitt II) des B-Mittelöls dafür, dass die angewandte Methode der N-Bestimmung bei so kleinen N-Gehalten nicht zuverlässig ist. Das Vorhydrierungsbenzin (13,5 % - 150 im Anfall) besteht zu über 90 % aus Naphthenen, ist also wahrscheinlich nur durch Reduktion der Phenole entstanden (wie auch bei Kontakt 7846 Mo). Es hat bei 34 % -  $100^{\circ}\text{C}$  die O.Z. Motor 71. Das B-Mittelöl hat den ausserordentlich hohen AP  $52^{\circ}\text{C}$ . Es wurde im weiter unten beschriebenen Versuch benzinisiert (Abschnitt A II). Der Verlauf der Vorhydrierung ist auf Kurvenblatt I dargestellt. Die kurze Periode mit P 1271 lässt an sich über Abklingen nichts endgültiges aussagen. Im Anschluss daran wurde jedoch noch weitere 50 Tage ohne jedes Abklingen Mittelöl aus schlesischer Kohle über den Kontakt verarbeitet. Auf Tabelle I sind die Ergebnisse des Vorhydrierungsversuches den Ergebnissen älterer Versuche mit den Kontakten 5058, 7846 (Mo) und 7846 W 150 gegenübergestellt. Danach hydriert der Kontakt 7846 W 250 viel stärker als die 3 anderen Kontakte (da bei 5058 bei viel tieferer Temperatur). Die Phenolraffination ist bei allen 3 Tonerdekontakten wesentlich besser als bei 5058; die N-Raffination ist wahrscheinlich mindestens ebensogut wie bei 5058. Als charakteristische Unterschiede zwischen 5058 und der Gruppe der Tonerdekontakte müssen festgestellt werden:

- 1) Der Kontakt 5058 gibt mehr Benzin als die 3 Tonerdekontakte; zwischen den 3 Tonerde-Kontakten bestehen keine spezifischen Unterschiede.
- 2) Das 5058-Benzin ist weniger stark aufhydriert als die Ben-

eine der Tonerdekontakte, auch bei gleichem Mittelöl-AP, was besonders deutlich aus dem Verhältnis der Naphthene zu den Aromaten hervorgeht:

Kontakt	5058	7846	7846 W150	7846 W250
Mittelöl-AP	44	39	42	50
% Aromaten	20	14	9	4
% Naphthene	67	80	88	93
Naph./Arom.	3,3	5,7	9,8	23,3
% Paraffine	13	6	3	3

3) Der Gehalt der 5058- bzw. Tonerdekontakt-Benzine an Paraffinen deutet daraufhin, dass die Tonerdekontakt-Benzine praktisch nur durch Reduktion der vorhandenen Phenole zu Naphthenen entstanden sind, während beim 5058 neben der Hydrierung noch etwas Spaltung vorliegt.

**A II: Benziniierung des P 1271-8376- B-Mittelöls.**  
50 com-Ofen 3 vom 1. - 14.9.41, Blatt 4237.

Der Versuch lief 13 Tage. Das Produkt liess sich ausgezeichnet benziniieren. Der Verlauf der Benziniierung ist auf Kurvenblatt I graphisch aufgetragen. Auf Tabelle II sind die Ergebnisse den Resultaten mit 5058-, 7846- und 7846 W 150- B-Mittelöl gegenübergestellt. Alle diese Produkte liessen sich praktisch gleich gut (Temperatur, Leistung) benziniieren; auch die Vergasung ist überall gleich. Die in den vorhydrierten Mittelölen hinsichtlich des AP bestehenden Unterschiede sind in den anfallenden Benzinen weitgehend verwischt. Während die Ausgangsprodukte im AP noch bis zu 13 Punkte Differenz aufwiesen, liegen die AP der Benzine maximal 4 Punkte, die AP II nur maximal 1 Punkt auseinander. Die Aromatengehalte der Benzine liegen zwischen 3 und 6 %; die Reihenfolge entspricht dabei etwa der der Anilinpunkte der zugehörigen Mittelöle; die Paraffingehalte der 4 Benzine sind praktisch gleich. Ein Zusammenhang der Oktanzahl differenzen mit den geringen Unterschieden in der Zusammensetzung

sung ist nicht ersichtlich, hingegen besteht eine auffällige Parallelität zwischen OZ und % - 70°C im Benzin (nicht aber mit % - 100 im Benzin.)

Auf Tabelle III b) sind die Untersuchung der jeweiligen Mischungen Vorhy-B + 6434 - Bi. Die Mischung enthält bei 5058 mehr Vorhy-Bi als bei den Tonerdekontakten. In den Siedekurven der Benzine und den Zusammensetzungen bestehen keine grösseren Unterschiede; lediglich das 7846-6434-Benzin hebt sich in der Aromatenkonzentration und Gehalt an bis 70°C siedenden Anteilen etwas heraus, was auch in der Klopfzahl zum Ausdruck kommt. Das 5058-6434-Benzin, das in Aromatengehalt sowie % Gehalt bis 70°C und bis 100°C an zweiter Stelle steht, hat (innerhalb der Streufehlergrenze) die schlechteste O.Z. Der Grund hierfür dürfte sein, dass es prozentual mehr Vorhydrierbenzin enthält als die anderen Benzine; im Vorhydrierbenzin sind aber vermutlich die Paraffine weniger isomerisiert als im 6434-Benzin.

**B: Versuche mit P 1468.**

**B I: Vorhydrierung von P 1468 (70 Teile Stk.-Verfl. M51 Scholven + 30 Teile Ntk.-Feer-a-M51<sup>1)</sup>) mit Kontakt 8376 - 7846 W250.**  
Ofen 16 vom 26.8. - 15.9.41 - Blatt 4222a.

Das Produkt mit AP -24°C und den Siedegrenzen 180-340°C wurde bei 250 at und 434°C mit Durchsatz 0,8 vorhydriert. In einer kurzen Anlaufperiode (der Kontakt war anscheinend ungenügend geschwefelt) stieg der AP. von +19°C auf ca. 44°C. Während der folgenden 21 Tage war die Hydrierung völlig konstant. Phenol- und N-Raffination waren stets sehr gut. Für das Vorhydrierbenzin gilt etwa dasselbe wie im Abschnitt A I für das P 1271-Benzin. Die Vergasung betrug 1,4 % auf eingesetztes Öl. Das B-Mittelöl hatte AP 46. Es wurde im weiter unten beschriebenen Versuch benziniert. (Abschnitt B II). Der Verlauf der Vorhydrierung ist

1) P 1468 war das Einspritzprodukt der 5058 Kamera in Scholven vor etwa einem Jahr.

auf Kurvenblatt III aufgetragen. Auf Tabelle IV sind die Ergebnisse der Vorhydrierung mit denen eines älteren Versuches mit Kontakt 8238 (= 7846 W 150) verglichen. Vergleichsversuche mit den Kontakten 5058 und 7846 liegen hier leider nicht vor. Für die Diskussion der Ergebnisse gilt etwa dasselbe wie das im Abschnitt AI für die P 1271-Versuche gesagt.

B IV: Benzinierung des P 1468-8376-B-Mittelöls

50 ccm-Ofen 3 vom 18.9. - 5.10.41, Blatt 4270a.

Das Produkt liess sich im 18-tägigen Versuch sehr gut benzinieren. Nachdem am 5. Tag die Temperatur mit  $382^{\circ}\text{C} = 19,5 \text{ MV}$  richtig eingestellt war, lag die Leistung weitere 13 Tage konstant bei etwa 0,80 (vgl. Kurvenblatt IV). Wie Tabelle V zeigt, werden auch hier die hinsichtlich des AP der Ausgangsprodukte bestehenden Unterschiede durch die Benzinierung weitgehend verwischt. Jedenfalls sind die Paraffingehalte der 6434-Benzine von den Anilinpunkten der entsprechenden B-Mittelöle (aus ein und demselben a-Mittelöl!) praktisch unabhängig. In dem Naphthen-Aromaten-Verhältnis besteht eine zwar geringe, aber deutliche Abhängigkeit vom Anilinpunkt des Mittelöls. Da der Aromatengehalt aber bei allen diesen Benzinen 10 % nicht überschreitet, ist der Einfluss auf die O.Z. ausserordentlich gering bzw. gar nicht zu erkennen.

Auf Tabelle VI befinden sich auch hier wieder die Untersuchungen des Mischbenzins aus beiden Stufen. Bei Kontakt 7846 W 150 wurde das Mischbenzin nicht hergestellt. Das P 1468-8376-6434-Benzin entspricht (ebenso wie alle auf Tabelle 3 angeführten P 1271-Benzine) den Normen für 87er-Kraftstoffe.

Anlagen.

## Vorhydrierungen von P 1271 (Scholvener B-Mittelöl).

Kontakt	5058	7846	8182 =7846 W 150	8376 =7846 W 250
Druck at	250	250	250	250
Temperatur °C	374	434	434	434
Durchsatz kg/l/h	1,0	0,8	0,8	0,8
cbm Gas/kg Öl	3,0	3,0	3,0	3,0
Schwefelsatz (% $CS_2$ )	1,0	1,0	0,4	0,4
<b>Anfall:</b>				
spez. Gew.	0,844	0,844	0,856	0,846
AP	40	39	41	50
Phenolgehalt	0,23	u. 0,02	u. 0,02	u. 0,02
Siedebeginn	110	115	110	110
% -18000	19	16	13	12
180	33	28	26	23
225	63	56	51	47
Sieoende	298	305	310	312
% Vergasung/Einspr.	1,8	1,5	1,5	na. 1,5
<b>Benzin:</b>				
% im Anfall	19/150	16,7/150	13,7/150	13,5/150
Spez. Gewicht	0,784	0,773	0,770	0,769
AP I/II	28/45	31/42	34/41	38/41
Siedebeginn	82	85	85	83
% -10000	39	37	42	34
Sieoende	162	160	150	150
OZ Mot./012	69,5/	70,5/-	71,5/-	71/-
Jodzahl	-	0,4	0,3	-
<b>Mittelöl:</b>				
% im Anfall	81	93,3	86,3	86,5
spez. Gew.	0,856	0,881	0,886	0,841
AP	44	39	42	52
Phenolgehalt	0,23	u. 0,02	u. 0,02	u. 0,02
N-Gehalt	0,008	0,005	0,003	(0,011)
Siedebeginn	146	147	156	166
% -225	51	59	44	38
Sieoende	305	298	312	316
<b>Benzinierbarkeit:</b>	sehr gut	sehr gut	sehr gut	sehr gut
Temperatur (°C)	374	374	374	374
unstab. Bl-leitg. -150°0	0,88	0,90	0,85	0,85
<b>Vorhydrierung: Ofen/Dat. Blatt.</b>	17/Aug.40 3504	27/Okt.40 3504	1/Juni 41 3988	1/Aug.41 4208a

Tabella 23.

818

Benzinierung von P 1271 - B-Mittelölen.

Binspritz-Produkt	P 1271-8058 B M81 >150	P 1271-846 B M81 >150	P 1271-8128 B M81 >150	P 1271-8374 B M81 >150
Spez. Gewicht	0,858	0,861	0,866	0,861
Anilinpunkt	44	59	42	52
Siedegrenzen	146-308	147-298	156/312	165/310
Phenolgehalt	0,23	u. 0,02	u. 0,02	u. 0,02
N-Gehalt	0,008	0,005	0,003	0,011
Kontakt	6434	6434	6434	6434
Druck at	250	250	250	250
Temperatur °C	374	374	374	374
Durchsatz kg/h	1,5	1,5	1,5	1,5
Gas : Öl obm/kg	2,7	2,7	2,7	2,7
Spez. Gewicht	0,747	0,748	0,750	0,749
Benzinkonzentration	61	64	65	64
Leistung	0,82	0,86	0,85	0,85
% Vergasung / H + Y	20,5	21,2	20,6	19,6
Benzin	0,730	0,726	0,731	0,731
Anilinpunkt	49/53,5	47/53	51/53	51/54
Siedebeginn	49		57	57
- 70	9		4	7
- 100	50		49	54
- 150	95	95	97	97
Endpunkt	154	157	154	151
Zusammensetzung				
Paraffine	42	41	40	42
Naphthene	53	52	56	52
Aromaten	4	6	3	4
Ungesättigte	1	1	1	1
O.Z.				
Mot.	74,8	75,5	73,5	74,0
Mot. + 0,12 Blei	ca. 91	ca. 92,5	92,5	ca. 92,5
Mittelöl				
Spez. Gewicht	0,820	0,830	0,821	0,838
Anilinpunkt	46	41	48	51
Ofen / Datum	7/19.9.40	9/17.11.40	3/20.6.41	5/10.9.41
Betriebsstunden	380	370	525	245
Ofenblatt	3830a	3644	4041	4237

## Tabelle III

300 mt-Gasphas-2 Stufen-Benzin aus P I (S-Mittelblei scholven)

Vorhydrier-Kontakt	6058	7046 (20)	8128	8378
Vorhydrier-Temperatur	374	435	431	454
AP des B-Mittelöls	44	39	42	52
6454: Temperatur	374	374	374	374
Leistung	0,82	0,83	0,85	0,85
Yergasung	20,5	21,2	20,5	19,6
6454-B1: $\frac{1}{2}$ -100°C	50	51	49	54
Siedende	154	157	154	151
Mischung: Teile Vorhydi.	25	26	17	17
Teile 6454-B1	75	80	83	83
spez. Gewicht	0,732	0,736	0,739	0,739
AP	46/51	44/51	46/51	49/51
Siedebeginn	58	57	62	63
% - 70°C	4	6	1	3
100 "	47	46	46	50
150 "	96	94	98	99
Siedende	154	156	153	150
Dampfdruck	0,43	0,44	-	-
$\frac{1}{2}$ Paraffine	35	33	34	30
Naphthene	59	59	61	61
Aromaten	5	5	4	4
Ungesättigte	1	1	1	1
02, Motor	78	75	74	73,5
Motor 0,12 Blei	90,5	90,5	91	80,0
Jodsahl	-	0,3	0,4	0,9

Tabella IV.

Verhydrirung von P 1446  
 (Scholverner S-Mittelbl mit 30 % Meer a-Mittelbl)

Kontakt	8236 =7846 V 150	8376 =7846 W 250
Liquor: at	210	250
Temperatur °C	424	434
Durchsatz kg/l/h	0,3	0,8
abm 0 us/kg Öl	3,0	3,0
Schwefelzusatz (% CS <sub>2</sub> )	0,1	0,4
<b>Anfall:</b> spez. Gew.	0,850	0,854
AP.	39	44
Phenolgehalt	n. 0,02	n. 0,02
Siedebeginn	105	110
% - 150 °C	ca. 11	11
180 "	23	24
225 "	58	53
Siedeeinde	315	310
% Vergasung/Eintrag	ca. 1,5	1,3
<b>Benzin:</b> % im Anfall	13	14
spez. Gew.	-	0,767
AP I/II	nicht untersucht	38/41
Siedebeginn	-	90
% - 100 °C	-	44
Siedeeinde	-	182
02 Mot/012	-	70/ -
Jodzahl	-	-
<b>Mittelbl:</b> % im Anfall	87	86
spez. Gew.	0,876	0,876
AP.	39	46
Phenolgehalt	n. 0,02	n. 0,02
N-Gehalt	0,008	0,009
Siedebeginn	166	177
% - 225	49	52
Siedeeinde	300	306
<b>Benzinierbarkeit:</b>	genügend	sehr gut
Temperatur	400	382
Bl-leistg. -15000 unstab.	0,67	0,75
<b>Verhydr.:</b> Ofen/Dat.	16/Juli 41	16/Sept. 41
Blatt	4129	4222 a.

Tabelle V.

Benzinierung von B-Mittelöl aus

822

Eingangs-Produkt	P 1469-8232- B-Möl über 15000	P 1469-8232- B-Möl 15000
Spez. Gewicht	0,876	0,876
Anilinpunkt	59	46
Siedegrenzen	168-330	177-306
Phenolgehalt	u. 0,02	u. 0,02
N-Gehalt	0,006	0,007
Kontakt	6434	6434
Druck	250	250
Temperatur	400	388
Durchsatz	1,5	1,5
Gas : Öl	2,7	2,7
Spez. Gewicht	0,786	0,755
Benzinkonzentration	47	54
Verflüchtigung	0,62	0,77
Vergasung / B + V	19	16 (1)
Benzin	Spez. Gewicht 0,730	Spez. Gewicht 0,735
Anilinpunkt	47/54	49/52
Siedebeginn	50	48
% - 70	9	9
% - 100	61	54
% - 150	-	97
Endpunkt	148	154
Zusammensetzung		
Paraffine	43	39
Naphthene	47	56
Aromaten	9	4
Ungesättigte	1	1
O <sub>2</sub>	Mot. 74	75
	Mot. + 0,09 Blei 91	7
Mittelöl	Spez. Gewicht 0,860	Spez. Gewicht 0,830
Anilinpunkt	42	46
Ofen / Datum	4/16.8.41	3/3.10.41
Betriebsstunden	800	370
Ofenblatt	4193	4270a.



Tab. 116 VL

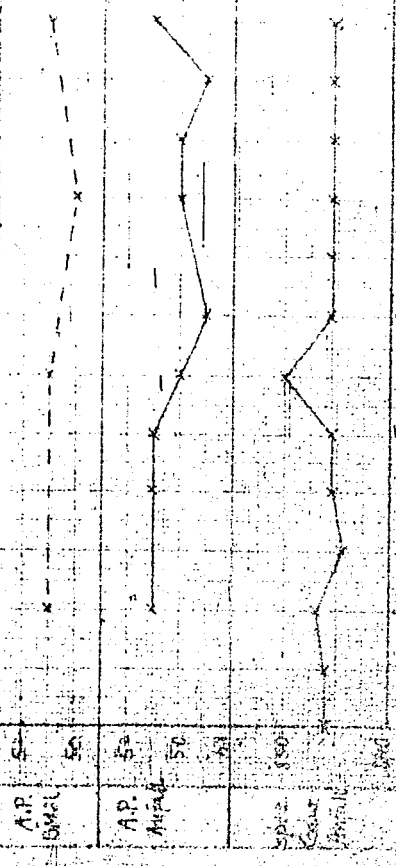
300 at-Gasphase-2 Stufen-Benzin aus Schelvenor teerhaltigem S-Mittelöl. 823

Vorhydriertkontakt	8238 =7846 W 150	8238 =7846 W 250
Vorhydriertemperatur	454	434
AP. des S-Mittelöls	39	46
6434 - Temperatur	400	382
Leistung	0,62	0,77
Vergasung	19	16
6434-Bi: $\frac{1}{2}$ -100°C	61	64
Siedeende	148	154
Mischung: Teile Vorhydi	nicht	17
Teile 6434-Bi	hergestellt	82
spez. Gew.	-	740
AP I/II.	-	42/50
Siedebeginn	"	53
% - 70°C	"	7
- 100 "	"	51
- 150 "	"	97
Siedeende	"	153
Dampfdruck	"	-
% Paraffins	"	38
Naphthene	"	63
Aromaten	"	3
Ungesättigte	"	1
O.Z. Motor	"	72
Motor 0,12 Blei	"	91
Jodzahl	"	0,6

(Vergleichsversuch) 2. von P 1271 (Schubert) mit Kontakt 8376 - 7846  
 150 at - Schubert 0.8 - 434°C  
 1. 2. 3. 4. 5. 6. 7. 8. 9. 10. 11. 12.

Kurvenblatt 1

weitere 50 Tage mit Mol. aus, nachweisbar  
 und 24. Tag hat diese polare Verteilung



I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft  
 Ludwigshafen a. Rhein.

376  
 8376/49

8376

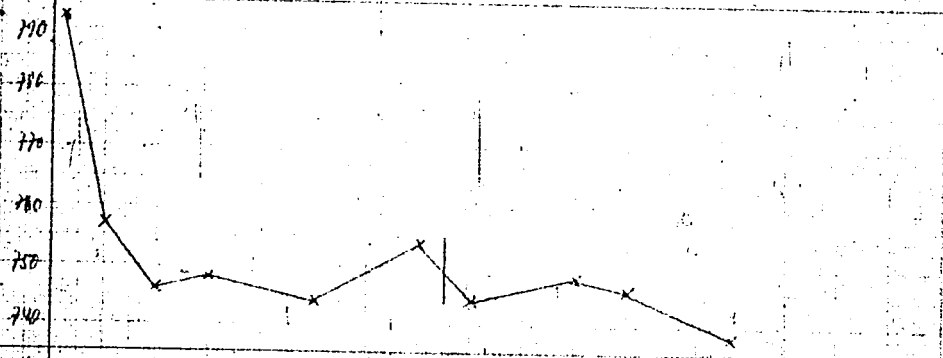
Kurve des Dampfdruckes in 0,1 mm - 8378 - 8,4005  
 250. at - An. 1.5 - 0.1 mm Blatt 4087

Kurvenblatt II.

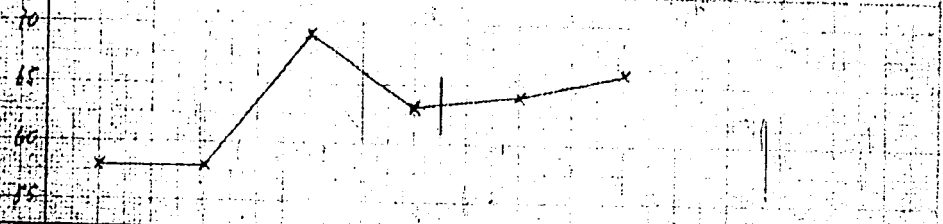
gerader Durchgang, mit R<sub>1</sub> 5:1

20  
 19.5  
 19  
 19.

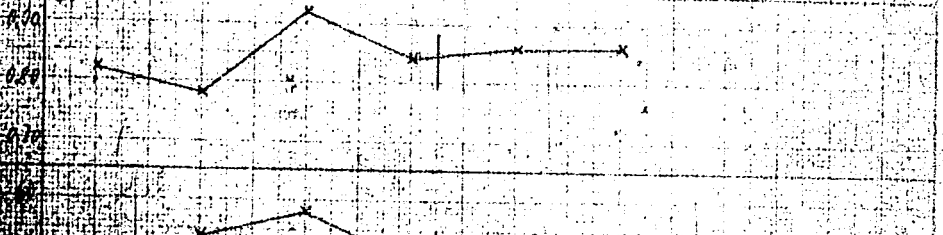
spez. Gew.



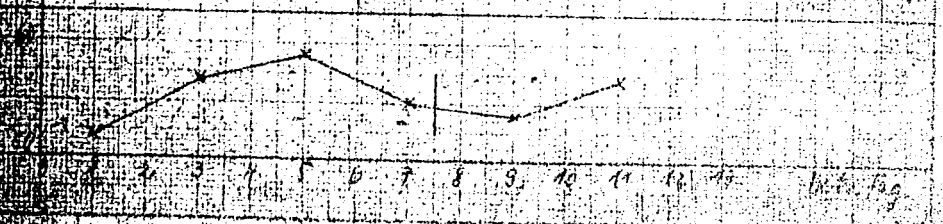
so Konz.  
 am Abstr.  
 -150°C.



R<sub>1</sub>-Leit.  
 -150°C.



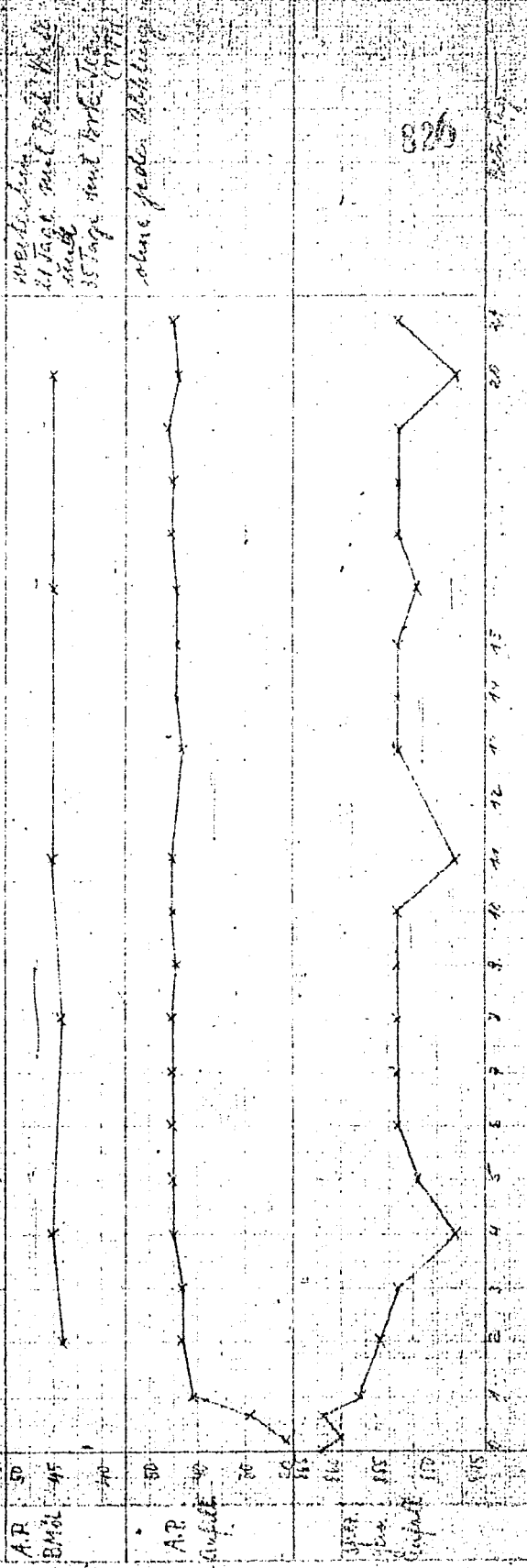
R<sub>2</sub>-Leit.  
 -100°C.



Pflanzenerzeugung von P. 1468 (Schleier kult. mit 30% FeCl) mit Kontakt 8376 - 7846 W. 20. 2  
 Kontakt - Dic. 0.8 - 434°C - Zusatz von 0.4%  $Ca_2$  minus 50. - Offenblatt 4332a

Kurvenblatt III

D. Farma Industrie Aktiengesellschaft  
 Ludwigshafen a. Rhein

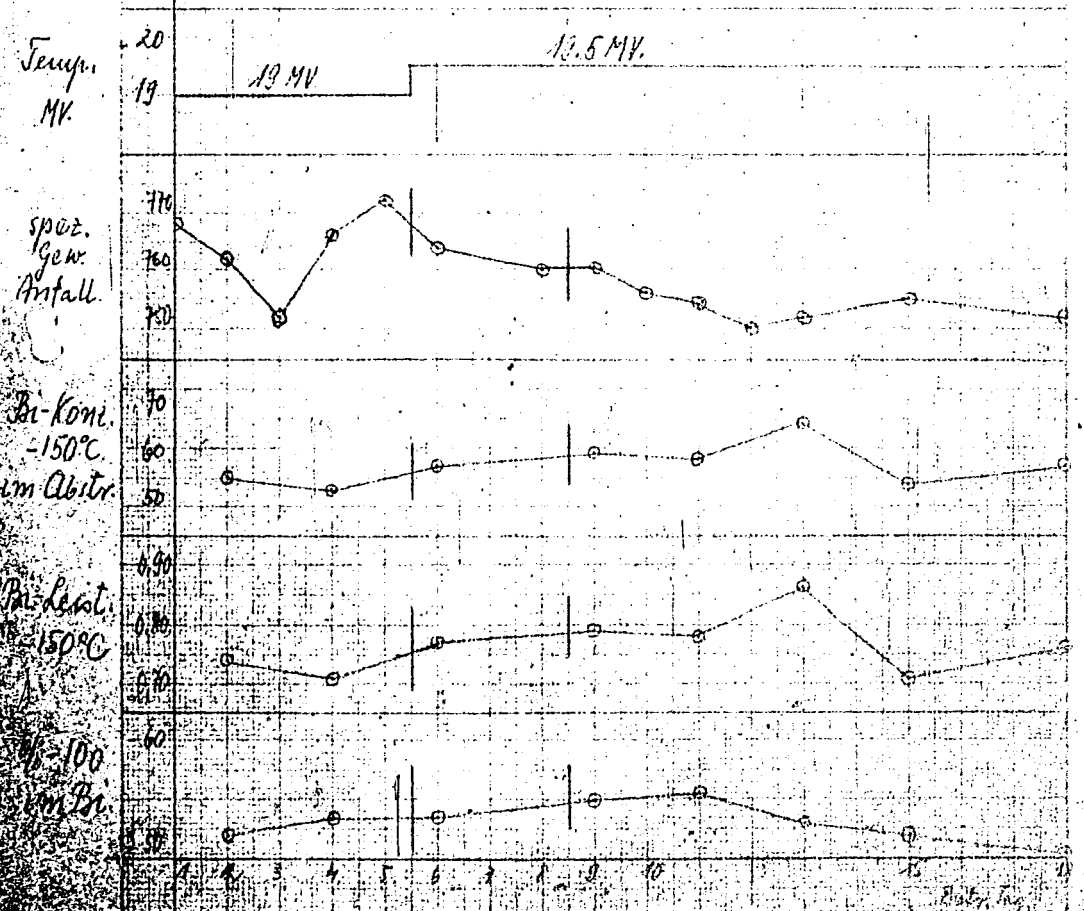


826

Ergebnisse der Messung des  $\text{Pb}$ -Gehaltes  
 in der Luft - die 15 - Gefüllte Röhre

Kurvenblatt IV.

gerader  
 Verlauf mit  $\text{Pb}^2$  3:1



F. Farbenindustrie Aktiengesellschaft  
 Ludwigshafen a. Rhon.

TITLE PAGE

6. Kontakt 7846 für Vorhydrierung von  
Scholvenner Mittelöl.  
Catalysts 7846 for the prehydro-  
genation of Scholven middle  
oil.

Frame Nos. 827 - 845

Hochdruckversuche  
Lu 565

827

8. April 1941 Gen/R

⑥ Kontakt 7846 für Vorhydrierung von Scholvenner  
Mittelöl.

Zusammenfassung.

1. In einem Versuch von 133 Tagen Dauer wurde Scholvenner Verflüssigungsmittelöl über Kontakt 7846 vorhydriert. Bei 250 at, Durchsatz 0,8, 3,0 cbm Gas/kg Öl, 1%  $CS_2$  im Öl und 434°C wurde sehr gut raffiniertes Mittelöl mit AP+ 40°C erhalten, das sich mit praktisch derselben Leistung über 7434 verarbeiten liess wie 5058-B-Mittelöl.
2. Auch aus dem teermittelebaltigen Scholvenner Ausgangsprodukt liess sich unter diesen Verhältnissen ein gut benzinisches Mittelöl erhalten.
3. Der 7846 hat, wie schon in früheren Berichten mehrfach betont wurde, eine „Anlauf-Periode“ von 2-3 Tagen unter den obigen Bedingungen. Ist der Kontakt so eingefahren, so kann der  $CS_2$ -Gehalt im Öl auf 0,4 % gesenkt werden, ohne dass sich in den nächsten 8 Tagen ein Absinken des AP zeigt.
4. Wird der Kontakt mit nur 0,4 %  $CS_2$  im Öl eingefahren, so ist er viel weniger aktiv (AP des B-Mittelöls unter 425°C). Auch spätere Erhöhung des  $CS_2$  im Öl auf 1 % bringt den Kontakt nicht mehr zur vollen Aktivität. Der Kontakt ist geschädigt.
5. Da der Kontakt in der Werken nicht mit der erforderlichen Mengen Schwefelung eingefahren werden kann, ist zu erwarten, dass 7846 geschwefelt zu liefern. Der geschwefelte Kontakt hat im Durchsatz zum Ungeschwefelten eine Hydrierleistung und stellt sich später auf dieselbe Aktivität ein wie ungeschwefeltes nach Anfahren mit 1 %  $CS_2$ .
6. Der Kontakt 7846 gibt ausserordentlich konstante Spannungen und kann ohne Abklingen, (also auch ohne Regeneration) die anderen Versuche gezeigt haben, weit über ein halbes Jahr gefahren werden. Sollte aber dennoch aus irgendeinem Grunde die Aktivität gelitten haben, so kann der Kontakt durch Abtrennen mit Luft wiederbelebt werden. Der regenerierte Kontakt verhält sich ebenso wie Frisch-Kontakt.

7. Die Einflüsse von Durchsatz, Partialdruck und Verteiltheit auf die Hydrierwirkung und Aktivität des 7849 wurden teilweise untersucht. Die Arbeiten konnten im Rahmen dieses Versuches noch nicht abgeschlossen werden; vollständige Ergebnisse werden später mitgeteilt.
8. Die Vergasung betrug im Mittel 1,3% auf eingesetztes Mittel-81 (wie bei 5058).

Gemeinsam mit:

- Dr. Peters
- " Grassel
- " v. Fünser
- Trofimow

gez. Günther

- Dr. Dehn
- " Fürst
- " Meier



In einem Versuch von 133 Tagen Dauer wurden verschiedene Schmelzen Mitteldie über den Kontakt 7846 verarbeitet. Die Ausgangsprodukte sind:

- 1.) S-Phase-Mitteldie aus Spat Kohle (P 1291) mit 10-12
- 2.) S-Phase-Mitteldie aus Spat Kohle - Steinkohle (Spa-Mitteldie 70:30 (P 1488) mit Ap -82 1).

Im Verlauf des Versuchs wurden variiert:

- A: Der Durchsatz pro Woche 0,8 und 2,0
- B: Der Druck (250 bzw. 210 atü).
- C: Die Temperatur (im allgemeinen 434°C, kurzzeitig 450°C).
- D: Der Sauerstoffgehalt zum Öl (1,0 bzw. 0,4 % Sauerstoff).

Von den Anfallprodukten wurden bestimmt:

- Siedeverhalten, Anfallpunkt, Phenolgehalt,
- Schwefelgehalt in Mitteldie und Benzolierbarkeit des Mitteldie über 6434.

Der jeweils noch 100%ig aktive Kontakt wurde im Verlaufe des Versuchs mehrere Male den Bedingungen einer Regeneration ausgesetzt, um den Einfluss der regelmäßigen Regeneration auf die Kontakt-Aktivität zu prüfen.

Verweilzeit des Amalams bei verschiedenen Temperaturen

| Datum           | Zeit, Tag. | Beobachtung  |
|-----------------|------------|--|
| 7.10.40.        | 1          | Der Ofen 317 (Plan: 3394) mit 200 g an 2540 wird nach Heißen unter folgenden Bedingungen eingestellt: Druck 200 mm, Temperatur: 450°C.<br>Produkt: 0,2 (AP 12°C) + 0,2 + 0,2<br>Durchsatz: 0,2 bei 3,0 cm Spalte H.                        |
| 9.10.           | 3          | In spez. Ges. des Amalams zeigt sich die Kollisions „Anlauf-Periode“.  |
| 15.10.          | 9          | Das Amal-Produkt hat 20 + 20% Kontaktaktivität ist, namentlich praktisch konstant.   |
| 23.10.          | 17         | Der Druck wird auf 210 mm erniedrigt. Der Ap sinkt um nur 4°C und bleibt fast konstant bis zum 23.10. Der O <sub>2</sub> -Ausstoß nach H <sub>2</sub> wird von 1,0 auf 0,4 erniedrigt. Zunächst kein Einfluss während der nächsten 6 Tage. |
| 31.10.<br>1.11. | 25<br>26   | Der Kontakt wird durch Erhitzen in Ofen wieder oxidiert (schmelzfrei verbleibt) und anschließend wie üblich reaktiviert.   |
| 1.11.           | 26         | Beim Aufheizen unter denselben Bedingungen wie am 1. Tag zeigt sich in spez. Ges. des Amalams wieder die „Anlauf-Periode“.   |
| 4.11.           | 29         | Der Anteil hat wieder 17-20%. Die Kontakt-Aktivität ist konstant und ebenso auch wie beim ersten Kontakt nach der „Anlauf-Periode“.  |
| 19.11.          | 44         | Der Ap des Amalams hat sich auf 41°C erhöht.   |
| 20.11.          | 45         | Der Durchsatz wird auf 1,0 erhöht. Der Ap sinkt um 3 bis 4°C auf 37 bis 38°C und bleibt fast konstant.   |
| 29.11.          | 54<br>55   | Der Durchsatz sinkt auf 0,2 erniedrigt und kann im Verlaufe von 7 Tagen allmählich auf 1,0 erhöht.   |
| 8. 12.          | 61         | Durch Verweilzeit des Amalams (Verweilzeit 13, 14, 15 cm) wird dabei der Kontaktwert konstant auf 10% gehalten. Die Verweilzeit unterhalb dabei unverändert von 540 sec. auf 60 sec. Temperatur  |

| Datum  | Betr. Tag | son Verhältnissen wird die Abnahm...   |
|--------|-----------|--|
|        |           | <p>A: spez. Gew. des Anfalls<br/>           B: AP des Anfalls<br/>           C: Benzinanfalls (bei 150°C)<br/>           D: H-Gehalts des Mit 4181s</p>  |
| 7.12.  | 62        | festgestellt. Vergl. hierzu Kurvenblatt II.<br>Nach dieser Durchsatzprüfung wird mit Durchsatz 0,8 wieder AP+41°C erhalten (wie am 19.11.) Der Kontakt ist also durch das kurzfristige Belasten mit Durchsätzen bis zu 2,0 nicht geschädigt.   |
| 8.12.  | 63        | Es wird auf das teerhaltigerhaltige Einspritz-Produkt der Vorhydrierung Scholven (P 1468 mit AP -22) umgestellt. Der AP des Anfalls geht um 5 Punkte auf +35°C zurück und bleibt dort konstant.  |
| 17.12. | 72        | Zweite Regeneration durch Abrennen wie am 1.11.  |
| 18.12. | 73        | Nach der Regeneration wird mit P 1468 (R.P. Scholven, AP -22°C) bei 210 at E <sub>2</sub> und 1 % CS <sub>2</sub> in Öl angefahren. Nach der Aufauf-Periode wird nur AP +23°C erreicht.  |
| 27.12. | 82        | Der Durchsatz wird auf 0,6 zurückgenommen, die Temperatur auf 461°C gesteigert (wie z.B. in Scholven, nur mit mehr Schwefel). Der AP steigt nur auf +27°C, also ungenügend.  |
| 1.1.41 | 87        | Nach Umstellung auf 250 at, 434°C und wesentlich nur 0,32 (anstatt 0,8 wie vorgesehen) wird mit dem Scholvener teerhaltigen Mittelöl (P 1468 mit AP -22) AP +40° erreicht. Unter denselben Bedingungen, nur mit P 1271 (AP -12), war am 29.11. AP 45 erreicht worden. Man kann danach annehmen, dass der Kontakt frischem Kontakt noch gleichwertig ist. |
| 2. 1.  | 88        | Durch Betriebsunfall fällt der Ofen aus und muss ausgebaut werden.   |
| 5. 1.  | 89        | 200 ccm des ausgebauten Kontaktes werden in Ofen 15 (Blatt 3594 o) eingebaut und unter den in Lu (üblichen Bedingungen (250 at, 434°C, Du 0,8, 3 ccm Gas/kg Öl, neues P 1271 mit AP -19) angefahren. Nach der Aufauf-Periode wird AP+36°C erhalten, also etwa dasselbe wie mit frischem Kontakt. Nach Umstellung auf 210 at sinkt der AP auf 29°C.       |
| 15.1.  | 99        |  |

| Datum | Betr. Tag |  |
|-------|-----------|--|
| 17.1. | 101       | Nach der Umstellung auf das Schälvenner Feerhaltige Öl ( P 1468) mit AP -22 sinkt der AP des Anfalls weiter auf 21°C (Dieselben Bedingungen erlassen am 13.12. AP +23°C).  |
| 19.1. | 103       | Nach Umstellung wieder auf 250 at wird mit P 1468 AP +32°C erhalten gegenüber + 36 mit 1 % CS <sub>2</sub> unter sonst gleichen Bedingungen. (5.2.).   |
| 25.1. | 109       | Der Kontakt wird zum dritten Mal durch Abbrennen regeneriert.  |
| 26.1. | 110       | Mit 250 at, 434°C, P 1271, Du 0,8 und 0,4 % CS <sub>2</sub> im Öl wird wieder angefahren.  |
| 2. 2. | 116       | Die Anlauf-Periode ist viel länger als mit 1% CS <sub>2</sub> im Öl. Am 8. Tag nach der Regeneration ist erst AP +13°C erreicht. Der AP steigt noch schwach an.  |
| 3. 2. | 117       | Erhöhung des CS <sub>2</sub> im Öl auf 1 % bringt jetzt nur einen kleinen Effekt. Der AP steigt auf + 18°C.  |
| 5. 2. | 119       | Der AP ist in weiteren 3 Tagen nur auf + 22°C gestiegen. Der Kontakt hat diese mal 11 Tage nach dem Anfahren (davon 3 Tage mit 1 % CS <sub>2</sub> ) bei weitem nicht die Aktivität, die er sonst (beim Anfahren mit 1% CS <sub>2</sub> ) am dritten Tage hat. Dabei sind diesmal über den Kontakt schon 0,22 kg CS <sub>2</sub> gegangen gegenüber 0,12 CS <sub>2</sub> beim Anfahren mit 1 % CS <sub>2</sub> nach dem 3. Tage. |
| 6. 2. | 120       | Der Kontakt wird zum 4. Male regeneriert.  |
| 7.2.  | 121       | Der Kontakt wird nun gleich mit 1 % CS <sub>2</sub> im Öl bei sonst gleichen Bedingungen wie am 26.1. angefahren. Nach 2-tägigen Anlaufperiode wird am 11.2. 34°C erhalten. Der Kontakt hat also fast dieselbe Aktivität wie Frischkontakt.  |
| 11.2. | 125       |  |
| 12.2. | 126       | Bei sonst gleichen Verhältnissen wird durch höhere Gasmenge pro kg Öl der Ölpartialdruck von 10 auf 6 atm gesenkt und damit die Verweilzeit von 160 auf 100 sec. Der AP fällt auf + 26°C (bei gleichem Durchsatz !!!).   |
| 16.2. | 130       | Bei der umgekehrten Prüfung (Öl-Partialdruck + 34 at Verweilzeit = 500 sec) wird AP +38° erhalten.   |

| Datum | Betr. Tag. |   |
|-------|------------|---|
| 18.2. | 132        | Nach Umstellung wieder auf die normalen Verhältnisse (10 at Prod.Part.Druck, Verweilzeit 160, sec.) wird nur mehr AP +24 erhalten. Der Kontakt scheint also durch den hohen Produktpartialdruck von 34 at geschädigt zu sein. |
| 19.2. | 133        | Demit wurde der Versuch abgebrochen.  |

Diskussion der Ergebnisse der Vorhydrierung.

1.) Hydrier-Wirkung.

Der Kontakt 7846 (akt. Tonerde mit 10 %  $\text{MgO}$  und 3 %  $\text{Ni}_2\text{O}_3$ ) ist bei den bei uns üblichen Prüfungsbedingungen für Vorhydrierungskontakte (Steink. Verfl. Mittelöl, 250 at, 1 %  $\text{CS}_2$  im Öl, Durchsatz 0,8-1,0, 3.000 Gas/kg Öl) ein sehr guter Vorhydrierkontakt. Er gibt sehr gut raffiniertes, ausgezeichnet benziniertes Mittelöl von AP +40°C. Auch aus dem teerhaltigen Schellener Öl wird gut benziniertes Mittelöl mit AP +36°C erhalten.

2.) Anlaufperiode.

Der Kontakt hat eine gewisse „Anlauf-Periode“. Zu Beginn hydriert der reduzierte Kontakt schlecht. Bei Zusatz von 1 %  $\text{CS}_2$  zum Öl wird nach 2-3 Tagen volle Aktivität erreicht. Es kann angenommen werden, dass das „Anlaufen“ auf steigender Schwefelung des Kontaktes beruht.

3.) Druck- und Schwefel-Einfluss.

Ist der Kontakt bei 250 at und 1,0 %  $\text{CS}_2$  im Öl eingefahren, so können, ohne dass der AP stark (auf unter 35°C) absinkt, der Druck auf 210 atm und, die  $\text{CS}_2$ -Menge im Öl auf 0,4 % eingestellt werden. Bei solchen Bedingungen liegen allerdings nur Perioden bis zu 14 Tagen lauer vor. Vielleicht löst der Kontakt dann aber später doch noch nach.

4.) Schwefel beim Fahren.

Wird hingegen der oxydische Kontakt nur mit 0,4 %  $\text{CS}_2$  im Öl eingefahren, so werden nur Anlaufpunkte unter 25°C erreicht. Auch spätere Erhöhung der  $\text{CS}_2$ -Menge im Öl auf 1% bringt dem Kontakt nicht auf die Hydrieraktivität, die er nach Einfahren mit 1 %  $\text{CS}_2$  im Öl hat. D.h., dass der Kontakt, 7846 durch Schwefelmangel beim Anfahren irreversibel geschädigt wird. Das Wort „irreversibel“ ist hier so zu verstehen, dass der Kontakt durch Abstellen des Schwefelmangels nicht wieder zubeleben ist, wohl aber durch Abreannen (Regeneration) und Einfahren mit erhöhter Schwefelmenge (1 %  $\text{CS}_2$  im Öl). Da in den Werken Einrichtungen zu derartig hoher Schwefelung nicht zur

Verfügung stehen, wäre es zu erwägen, den Kontakt 7846 geschwefelt zu liefern. Mit geschwefelten 7846 wurde auch bereits ein Versuch mit Scholvener Öl durchgeführt. (Öfenblatt 3604). Der Kontakt zeigte dabei eine deutliche, wenn auch nur geringe Hydrierspizze. Der geschwefelte Kontakt gibt zu Beginn AP 45, während der normale 7846 nach der Einfahrperiode nur AP 41 gibt. Nach ca einer Woche gibt auch der geschwefelte Kontakt nur mehr AP 41<sup>0</sup>. Auf Kurvenblatt III, sind die Einfahrperioden der Kontakte 7846 und 7046 geschwefelt graphisch aufgetragen. Auch sonst liegen mit dem geschwefelten 7846 schon günstige Erfahrungen vor (Schwerölsanlauf).

A) 5. Durchsatz, Verweilzeit und Öl-Partialdruck:

Bei steigendem Durchsatz (bis 2,0), konstanten Öl-Partialdruck (10 atü) und (damit zwangsläufig) steigender Verweilzeit gibt der Kontakt schädlicher hydrierte Anfallprodukte ohne Schädigung seiner Aktivität. (Reproduzierbarkeit der Werte ohne Kontaktregeneration).

B) Bei konstantem Durchsatz (0,8), steigendem Öl-Partialdruck (bis 34 atü) und (damit zwangsläufig) steigender Verweilzeit gibt der Kontakt höher hydrierte Öle. Bei hohem Öl-Partialdruck tritt spor. Schädigung der Kontaktaktivität ein (keine Reproduzierbarkeit der vormal erhaltenen Werte noch Fahrten mit hohem Öl-Partialdruck.) Die Schädigung dürfte vermutlich durch Regeneration zu beheben sein.

C) Bei steigendem Durchsatz, konstanter Verweilzeit und (damit zwangsläufig) steigendem Öl-Partialdruck liegen bisher Ergebnisse noch nicht vor. Versuche sind in Arbeit.

6) Betriebsdauer mit und ohne Regeneration:

Der Kontakt kann, wie bei anderen Versuchen gezeigt wurde, mindestens 1/2 Jahr, vermutlich sogar noch viel länger, ohne Aktivitäts-Verminderung normal betrieben werden, sofern er nicht in Durchsatz oder Öl-Partialdruck extremsten Bedingungen ausgesetzt wird. Sollte der Kontakt jedoch irgendwie an Aktivität eingebüßt haben, so läßt sich (in allen bisher untersuchten Fällen) die ursprüngliche Aktivität durch Regeneration mit Luft wieder herstellen. Der Kontakt kann ohne Aktivitätsverlust mehrere Male regeneriert werden, so dass mit Sicherheit Betriebsdauern von weit über einem Jahr zu erreichen sind.

1.) Folgaragen speziell für Scholven.

Unter den in Scholven bestehenden Betriebsbedingungen ( $H_2$ -Partialdruck des Kreislaufgases vor dem Ofeneingang 210 atü, Schwefelung einschliesslich Kreislaufgas  $H_2S$  auch beim Anfahren nur bis zu entsprechend 0,4%  $CS_2$  im Öl möglich, Siedende des Ausgangsproduktes  $340^\circ C$ ) hat der 7846 nicht genügend Hydrieraktivität, 7846 mit 20 % vorgelegtem 5058 hingegen reicht, wie andere Versuche gezeigt haben, aus.



III. Benzinierung der Antriebsmittel des VOR-  
stehend beschriebenen Versuchsaufbaus  
Vorbereitung

Sämtliche Benzinerungen wurden im 50 cc-Öfen über 5434 T-Pillen durchgeführt. Der Druckotrog 250 at, der Durchsatz 1,5 bei 2,7 cm<sup>3</sup> Gas/kg Öl. Dem Öl wurden 0,75 % CS2 zugesetzt, die Temperatur wurde so eingestellt, dass 60-65 % Benzin -150°C im Destilliergefäß erhalten wurde.

A: Mittelöl vom 9.-14.10.40(3.-8. Betriebsakt)  
erhalten aus P 1271 bei 250 at und 1,5 Öl<sub>2</sub> im Öl.

Das Mittelöl hatte AP 39, Siedegrenzen 147-295°C, enthält 0,005 % N und weniger als 0,02 % Phenole. Bei 19 MV wurden im butanfreien Abstreifer 64 % Benzin -150° entsprechend Leistung 0,86 erhalten. Das Benzin war ein typischerer 87er-Kraftstoff. Die Verflüchtigung war mit 21,2 % auf butanfreies Benzin, normal. Die Mischung mit dem entsprechenden Vorhydrierungsbenzin enthält bei Dampfdruck 0,44 nur 46% bis 100°C. Sie hatte die O.Z. Mot. 75, mit 0,09% Blei 89,5 und mit 0,12% Blei 90,5. In 26 Tagen wurde keine Aktivitätsverminderung als 6434 festgestellt, trotz zeitweiligenfahrens bei 250 atm. Praktisch dieselben Zahlen wurden mit 6058-vorhydrierten Produkt erhalten. Nach 26 Tagen wurde auf Mittelöl vom 22-27.11.40 umgestellt (siehe Abschnitt D).

B: Mittelöl vom 15.-22.10.40(9.-14. Betriebsakt)  
erhalten aus P 1271 bei 210 at und 1,5 Öl<sub>2</sub>  
im Öl.

Das Mittelöl hatte AP 37,5, Siedegrenzen 149-301°C, enthält 0,005 % N und weniger als 0,02% Phenole. Bei 18,5 MV wurden dieselben Ergebnisse erhalten, wie beim Versuch A bei 19 MV.

C: Mittelöl vom 23.-30.10.40(12.-24. Betriebsakt)  
erhalten aus P 1271 bei 210 at mit 0,4% CS2  
im Öl.

Das Mittelöl hatte AP 37, Siedegrenzen 138-298°C, enthält 0,005 % N und weniger als 0,02 % Phenole. Bei 19,2 MV wurden sogar etwas bessere Ergebnisse erhalten wie beim Versuch A bei 19 MV.

D: Mittelöl von 22.-27.11.40(42.-52. Betriebs-tag)  
erhalten aus P 1271 bei 350 at. 1,05 G<sub>2</sub> im  
Öl und Durchsatz 1.6.

Das Mittelöl hatte AP 36,6, Siedegrenzen 145-210°C, enthält 0,006 % N und weniger als 0,02 % Phenole. Der 6434 war zuvor 20 Tage mit anderem Mittelöl (Versuch A) ohne Abklingen bei 19,8 MV gelaufen. Mit obigem Mittelöl musste die Temperatur innerhalb von 6 Tagen um 0,8 MV auf 19,6 MV gesteigert werden, um Benzinkonzentrationen über 50 % zu halten. Bei 19,8 MV wurde dann mit normaler Vergasung (21,8 %) 55 % stabilisierter 27er-Kraftstoff im Abstreifer entsprechend Leistung 0,78 erhalten. In weiteren 12 Tagen Betriebsdauer (bis zum 40. Betriebstag des 6434) trat ebenfalls keine Verminderung der Kontaktzeit ein. Am 46. Tage traten einige Störungen ein (langer Fließschlamm, CO im Frischgas), die anscheinend eine Schädigung der Aktivität des 6434 verursachten. In den darauffolgenden Tagen musste die Temperatur um ein Ganzes MV (auf 20,8 MV) gesteigert werden, um dieselben Werten wie vor Eintritt der Störung zu erhalten. Bis zum 56. Betriebstag wurde dann keine weitere Aktivitätsverminderung beobachtet. Am 37. Betriebstag wurde auf anderes Öl umgestellt (vgl. Abschnitt E).

E: Mittelöl von 9.-15.12.40(63.-70. Betriebs-tag)  
erhalten aus P 1458 bei 350 at. 1,1 G<sub>2</sub> im Öl und Durch-  
satz 0,8.

Das Mittelöl hatte AP 36, Siedegrenzen 150-300°C enthält 0,004 % N und weniger als 0,02 % Phenole. Es wurde bei 20,8 MV über den schon 57 Tage alten 6434 (vgl. Abschnitt D) verarbeitet. Der Abstreifer enthält 50 % Benzol - 150 entspr. Leistung 0,70 bei 22,5% Vergasung. Die Mischung mit dem Verdünnungsbenzin war ein typischer 27er-Kraftstoff. Der 6434 hat in der Versuchsperiode mit diesem Öl (57.-70. Betriebstag) etwas an Aktivität eingebüßt; dies ist aber vielleicht noch als Nachwirkung der in Abschnitt D beschriebenen Störungen aufzufassen.

F: Bei der Aktivitätsprüfung des 70 Tage alten 6434 mit Blower-Gasöl zeigte sich, dass der Kontakt besonders wenig war als frischer 6434 war. Er gab bei 21,5 MV etwa dieselben Ergebnisse wie frische 6434 bei 19,6 MV.

G: Die Versuche A, D, E, F von insgesamt 56 Tagen Dauer wurden nacheinander über denselben Kontakt durchgeführt. Die Ergebnisse des Versuchs (Ofen 9, Blatt 5644, 2.11.40-18.1.41) sind auf Kurvenblatt IV. dargestellt.



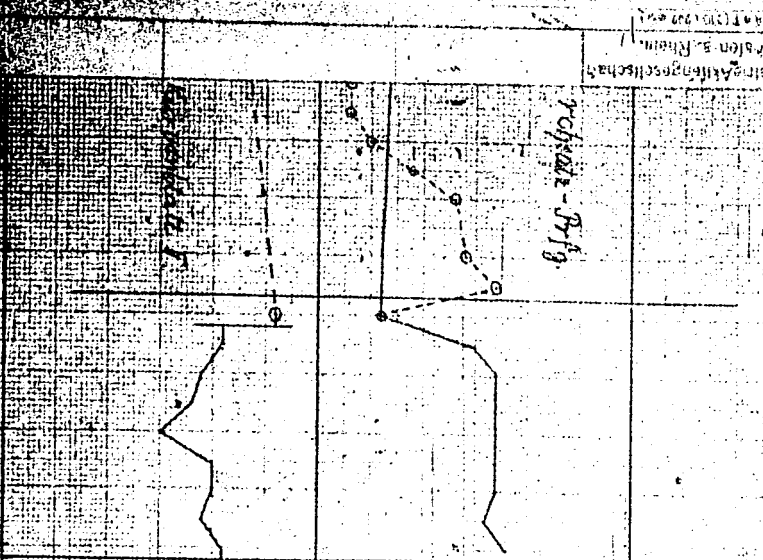
Karbonlat I (2)

80

L.O. Farbmittel-Atmosphäre  
Lohngeberin E. Rhein  
Lohngeberin E. Rhein

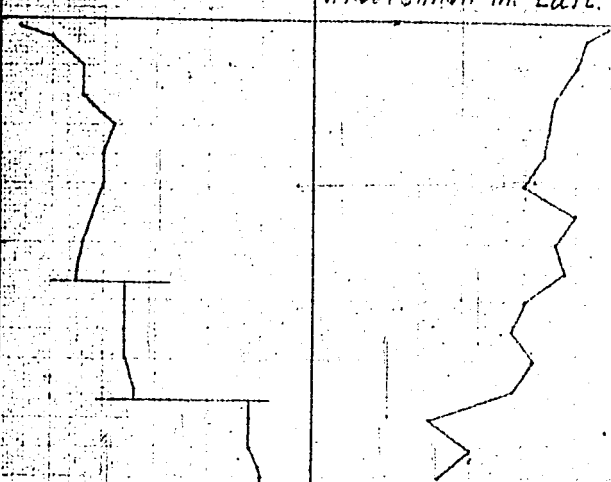
17468  
12141124181

schmelz-Ofen



2. Abtrennen in Luft

17468  
4.0  
2.10  
0.8  
2.5  
0.6  
2.5  
250  
0.32  
325



Umbau in anderen Ofen

17468  
12141124181  
1.0  
2.0  
0.8  
2.5  
1.0  
2.0  
1.0  
1.0  
1.0  
1.0



Kurvenblatt 1 (cl)

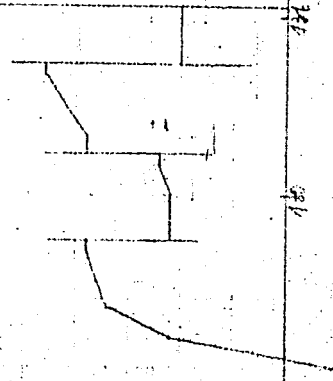
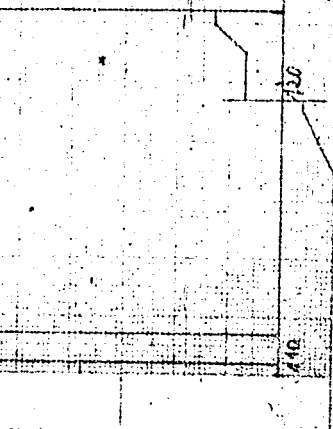
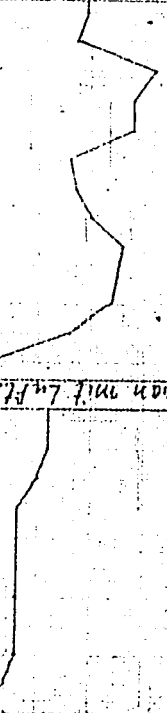
|      |
|------|
| 110  |
| 140  |
| 180  |
| 220  |
| 260  |
| 300  |
| 340  |
| 380  |
| 420  |
| 460  |
| 500  |
| 540  |
| 580  |
| 620  |
| 660  |
| 700  |
| 740  |
| 780  |
| 820  |
| 860  |
| 900  |
| 940  |
| 980  |
| 1000 |

|      |
|------|
| 110  |
| 140  |
| 180  |
| 220  |
| 260  |
| 300  |
| 340  |
| 380  |
| 420  |
| 460  |
| 500  |
| 540  |
| 580  |
| 620  |
| 660  |
| 700  |
| 740  |
| 780  |
| 820  |
| 860  |
| 900  |
| 940  |
| 980  |
| 1000 |

Versuch abgeschlossen.

1. Abbremsen mit Luft.

1. Abbremsen mit Luft.



# Kurvenblatt I

Korhyrierung von Schrauben-Mitteln mit Kontakt 7846

841

Betriebstag:

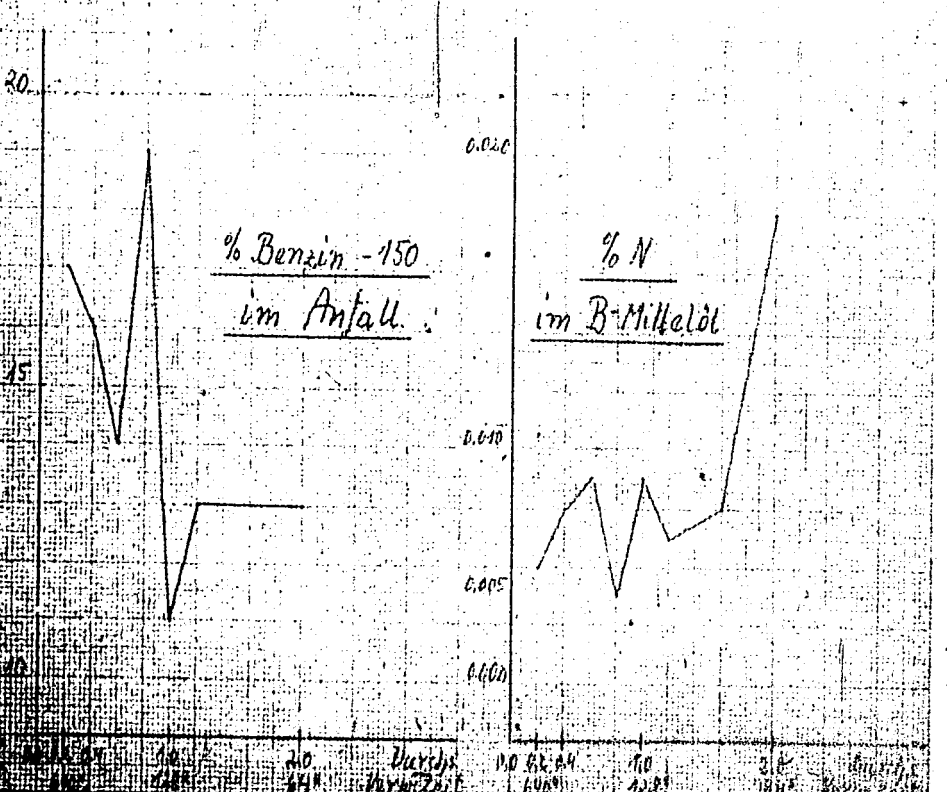
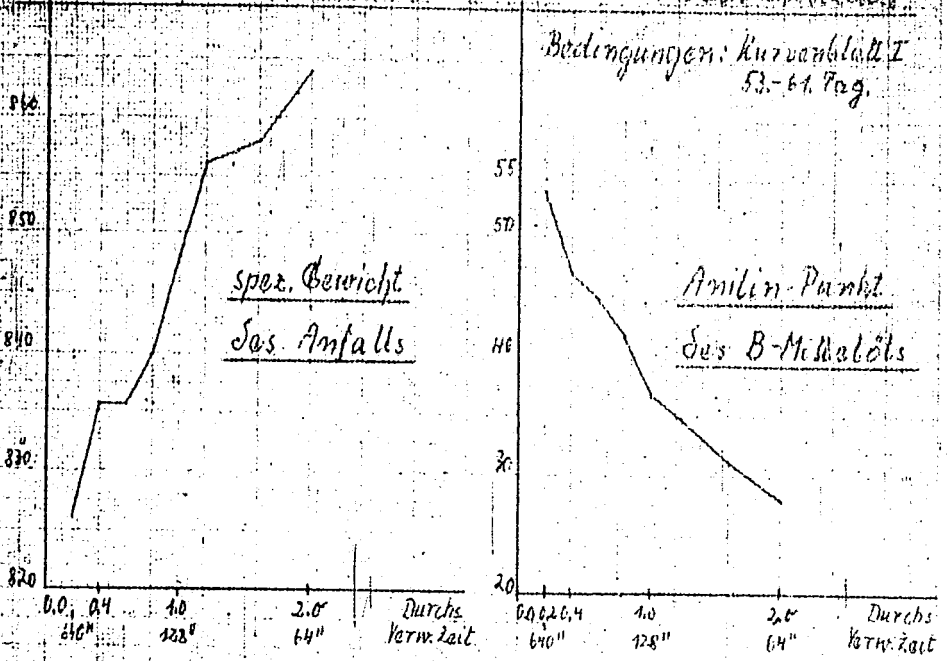
I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft  
Ludwigshafen a. Rhein.

Kurvenblatt II.

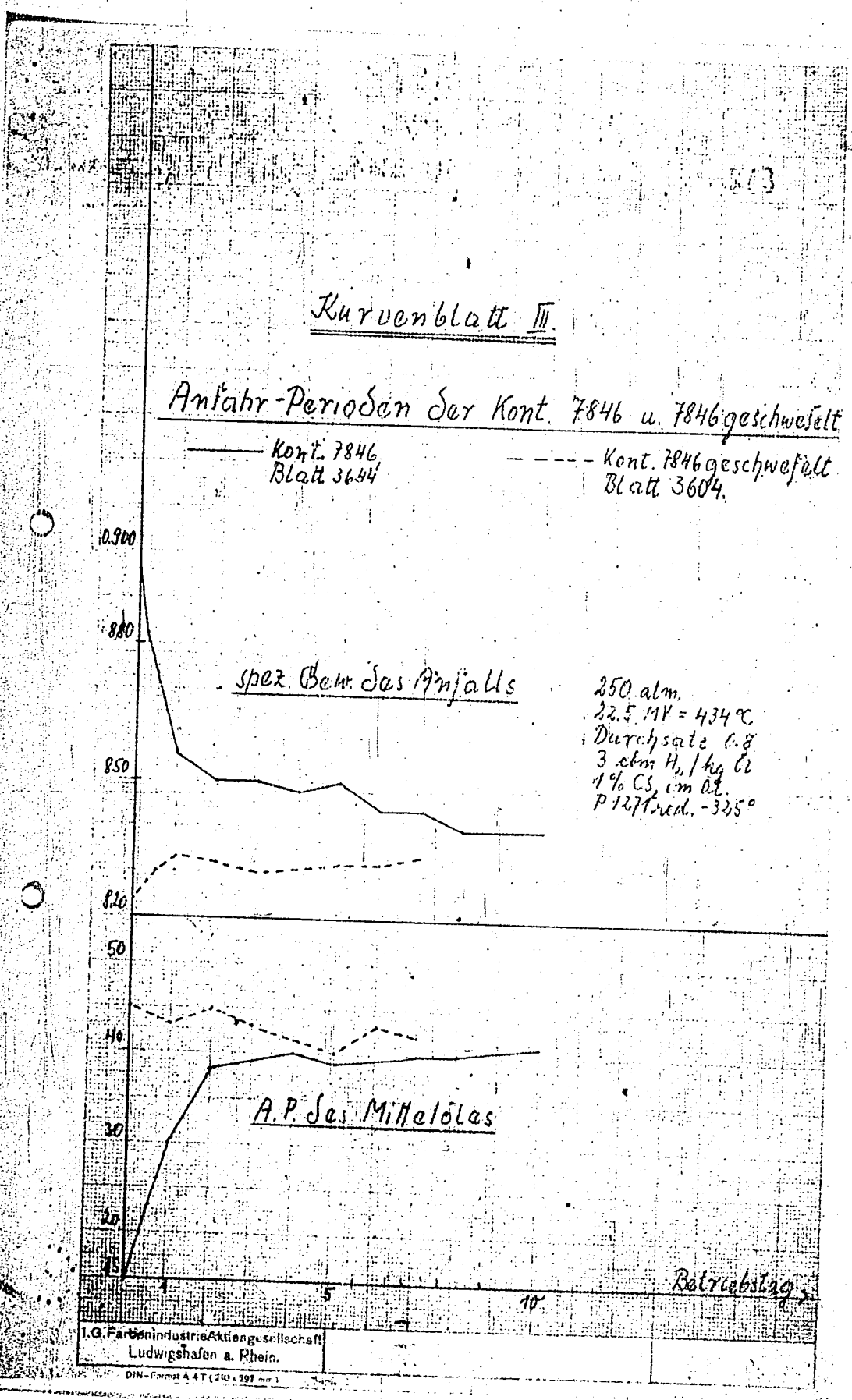
842

Hydrier-Messung von Kont. 7846 in Abhängigkeit vom Durchsatz (bei gleichbleibendem Proz. Partialdruck (10at) und veränderlicher Kesselzeit.)

Bedingungen: Kurvenblatt I  
53-64 Tag.



Farbenindustrie Aktiengesellschaft  
Ludwigshafen a. Rhein.





112

Preis 2700  
Börse

umgest. auf P. 189. Gasöl  
(Aktienlots-Prüfung)

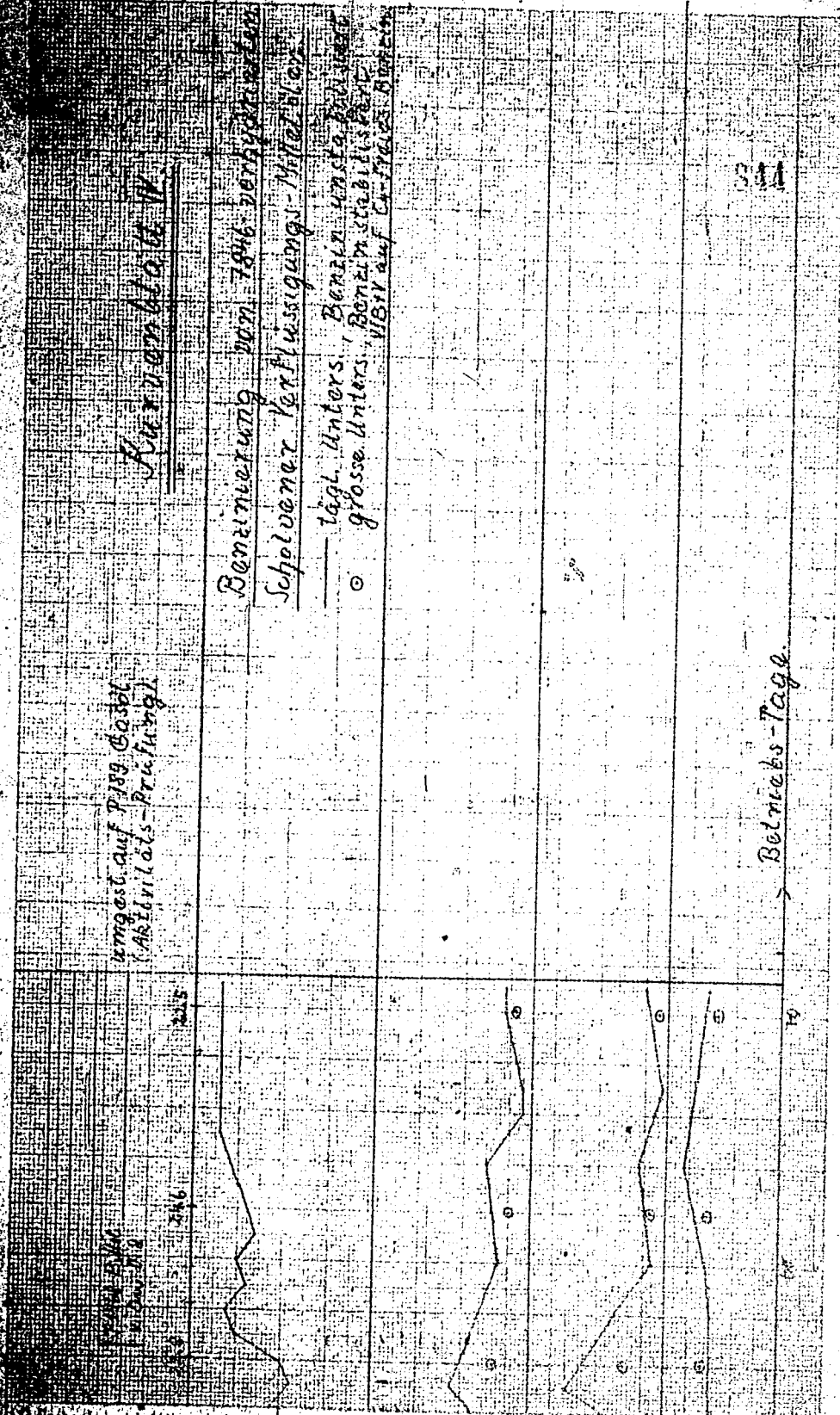
Konzernblatt W

246

225

Bemerkung von 1896 verhandelt  
Schweizer Veräußerungs-Mittellos

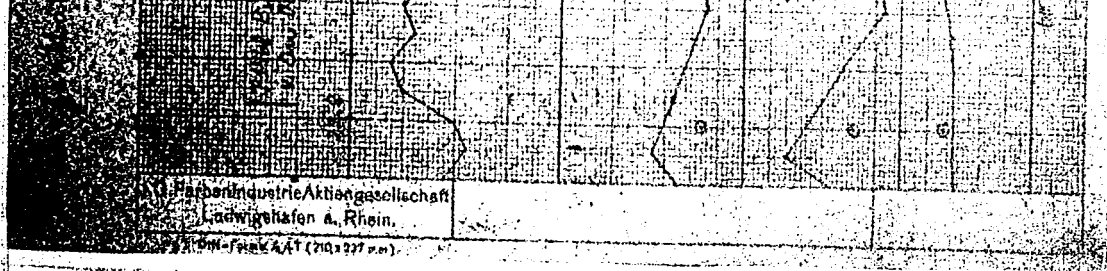
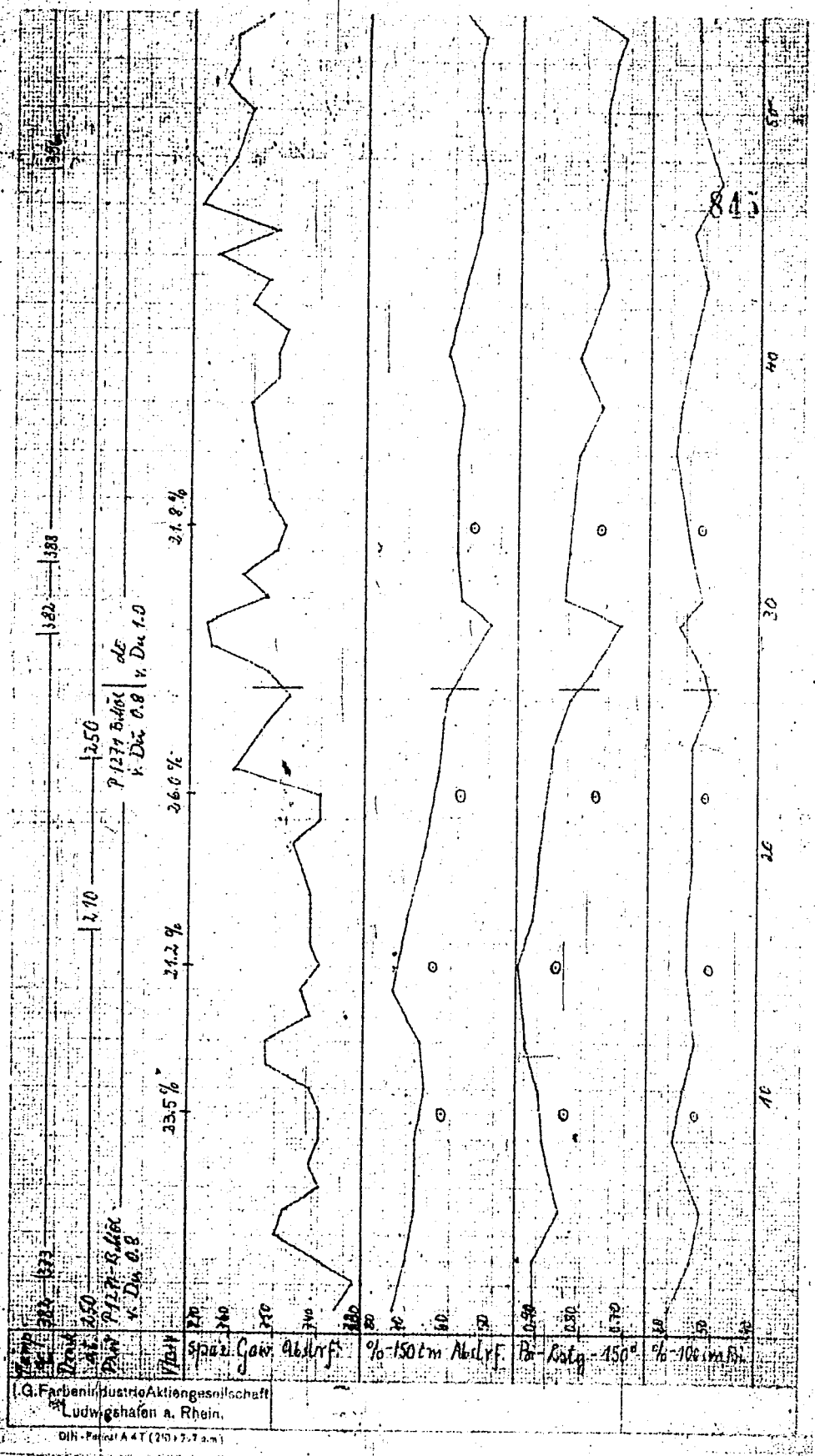
— tagl. Untere, Benzin unter 100  
o grosse Untere, Benzin stabilisiert  
WBV auf C-1895, Benzin



311

Betriebs-Tage

Kurvenblatt IV (a).



TITLE PAGE

7. Versuche zur Vorhydrierung von Steinkohlever-  
flüssigungsmittelöl mit Kontakt 7846 W 250.  
Experiments for the prehydrogenation  
of coal liquefaction middle oil with  
contact 7846W250.

Frame Nos. 846- 859

20. Januar 1941. Stz/88  
843

7 Versuche zur Vorhydrierung von Steinkohleverflüssigungs-  
mittelöl mit Kontakt 7846 W 250.

Zusammenfassung.

Solvener Verflüssigungsmittelöl wurde in 1 Ltr.-Ofen bei 250 und 200 atm bei Temperaturen zwischen 19,5 und 22 mV (382-425°) mit Durchsatz (meist) 0,8 kg/Ltr. Kontakt u. Std. vorhydriert. Die unter verschiedenen Bedingungen erhaltenen Vorhydrierungsmittelöle wurden in 50 ocm-Ofen auf ihre Benzinierbarkeit mit Kontakt 6434 geprüft.

Vorhydrierung: Die Anilinpunkte von Vorhydrierungsbenzin und -mittelöl sowie Phenol- und N-Gehalt des letzteren sind in Abhängigkeit von Temperatur, Druck und Durchsatz in Kurvenblättern wiedergegeben. Der Anilinpunkt <sup>des Benzins</sup> ist im gleichen Sinne, aber weniger stark temperatur- und druckabhängig als der des Mittelöls. Eine Druckerhöhung um 50 atm kann hinsichtlich des A.P. durch eine Temperaturerhöhung um etwa 1,5 mV bzw. eine Durchsatzerniedrigung um etwa 40 % kompensiert werden.

Benzinierung: Gut benzinierbar war das bei 22 mV Vorhydrierungstemperatur erhaltene Mittelöl mit AP + 47°. Mittelöle mit wesentlich tieferen Anilinpunkten (bis + 33° und wahrscheinlich noch darunter) konnten erst nach Wäsche mit 50 %iger H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ohne Kontaktabklingen benzinieren werden. Der chemische Refinationsverlust lag dabei unter 0,05 %. Die Benzinleistung in der 6434-Stufe ist eine Funktion des Mittelöl-A.P. und zwar steigt sie mit steigendem A.P. mäßig an. Verglichen mit 5058-vorhydrierten Mittelölen von gleichem A.P. braucht man anscheinend eine etwa 0,3 mV höhere Benzinierungstemperatur zur Erzielung gleicher Leistung. Dies dürfte bei der technischen Anwendung des Kontaktes durch Vorschaltung von 5058 kompensiert werden.

Der A.P. I des 6434-Benzins steigt mit steigendem A.P. des Vorhydrierungsmittelöles an, während im A.P. IIa den Oktanahlen und Vergasungen, keine Abhängigkeiten vom Mittelöl-A.P. feststellbar sind. Da die Hebung des A.P. I eine Abnahme der Ringkohlen-

19867

wasserstoffe (Naphthene + Aromaten) bedeutet, ist, falls das 6434-Benzin dehydriert werden soll, ein möglichst tiefer A.P. des Vorhydrierungsmittelöls anzustreben, der eine  $H_2SO_4$ -Wäsche des Mittelöls erforderlich macht. Die O.Z. der 6434-Benzine ist die gleiche wie bei Vorhydrierung mit 5058.

Eine Erniedrigung des  $H_2$ -Bedarfes und eine Erhöhung der DHP-Ausbeute mit Vorhydrierungskontakt 7846 W 250 ist demnach an die Reinigung einer Wäsche des Vorhydrierungsmittelöls mit verdünnter  $H_2SO_4$  geknüpft.

#### Versuchsbericht

XXXXXXXXXXXXXXXXXXXX

Scholvener Verflüssigungsmittelöl wurde im 1 Ltr.-Ofen (Ofen 315) mit Kontakt 7846 W 250 (K 8376) vorhydriert. Hierbei wurden die Vorhydrierungsbedingungen variiert und jeweils die Benzinerbarkeit der erhaltenen Vorhydrierungsmittelöle geprüft.

#### Vorhydrierung.

Die für die Versuche verwendete Kontaktprobe war einer der ersten jetzt im technischen Maßstab hergestellten Partien entnommen. Der Kontakt enthält etwa 10 % der aktiven Substanz des 5058. Die Arbeitstemperatur des Kontaktes 7846 W 250 liegt etwa 1 mV tiefer als die des 7846.

Der Ofen wurde unter folgenden Bedingungen angefahren:

Druck = 250 atm Gesamtdruck (242 atm  $H_2$ -Partialdruck am Ofeneingang)

Temperatur: 22 mV (40° Klemmentemperatur) = 425°

Durchsatz : 0,8 kg/Ltr. Kontakt und Std. Verflüssigungsmittelöl Scholven red. auf Endpunkt 325° (A.P. -11,5°).

Gasmenge : etwa 5 bzw Gas/kg Öl ohne Gaskreislauf.

Schwefelzugabe: 0,4 %  $CS_2$  zur Einspritzung.

Das Anfallprodukt wurde hinter dem Ofen in eine Kolonne gespannt und in Benzin - 150° und Mittelöl >150° zerlegt.

Im Laufe des Versuches wurde die Temperatur mehrfach geändert (21 mV = 408°, 20 mV = 391°, 19,5 mV = 382°, 21 mV); anschließend wurde der Druck auf 200 atm (193 atm  $H_2$ -Partialdruck) erniedrigt, wobei die Temperatur anfangs 21 mV, später 20 mV betrug; zum Schluß wurden 200 atm und 20 mV  $H_2$ -Durchsatz und Gasmenge auf die Hälfte zurückgenommen. Der Ofen war insgesamt 950 Stunden in Betrieb und wurde dann auf andere Öle umgestellt. Der Versuchsverlauf bis zu dem genannten Zeitpunkt ist auf Kurvenblatt 1 dargestellt.

#### Eigenschaften der Vorhydrierungsprodukte.

Für die einzelnen Fahrperioden sind typische Benzin- und Mittelöluntersuchungen in Tabelle 1 wiedergegeben. Wie hieraus und aus Kurvenblatt 1 zu ersehen ist, gab der Kontakt in den ersten 12 Tagen etwas mehr Vorhydrierungsbenzin und etwas höhere Anilinpunkte im Benzin und im Mittelöl als später. Es handelt sich hierbei nach Erfahrungen in kleinen Öfen um eine Spätaktivität, die bald in eine etwas niedrigere konstante Daueraktivität übergeht, die, wie sich aus dem Vergleich der beiden Fahrperioden bei 250 atm und 21 mV ergibt, auch durch vorübergehendes Fahren bei niedrigeren Temperaturen nicht beeinträchtigt wird. Im folgenden soll die Anfahrperiode mit der höheren Aktivität außer Betracht gelassen werden.

#### Vorhydrierungsbenzin.

Das Vorhydrierungsbenzin - 150° machte 7 bis 14 Gewichts % des Vorhydrierungsabtreifers aus und zwar nicht, wie aus Kurvenblatt 2 zu ersehen ist, auf welchem die Mittelwerte für die einzelnen Fahrperioden eingetragen sind, die Menge mit steigender Vorhydrierungstemperatur etwas zu. Zwischen 250 und 200 atm (schwarze und weiße Punkte) ist dabei kein Unterschied zu erkennen. Der bei Durchsatz 0,4 erhaltene niedrigere Wert ist möglicherweise nur darauf zurückzuführen, daß die Kolonne bei dem niedrigen Durchsatz ungleichmäßiger arbeitete.

Der Anilinpunkt I des Vorhydrierungsbenzins ist eine Funktion sowohl der Temperatur als auch des Druckes und des Durchsatzes (s. Kurvenblatt 2). Bei 200 atm liegt der A.P. 1,5 - 3° niedriger als bei 250 atm und scheint bei Erniedrigung der Vorhydrierungstemperatur stärker abzufallen als bei 250 atm (vgl. das entsprechende, aber stärker ausgeprägte Verhalten des Mittelblanilinpunktes weiter unten). Die Herabsetzung des Durchsatzes auf die Hälfte bei 200 atm hebt den A.P. etwa um denjenigen Betrag, um welchen er durch Herabsetzung des Druckes von 250 auf 200 atm erniedrigt wurde.

In den sonstigen Benzineigenschaften sind keine deutlichen Abhängigkeiten festzustellen.

#### Vorhydrierungsmittelbl.

Der Anilinpunkt des Vorhydrierungsmittelbls ist in gleichem Sinne, aber stärker von Temperatur, Druck und Durchsatz abhängig als der Benzinanilinpunkt (vgl. Kurvenblatt 3<sup>1)</sup>). Mit sinkender Temperatur fällt der A.P. stärker als linear ab. Die Druckerniedrigung um 50 atm kann, nach dem B-Mittelbl-A.P. zu urteilen, durch eine Temperaturerhöhung um ca. 1,5 mV (26°) <sup>um</sup> seinerseits oder durch eine Erniedrigung des Durchsatzes <sup>um</sup> etwa 40 % andererseits ausgeglichen werden.

Auf Kurvenblatt 2 sind ferner Phenol- und Stickstoffgehalt der Vorhydrierungsmittelbls in Abhängigkeit von der Vorhydrierungstemperatur aufgetragen. Beide Größen steigen mit abnehmender Temperatur stärker als linear an, dabei ist der Stickstoffgehalt anscheinend von Druck und Durchsatz nur wenig abhängig, während die Phenolraffination bei Druckerniedrigung deutlich schlechter, bei Durchsatzerniedrigung deutlich besser wird. Es ergibt sich hieraus die auch sonst beobachtete Tatsache, das Stickstoff- und Phenolraffination nicht parallel gehen. Dies gilt ganz besonders

1) In der graphischen Darstellung beziehen sich die ausgezogenen Kurven auf Einzeluntersuchungen von Schichten, in denen der Ofen gleichmäßig gefahren wurde, während die gestrichelten Kurven sich auf die Durchschnittsproben beziehen, die später benannt wurden (5.11.) und die Anteile von z. B. sehr ungleichmäßig gefahrenen Perioden enthalten. Der Ofen mußte zeitweise mit ungenübten Arbeitskräften gefahren werden.

beim Vergleich verschiedener Kontakte. Bei Kontakt 5058 erhält man Phenolwerte die bei 250 atm und Durchsatz 1,0 etwa auf der ausgezogenen Phenolkurve für Kontakt 7846 & 250 liegen, während die entsprechenden  $N$ -Werte bei K 5058 erheblich unter der  $N$ -Kurve für K 8376 fallen. Es sei darauf hingewiesen, daß die Aminbasenbestimmung nach der Methode von Zerachburg, die in einigen Fällen ausgeführt wurde (vgl. Tab. 1), keine mit den Bestimmungen des Gesamtstickstoffs parallel laufende Werte ergab.

#### Benzinierung der Vorhydrierungsmittelöle.

Die während der einzelnen Fahrperioden gesammelten Mittelölproben wurden in 50 ccm-Öfen mit Kontakt 6434 unter folgenden Bedingungen benzinert:

Druck: 250 atm Gesamtdruck (242 atm  $H_2$ -Partielldruck am Ofeneingang)

Temperatur: Zwischen 19,5 u. 20,5 mV je nach der Benzinierbarkeit des Mittelöls.

Durchsatz: 1,5 kg/Ltr. Kontakt u. Std. ohne Rückführung des C-Mittelöls.

Gasmenge: 2,7 cbm Gas/kg Öl ohne Gaskreislauf.

Schwefelzugabe: 0,75 %  $CS_2$  nur Einspritzung.

Versuchsdauer: 100-200 Stunden.

Im folgenden ist die Benzinierung des bei 250 atm/22 mV erhaltenen Mittelöls derjenigen eines in 50 ccm-Öfen mit K 7846 & 250 noch stärker (bei 22,5 mV) anhydrierten und eines mit K 5058 vorhydrierten Mittelöls gegenübergestellt:



| Vorhydrierungsmittelöl                          | 7846 W-B-<br>M'01 | 7846 R-B-<br>M'01 | 5058 -<br>B-M'01 |
|---|-------------------|-------------------|------------------|
| Vorhydrierungstemperatur                        | 22 mV             | 22,5 mV           | 19 mV            |
| Spez. Gew. / 20°                                | 0,870             | 0,861             | 0,856            |
| A.P.  | + 47              | + 52              | + 44             |
| Siedegrenzen                                    | 167 - 308         | 165 - 315         | 146 - 305        |
| % Phenole                                       | 0,02              | 0,02              | 0,23             |
| % N   | 0,009             | 0,009             | 0,008            |
| <u>Benzinierung (Ofen/Blatt)</u>                | 6/4288            | 3/4237            | 7/3533           |
| Temperatur                                      | 19,5 mV           | 19 mV             | 19 mV            |
| <u>Abstreifer: Spez. Gew./20°</u>               | 0,732             | 0,744             | 0,747            |
| % - 150°  | 75                | 66                | 67               |
| <u>B1 - 150° (stabilisiert)</u><br>A.P. I/II °C | + 50 / 53         | + 51 / 54         | + 49 / 53        |
| % - 100   | 60                | 54                | 50               |
| O.Z. Mot./Mot.M. + 0,12 Pb                      | 75,5/93           | 74/90,5           | 74,5/92          |
| Vergas./B1 -150° + Vergas.                      | 21 %              | 20 %              | 20 %             |
| M'01 : 150 A.P. °C                              | + 47              | + 51              | + 45             |

Aus der Gegenüberstellung ersieht man, daß sich das 7846 - Mittelöl ausgezeichnet benziniert/lebt, daß aber zur Erzielung gleicher Ergebnisse wie mit K 5058 wenn man die Benzinierungstemperaturen mitberücksichtigt, ein A.P. von + 47° anscheinend noch nicht ganz ausreißend, sondern ein solcher von über 50° erforderlich ist, und somit ein höherer A.P. als beim 5058-Vorhydrierungsmittelöl.

Als Maßstab für die Benzinierbarkeit der verschiedenen Proben sind auf Kurvenblatt 3 die % - 150° im 6434-Abstreifer (unter Angabe der jeweiligen Benzinierungstemperatur) als Funktion des Siedepunktes des Vorhydrierungsmittelöles aufgetragen. Weitere Angaben sind der Tabelle 1 (untere Hälfte) zu entnehmen. Die Proben mit A.P. + 45° und darunter ließen sich unmittelbar in der Form, wie sie erhalten wurden, nicht mehr ohne Kontaktabklingen benziniert. Es ist anzunehmen, daß bei gleichmäßigem/Fahrweise in der Vorhydrierungsstufe, als sie hier möglich war, die Grenze der Benzinierbarkeit noch etwas tiefer liegen würde. Bei Proben mit tieferen A.P. mußte

eine Schwefelsäurewäsche der Mittelöle vorgenommen werden, wobei sämtliche Proben mit bis zu  $+ 35^{\circ}$  heruntergehenden Anilinpunkten einwandfrei benziniert waren. Die Wäsche wurde mit 50%iger  $H_2SO_4$  in einem Turm von etwa 1,5 m Höhe durchgeführt. Der chemische Raffinationsverlust ergab sich aus Bestimmungen des C-Gehaltes der Wäsche zu 0,017 und 0,034 % bezogen auf den C-Gehalt des Oles, wobei gleichzeitig 0,0055 bzw. 0,0038 % N entfernt worden waren <sup>1)</sup>. Aus dem Verhältnis C : N ist zu entnehmen, daß praktisch nur Stickstoffverbindungen von der Schwefelsäure angegriffen werden.

Aus Kurvenblatt 3 ersieht man, daß die Benziniereigenschaften nach Herausnahme kontaktschädigender Stickstoffverbindungen (welches offenbar gerade die durch  $H_2SO_4$  angreifbaren und nur bei ungenügender Aufsydrierung auftretenden sind) aus den Mittelölen eine einfache Funktion des Mittelöl-A.P. ist. Mit steigendem A.P. steigt auch die Benzinkonzentration mäßig an, wobei sich für verschiedene Benziniertemperaturen natürlich verschiedene Kurven ergeben. Der Punkt für das ungewaschene Mittelöl von A.P.  $+ 47^{\circ}$  fügt sich den Punkten für die gewaschenen Öle mit tieferem A.P. so gut an, daß anzunehmen ist, daß bei erstem Mittelöl in den hier durchgeführten nur kurzzeitigen Benzinierversuchen eine  $H_2SO_4$ -Wäsche jedenfalls keinen großen Vorteil sehr gebracht hätte; möglicherweise würde sie aber doch noch die Lebensdauer des Kontaktes erhöhen. Der für die Benziniertemperatur von ungewaschenem 5058-Mittelöl bei 19 mV erhaltene Wert liegt zwischen den für 7846 W-Mittelöle für 19 und 19,5 mV Benziniertemperatur gezeichneten Kurven. Soweit man sich hier nicht noch innerhalb der Fehlergrenze der Versuche bewegt, würde das bedeuten, daß bei gleichem A.P. der Vorhydrierungsmittelöle K 5058 eine etwa 0,3 mV tiefere Benziniertemperatur zuläßt. Die Kurven zeigen, daß man Mittelöle mit relativ niedrigem A.P. nach  $H_2SO_4$ -Wäsche noch glatt, wenn auch mit einer geringen Leistungsabgabe, benziniert kann.

1) Nach  $NH_3$ -Bestimmungen in der Wäsche. Bestimmungen des Gesamtstickstoffes des Oles vor und nach dem Waschen sind zur Erfassung dieses Betrages zu ungenau, wie sich aus Tabelle 1 ergibt, in der die N-Gehalte nach dem Waschen m.T. höher gefunden werden als vorher. Der erste der angegebenen Werte ist ein Durchschnittswert, der 2. bezieht sich auf das bei 19,5 mV erhaltene Mittelöl.

Ein Vergleich der Qualitäten der verschiedenen Benzine, die aus Mittelölen von verschiedenem A.P. erhalten wurden, ist in Kurvenblatt 4 durchgeführt. Im A.P. I ist eine deutliche Abhängigkeit vom A.P. des Vorhydrierungsmittelöles festzustellen, während der A.P. II praktisch konstant ist. Die Werte des A.P. I streuen dabei über einen weiteren (in der Abbildung schraffierten) Bereich; ein Zusammenhang mit der Benzolierungstemperatur ist nicht zu erkennen; der Wert für K 5058 liegt innerhalb des Streubereiches. Die Veränderlichkeit des A.P. I bedeutet, daß im 6434-Benzin umso mehr ringförmige Kohlenwasserstoffe (Aromaten + Naphthene) enthalten sind, je tiefer der A.P. des Vorhydrierungsmittelöles liegt, bzw. daß durch stärkere Aufhydrierung in der Vorhydrierungsstufe Ringsysteme zerstört wurden. Falls das 6434-Benzin noch dehydriert werden soll, ist daher mit Rücksicht auf Qualität und Ausbeute des DiD-Benzins ein möglichst tiefer A.P. des Vorhydrierungsmittelöles und damit die Einführung einer Schwefelsäurewäsche in der Vorhydrierung anzustreben. Im folgenden sind die Extremwerte der 6434-Benzinzusammensetzung gegenübergestellt:

| Vorhydrierungstemperatur | 19,5 mV  | 22,5 mV |
|--------------------------|----------|---------|
| Benzinzusammensetzung:   |          |         |
| Gew. % Paraffine         | 37       | 45      |
| "    " Naphthene         | 48,5)    | 51,5)   |
| "    " Aromaten          | 14,5, 63 | 3,5, 55 |

In den Oktanzahlen der stabilisierten, auf 60 % bis 100% eingestellten Benzine sowie in den auf stabilisiertes Benzin bezogenen Vergasungen sind keine eindeutige Zusammenhänge mit dem A.P. der Vorhydrierungsmittelöle zu erkennen (vgl. Kurvenblatt 4).

Die Anilinpunkte der C-Mittelöle, die hier nicht zurügeführt wurden, sind von denen der E-Mittelöle kaum verschieden; nur bei den wasserstoffärmsten Ausgangsölen findet eine geringe Aufhydrierung statt.

Vergleich mit Kontakt 7846 (Conexds-Holzbohn-Elekt).

Die Ergebnisse mit K 7846 + 250 sollen abschließend noch kurz mit früheren mit Z 7846 verglichen werden (vgl. Ber. 18 114 1 v. Dr. Koitz v. 27.1.41). K 7846 ergab bei gleicher Temperatur erheblich niedrigere Anlaufpunkte im Vorhydrierungsmittel entsprechend seines geringeren Gehalt an aktiven Komponenten (60 g  $\text{MoO}_3$  + 30 g  $\text{Ni}_2\text{O}_3$  pro Ltr.). Bei 22,5 mV, 250 atm und Durchsatz 1,0 wurde ein mit Koitz + 37,5° gut benutzbares Material erhalten, das im Phenolgehalt sich mit 0,02 den hier gezeichneten Phenolkurven einfügt, im Gesamtstickstoffgehalt mit 0,009 % aber anscheinend über der jetzigen N-Kurve lag. Der A.P. des Vorhydrierungsbenzins lag mit 55° niedriger als bei Z 7846 + 250, die Ionizierungsrate (unter Berücksichtigung der verschiedenen Siedekurven des damals und der jetzt verwendeten Sumpfmittels) vergleichbar. Das 7846-Mittel ließ sich trotz seines niedrigen A.P. und des relativ hohen Gesamt-N-Gehaltes ohne  $\text{H}_2\text{SO}_4$ -Wäsche benutzieren (Vorteil des Molybdän gegenüber dem Wolfram?), wobei die Benzinkonzentration im 6434-Abtreiber mit 60 % bei 19,5 mV Benzinhierungstemperatur bemerkenswertweise genau auf die 19,5 mV-Kurve von Eisenblatt 3 fällt. Entsprechendes gilt auch für die Benzineigenschaften (A.P. I und II; O.Z.). Demnach ist der Vorteil in der OED-Anlage und eine Erniedrigung des Wasserstoffverbrauches, die bei Kontakten vom Typ 7846 gegenüber K 5000 sich ergeben hatten, beim K 7846 + 250 nicht vorhanden. Sie werden erst durch Einführung einer  $\text{H}_2\text{SO}_4$ -Wäsche für das Vorhydrierungsmittel ermöglicht.

Gemeinsam mit

Dr. Bonath  
 " Peters  
 " Nonnenmacher  
 " Günther  
 " Fürst  
 " Dehn.

gez. Reitz

| Ofen 315 / 1 Ltr. K 8376<br>Fab 4-8, 735 g |                       | Steinkohle-Mittelöl |              |                  |   |                  |
|--|-----------------------|---------------------|--------------|------------------|---|------------------|
| Datum 1941                                 |                       | 21.9.<br>abc        | 29.9.<br>abc | 5.10.<br>abc     |   |                  |
| Betriebs-Stunden                           |                       | 120                 | 312          | 456              |   |                  |
| Druck atm                                  |                       | 250                 | --           | --               |   |                  |
| Temp. MV/40° Klemmentemp.                  | Ausgangs-<br>material | 22                  | --           | 21               |   |                  |
| Durchsatz kg/Ltr./Std.                     | P 1271 red.           | 0,8                 | --           | --               |   |                  |
| obm Gas / kg Öl                            | v. 28.7.              | 3,1                 | --           | --               |   |                  |
| % P 471                                    | 41                    | 0,4                 | --           | --               |   |                  |
| Benzinkonzentration -150°                  |                       | 11,6                | 11,3         | 9,3              |   |                  |
| <b>Vorhydrierung:</b>                      |                       |                     |              |                  |   |                  |
| Benzin: Spez. Gew.                         |                       | 0,773               | 0,770        | 0,772            |   |                  |
| A.P. I °C                                  |                       | + 38,5              | + 38         | + 36,5           |   |                  |
| Siedebeginn (ASTM)                         |                       | 92                  | 89           | 89               |   |                  |
| % - 100                                    |                       | 21,5                | 19           | 24,5             |   |                  |
| Endpunkt °C                                |                       | 148/98              | 155/98,5     | 149/93           |   |                  |
| B-M-Öl: Spez. Gew.                         | 0,972                 | 0,863               | 0,866        | 0,870            |   |                  |
| A.P. °C                                    | -11,5                 | + 49,2              | + 46,5       | + 45,5           |   |                  |
| Siedebeginn °C                             | 185                   | 157                 | 164          | 166              |   |                  |
| % - 200°                                   | 3                     | 24,5                | 16           | 15               |   |                  |
| % - 250°                                   | 42                    | 67                  | 61           | 59,5             |   |                  |
| Endpunkt °C                                | 322/99                | 300                 | 305/98,5     | 310/99           |   |                  |
| Phenole                                    | --                    | <0,02               | 0,005        | 0,05             |   |                  |
| Stickstoff                                 | --                    | 0,009               | 0,003        | 0,008            |   |                  |
| <b>Vorhydrierungsmittelöl</b>              |                       |                     | 29.9.        | 5.10.            |   |                  |
| <b>Für Benziniierung</b>                   |                       |                     |              | unge-<br>waschen | H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> -<br>gewaschen | unge-<br>waschen |
| Spez. Gewicht/20°C                         |                       |                     | 0,870        | 0,872            | 0,872   | 0,870            |
| A.P.                                       |                       |                     | 47           | 45               | 46  | 42               |
| Siedegrenzen                               |                       |                     | 167/308      | 165/310          | 165/308                                       | 140/308          |
| % Phenole                                  |                       |                     | 0,02         | 0,05             | 0,03  | 0,1              |
| % N (Best. Lu)                             |                       |                     | 0,009        | 0,000            | 0,004   | 0,000            |
| mg N (Best. Me)                            |                       |                     | --           | --               | --  | --               |
| <b>Benziniierung (Ofen/Ofen-<br/>blat)</b> |                       |                     | 6/4288       | 6/4288           | 6/4288  | 7/4288           |
| Temp. mV                                   |                       |                     | 19,5         | 19,5             | 19,5  | 20,5             |
| Spez. Gew. Anfall/20°C                     |                       |                     | 0,732        | 0,785            | 0,760   | 0,792            |
| % - 150°                                   |                       |                     | 75           | 40               | 59  | 46               |
| AP C-Mittelöl                              |                       |                     | 47           | 46               | 47  | +41              |
| Benzin stabilis. Leistung                  |                       |                     | 1,00         | 0,57             | 0,85  | 0,66             |
| A.P. I/II                                  |                       |                     | unstab.      | unstab.          | unstab.                                       | unstab.          |
| O.Z. M.M./M.M. + 0,12% Pb                  |                       |                     | 50/53        | 48/52            | 48/---  | 46/---           |
| % - 100°                                   |                       |                     | 75,5/93      | 75/92,5          | --  | --               |
| Vergasung (V/Bi + V)                       |                       |                     | 60           | 61               | 52  | 47               |
| Beurteilung d. Benzini-<br>barkeit         |                       |                     | 21           | 19               | --  | --               |
|  |                       |                     |              | lingt<br>ab      | +   | klings<br>ab     |

\*) Kont. hatte durch das ungewaschene K'Öl etwas an Aktivität verloren.

Anthracit-Mittelöl Scholven:

| 5.10. abc                                      | 7.10. o   | 10.10. abc  | 16.10. abc                                   | 17.10. c                                      | 20.10. bc   | 26.10. ab                                    |
|--|---|---|--|---|---|--|
| 456  | 504   | 576   | 720  | 740   | 812   | 918  |
| --   | --  | --  | --   | 200   | --  | --   |
| 21   | 20  | 19,5  | 21   | --  | 20  | --   |
| --   | --  | --  | --   | --  | --  | 0,4  |
| --   | --  | --  | --   | --  | --  | 3,0  |
| 6,5  | 7,4   | 11,6  | 13,0   | 13,0  | 9,8   | 3,5  |
| 0,772<br>+ 36,5<br>89<br>24,5<br>149/99        | 0,776<br>+ 37<br>93<br>9                                  | 0,777<br>+ 35,5<br>90<br>22,5                                   | 0,776<br>+ 37<br>92<br>21                    | 0,755<br>+ 35,5<br>90<br>18                   | 0,776<br>(+ 35,5)<br>93<br>17,5                             | 0,776<br>+ 36,2<br>90<br>23,5                |
| 151/98   | 155/98  | 150/98,5  | 148/98                                       | 153/98,5                                      | 150/98  |  |
| 0,870<br>+ 45,5<br>166<br>15<br>59,5<br>310/99 | 0,868<br>+ 43<br>147<br>21<br>60,5<br>312/99              | 0,876<br>+ 40<br>140<br>22,5<br>57<br>313/99                    | 0,871<br>+ 45,5<br>174<br>12<br>58<br>310/99 | 0,876<br>+ 40<br>165<br>13,5<br>56<br>310/99  | 0,893<br>+ 35,5<br>161<br>17,5<br>51,5<br>322/98,5          | 0,860<br>+ 45,5<br>140<br>17<br>51<br>308/99 |
| 0,005<br>0,008                                 | 0,07<br>0,012   | 0,19<br>0,020   | --<br>--                                     | --<br>0,006                                   | 0,23<br>0,015   | 0,03<br>0,011                                |
| unge-<br>waschen                               | 7.-9.10.<br>H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> -<br>gewaschen | 10.-<br>11.10.<br>H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> -<br>gewaschen | 17.-20.10.<br>unge-<br>waschen               | H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> -<br>gewaschen | 20.-22.10.<br>H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> -<br>gewaschen | 22.-<br>26.10.                               |
| 0,872  | 0,870   | 0,874   | 0,878  | 0,878   | 0,882   | 0,870  |
| 45   | 42  | 42  | + 40   | + 40  | + 33  | + 44   |
| 165/310  | 140/307   | 150/310   | 158/314                                      | 160/310                                       | 145/313   | 143/308                                      |
| 0,05   | 0,10  | <0,02(?)  | 0,13   | 0,13  | 0,24  | 0,13   |
| 0,004  | 0,006   | 0,008   | 0,007  | 0,001   | 0,011   | 0,006  |
| --   | --  | --  | --   | 1,7   | 4,0   | 6,5  |
| 288  | 7/4310  | 7/4322  | 3 / 4334                                     | 12/4383                                       | 6/4394  | 6/4394                                       |
| 20,5   | 20,5  | 19,5  | 20,5   | 20  | 20  | 19,5   |
| 0,765  | 0,792   | 0,740   | 0,748  | 0,745   | 0,762   | 0,778  |
| 40   | 46  | 68  | 68   | 70  | 61  | 49   |
| 46   | +41   | +42   | +44  | +44   | +41   | +47  |
| 0,85   | 0,66  | 0,95  | 0,83   | 0,84  | 0,63  | 0,68   |
| unstab.  | unstab.   | unstab.   | unstab.                                      | unstab.                                       | unstab.   | unstab.                                      |
| 8/52   | 46/--   | 48/53   | 42/53  | 49/53   | 48/53   | 47/52  |
| 792,5  | --  | 76/93   | 75/92  | 74/--   | 76/--   | 74/92,5                                      |
| 51   | 52  | 47  | 60   | 61  | 50  | 61   |
| 19   | --  | 15,2  | 18   | 17,5  | 17,5  | --   |
| lingt  | +) klingt   |   |  | lingt   |   | lingt  |
| ab   | ab  |   |  | lange.ab                                      |   | ab   |

licht verloren.

2271 red. 287  
 22, 0 mm  
 10, 8. 6. 1911  
 2.50 mm

21,0 mm

Streckstoff

Nitrophenole

im Mittelöl

spezif. Gewicht Mittelöl

Mitteltemperaturpunkt

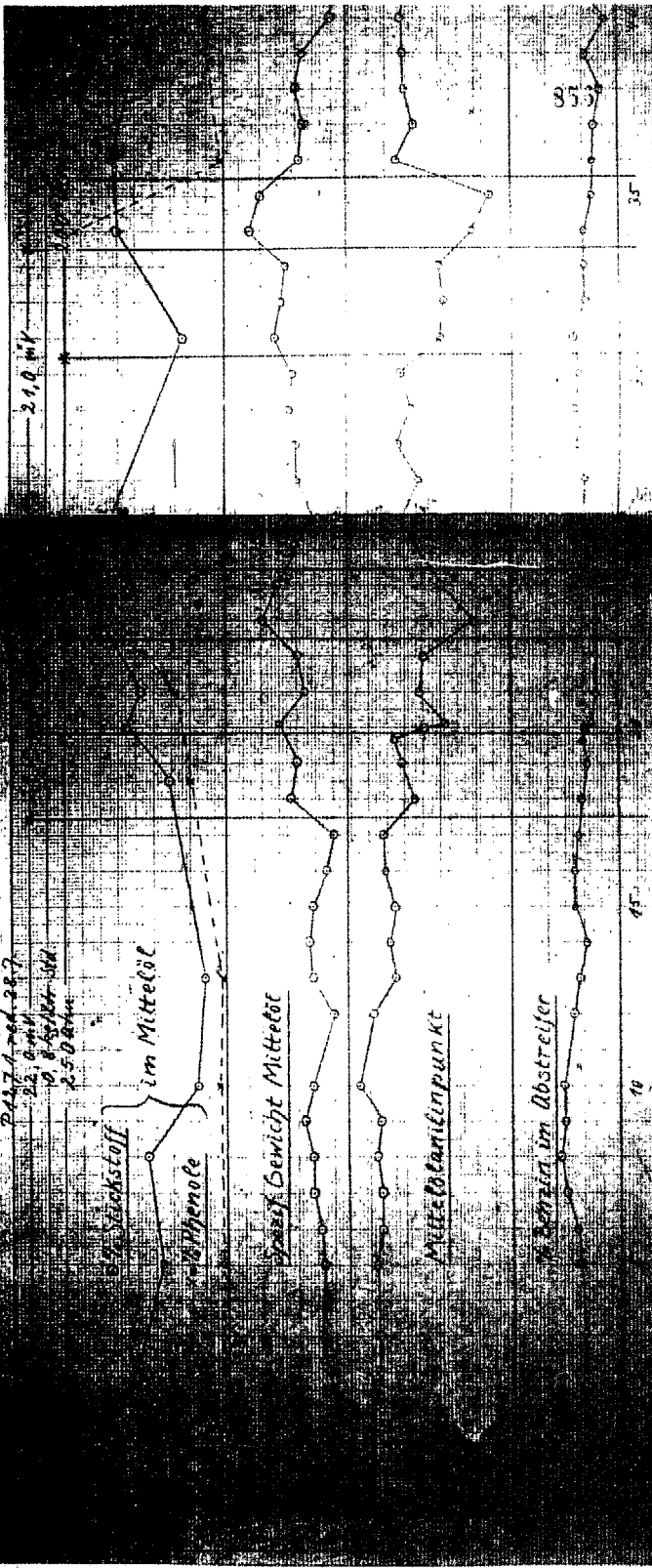
Benzen im Abstreifer

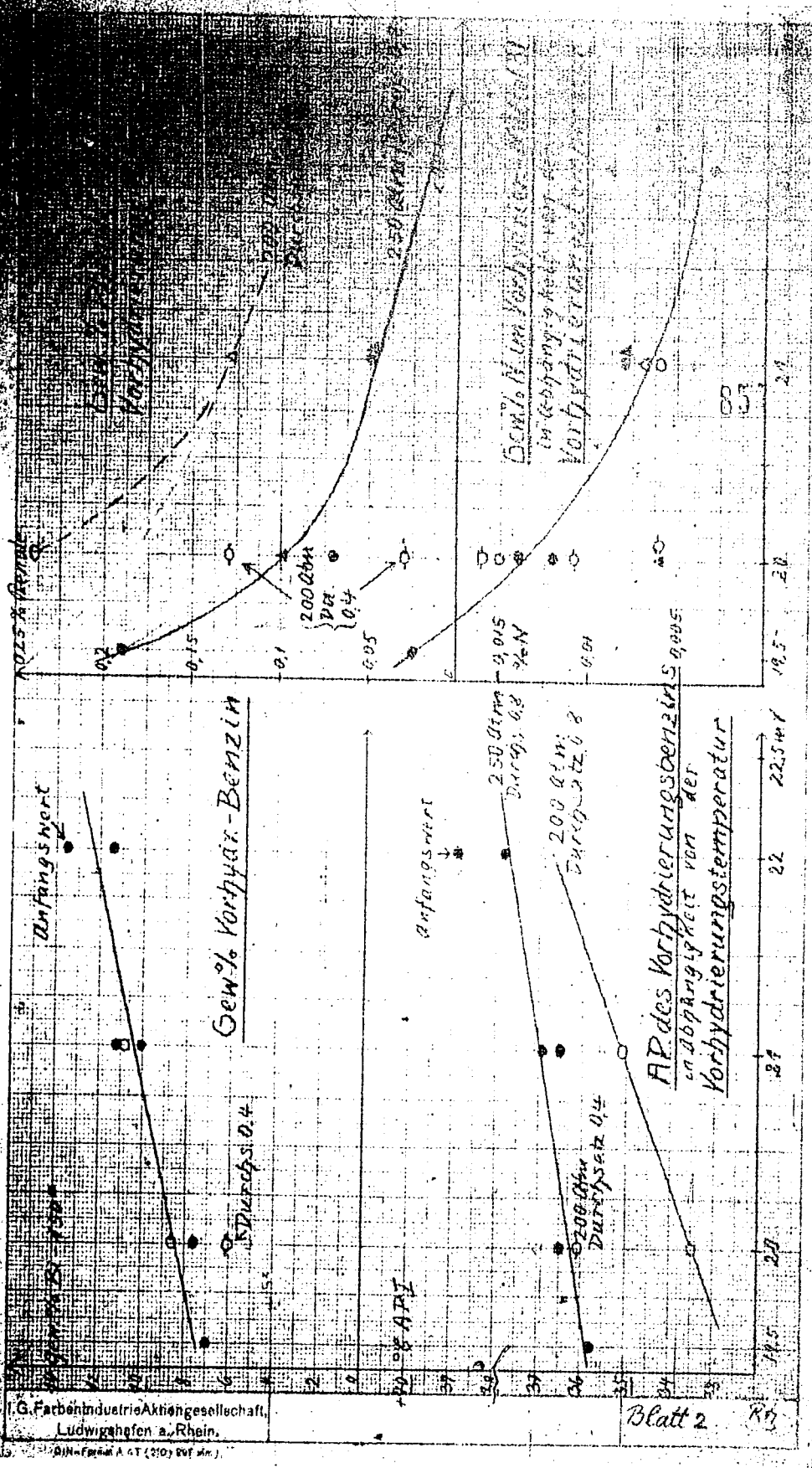
853

10

45

35



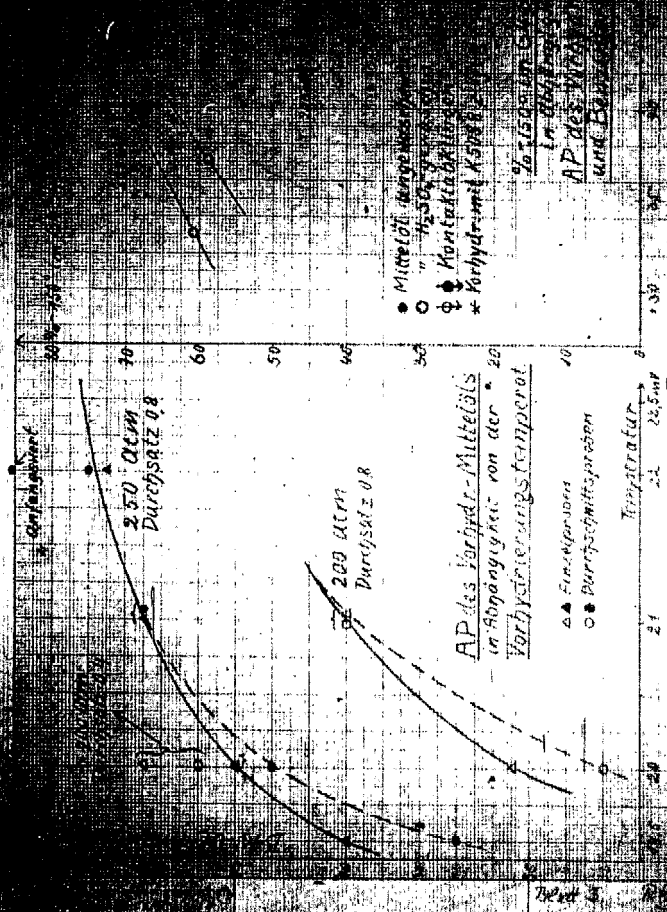


G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft,  
Ludwigshafen a. Rhein.

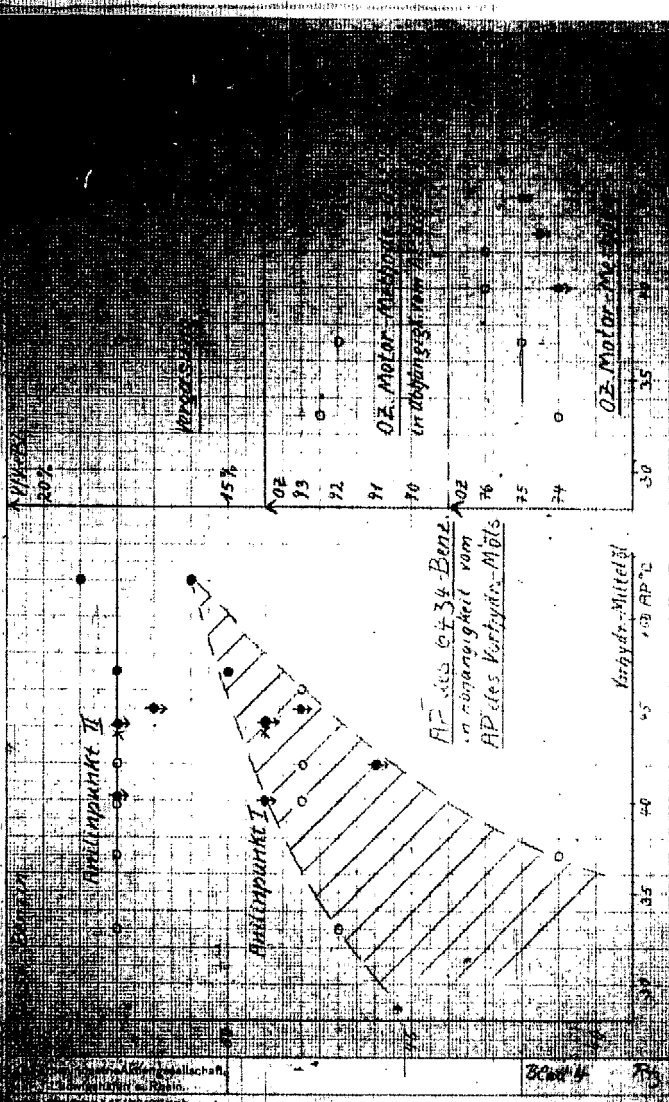
Blatt 2 K<sub>12</sub>

Handwritten notes at the top of the page, including "No. 215" and other illegible text.





Wert 3



V.M.-%  
 20%  
 45%  
 70  
 73  
 72  
 71  
 70  
 77  
 76  
 75  
 74  
 30 35 40 45 50

Benzol  
 30 35 40 45 50

TITLE PAGE

8. 5058/6434-Vergleichs-Versuche für Scholven  
und Gelsenberg.  
5058/6434 comparative experiments for  
Scholven and Gelsenberg.

Frame Nos. 860 - 869

*Handwritten notes:*  
d. ...  
Gruppe ...  
...  
10-1

⑧ 5058/6434-Vergleichs-Versuche für Scholven und Gelsenberg.  
=====

a) Zweck der Versuche:

In Scholven und Gelsenberg wurden im Frühjahr bzw. Sommer 1940 besonders in der 6434-Stufe ziemlich kleine Leistungen an L-Benzin erhalten. Daraufhin wurden in Ludwigshafen Vergleichsversuche mit den 5058- bzw. 6434-Einspritzprodukten dieser Werke durchgeführt, um aufzuklären, worauf diese kleinen Leistungen zurückzuführen sind.

b) Durchführung der Versuche.

I.) Mit frischem 5058 wurden die 5058-Einspritzprodukte dieser Werke vorhydriert und die Ergebnisse den Ergebnissen in den Werken selbst gegenübergestellt (vgl. Tabelle I).

II.) Über frischen 6434 wurden benzinisiert

A: Die 6434-Einspritzprodukte der Werke

B: Die 5058-B-Mittelöle aus den hiesigen Versuchen I und die Ergebnisse den Ergebnissen in den Werken selbst gegenübergestellt (Tabelle II).

Auf Tabelle III sind für die einzelnen Vergleichsversuche die Leistungen und Vergasungen in jeder der beiden Stufen, sowie bezogen auf den gesamten Gasphaseprozess, angeführt, ferner die Qualitäten der entsprechenden Gasphasenbenzine.

Diskussion der Ergebnisse:

A: Unterschiede in den Kleinversuchen für Scholven und für Gelsen-  
berg.

Bei der Betrachtung der beiden Versuche (Tabelle III), wo Vorhydrierung und Benzinierung in Ludwigshafen ausgeführt wurden, fällt zunächst auf, dass mit beiden Mittelölen etwa dieselbe Leistung erhalten wurde, dass aber dazu bei dem Gelsenberger Mittelöl in der Vorhydrierung eine um 1 MV, in der Benzinierung um 1/2 MV höhere Temperatur nötig war, als bei dem Scholvener Sumpf-Mittelöl. Vielleicht ist dies der Grund dafür, dass in Gelsenberg noch geringere Leistungen erhalten werden als in Scholven, obgleich die Kontakte in Scholven schon viel längere Betriebszeiten hinter sich haben als die in Gelsenberg.

B: Unterschiede Kleinversuch - Grossanlage.

Weiterhin ist aus Tabelle III zu ersehen, dass die Mehrleistungen die beim Kleinversuch gegenüber dem Grossversuch zu erzielen sind, etwa zu gleichen Teilen in der 5058- bzw. 6434-Stufe begründet liegen. Dies zeigt deutlich folgender Tabellenauszug:

A

| Ausgangsprodukt                                   | Scholvener S-Mittelöl | Gelsenberger S-Mittelöl |
|---|-----------------------|-------------------------|
| Leistung für                                      |                       |                         |
| 1.) 5058 Grossanlage<br>6434 Grossanlage          | 0,331                 | 0,258                   |
| 2.) 5058 Grossanlage<br>6434 Kleinversuch         | 0,396                 | 0,358                   |
| 3.) 5058 Kleinversuch<br>6434 Kleinversuch        | 0,464                 | 0,454                   |
| Leistungsverbesserung<br>Grossanlage-Kleinversuch | 0,133                 | 0,196                   |
| Davon beruht auf 6434: 2)-1)<br>= %               | 0,065<br>49           | 0,100<br>51             |
| Davon beruht auf 5058: 3)-2)<br>= %               | 0,068<br>51           | 0,096<br>49             |

Der äussere Grund für die Leistungsunterschiede Grossanlage - Kleinversuch liegt in den geringeren Durchsätzen der Grossanlage. Diese sind bedingt einmal durch technische Notwendigkeiten, wie Kreislaufgas usw., zum anderen aber liegt darin auch ein gewisser Sicherheitsfaktor (Beherrschung der Reaktion, Wärmetönung!), auf den im Kleinversuch verzichtet werden kann (Abstrahlung) und auch verzichtet wird. Trotz der geringeren Durchsätze der Grossapparatur wirken sich aber Kreislaufgas, Kontaktalter und andere ungünstige Faktoren gegenüber den Kleinversuchen so aus, dass zur Erreichung derselben Effekte (Raffination, Hydrierwirkung, Spaltwirkung) 40-60° höhere Temperaturen benötigt werden als im Kleinversuch.

In der Qualität der erzeugten Benzine bzw. Zwischenprodukte besteht zwischen Kleinversuch und Grossanlage ein merklicher Unterschied nicht bzw. es können die Qualitäten durch geringe Änderungen der Betriebsbedingungen sehr nahe einander angeglichen werden. Besonders auffallend ist, dass die Grossanlagen trotz wesentlich höherer Arbeitstemperaturen nicht aromatischere Benzine erhalten als es im Kleinversuch der Fall ist.

Erwähnenswert ist, dass in beiden 6434-Kleinversuchen für Gelsenberg positive Doktor-Teste erhalten wurden (für Scholven nicht). Vom 6434 in Gelsenberg ist uns hier nichts nachteiliges bekannt. Vielleicht wäre hier eine Nachfrage am Platze.

Ein typischer Unterschied zwischen Grossanlage und Kleinversuch verdient noch besonders hervorgehoben zu werden:

In der Vorhydrierung enthält in den Grossanlagen der Abstreifer bedeutend mehr Benzin als im Kleinversuch. Dies beruht zum geringen Teil auf Verschiedenheiten in der Destillation (Kolonnenlänge, scharfes Abschneiden). Der Hauptgrund hierfür ist wohl die höhere Temperatur im 5058-Ofen.

#### G: Praktische Folgerungen für die Gross-Anlagen.

- A) In Scholven leistet das System 5058/6434 nach durchschnittlich 1 bis 2-jähriger Kontaktlebensdauer mehr als 70 % von dem, was mit frischen Kontakten im Kleinversuch zu erreichen ist. Das ist immerhin ziemlich viel, zumal, wenn man bedenkt, dass das Fahren mit Kreislaufgas mit seinem höheren  $\text{NH}_3$ -Spiegel und seinem geringeren  $\text{H}_2$ -Partialdruck schon einen gewissen Nachteil gegenüber der Über-Dach-Entspannung bei geradem

Gasdurchgang bedeutet. Wenn auch die 6434-Leistung in Scholven nicht hoch ist, dürfte eine wesentliche Erhöhung der 5058 + 6434-Leistung in Scholven kaum zu erreichen sein.

B) In Gelsenberg leistet das System 5058/6434 nach 44-42-jähriger Kontaktlebensdauer nur 57 % von dem, was mit frischen Kontakten im Kleinversuch zu erreichen ist und nur 78 % von dem, was viel ältere Kontakte in Scholven leisten. Wenn man auch in Rechnung stellt, dass das A-Mittelöl Gelsenberg in vergleichenden Kleinversuchen (Abschnitt A der Diskussion) nicht ganz so gute Ergebnisse in der 5058/6434-Benzinierung gab wie das Scholvener A-Mittelöl, so erscheint es doch nach dem vorliegenden Zahlenmaterial wahrscheinlich, dass die Leistungen in Gelsenberg durch geeignete betriebliche Massnahmen noch gehoben werden könnten, sofern nicht die Aktivität des einen oder anderen Kontaktes schon irreversibel geschädigt ist.

Im einzelnen wäre zur Verbesserung der Leistung zu prüfen:

- 1.) Hebung des  $H_2$ -Partialdruckes und damit Senkung des  $NH_3$ -Spiegels in der 6434-Stufe durch Zugabe des gesamten Frischgases in die 6434-Stufe. Diese Massnahme hat schon in Scholven (zu späterem Termin als die hier mitgeteilten Scholvener Ergebnisse) deutlichen Erfolg gehabt.
- 2.) Erhöhte Schwefelung der 5058- und (oder) der 6434-Einspritzprodukte. Diese Massnahme wurde Herrn Dr. Jacob schon anlässlich seines Besuches in Lu 558 am 27.9.40 empfohlen.
- 3.) eine Verbesserung der Kreislaufgaswäsche, und zwar a) der Wasserwäsche im Hinblick auf den  $NH_3$ -Partialdruck (evtl. Säure-Wäsche)

b) der Ölwäsche im Hinblick auf den Kohlenwasserstoff-Spiegel und damit auch den  $H_2$ -Partialdruck.

Sofern alle diese Massnahmen nicht den gewünschten Effekt haben sollten, muss mit einer irreversiblen Schädigung des einen oder anderen Kontaktes gerechnet werden, sodass nur teilweiser oder völliger Ersatz der alten Kontakte durch neue zum Ziele führen würde.

Das für Gelsenberg gesagte gilt mit Einschränkungen auch für Scholven.

Gemeinsam mit  
Dr. Peters  
Dr. Graßl  
Trofimow  
Dr. Fürst

gez. Günther.

Anlagen:  
3 Tabellen



Tabellc I

867

Vorhydrierung von S'Mittelölen aus Scholven und Gelsenberg.

| Ausgangsprodukt              | Scholvener S'Mittelöl (P 1271) |                  | Gelsenberger S'Mittelöl (P 1439) |          |                     |
|------------------------------|--------------------------------|------------------|----------------------------------|----------|---------------------|
| spez. Gewicht/Anilinpunkt °C | 0,958/-14                      |                  | 0,952/-20                        |          |                     |
| Siedebeginn °C               | 160                            |                  | 68                               |          |                     |
| % -180°C                     | 6                              |                  | 10                               |          |                     |
| % -325°C                     | -                              |                  | 94                               |          |                     |
| Sieheende °C                 | 324                            |                  | 337                              |          |                     |
| Elementaranalyse             | 86,95                          |                  | 87,18                            |          |                     |
| C                            | 9,56                           |                  | 9,08                             |          |                     |
| H                            | 2,64                           |                  | 3,27                             |          |                     |
| N                            | 0,77                           |                  | 0,30                             |          |                     |
| S                            | 0,09                           |                  | 0,17                             |          |                     |
| H/100 C                      | 10,99                          |                  | 10,41                            |          |                     |
| H disp./100 C                | 10,42                          |                  | 9,86                             |          |                     |
| Phenolgehalt %               | 18,1                           |                  | 15                               |          |                     |
| A.Pkt./spez. Gew.            | 180-210°C                      |                  | -6/0,926                         |          |                     |
|                              | 210-230                        |                  | -24/0,968                        |          |                     |
|                              | 240-270                        |                  | -31/0,986                        |          |                     |
|                              | 280-310                        |                  | -38/0,998                        |          |                     |
| Vorhydrier. Beding.          | P (at)                         | 250              | 250                              | 253      | 250                 |
|                              | T °C                           | 418              | 374                              | 418      | 391                 |
| Durchsatz (kg/Ltr./h)        |                                | ca. 0,75         | 1,0                              | 0,68     | 1,0                 |
| Gas : Öl (cbm/kg)            |                                | ca. 3,0          | 3,0                              | 4,0      | 3,0                 |
| Zusatz                       |                                | ohne S           | 1 % CS <sub>2</sub>              | 0,3 % S  | 1 % CS <sub>2</sub> |
| Kontakt                      |                                | 5058             | 5058                             | 5058     | 5058                |
| Anfall spez. Gew./A.Pkt.     |                                | ca. 0,830/39     | 0,844/40                         | 0,812/38 | ca. 0,830/40        |
| darin % Benzin -150°C        |                                | 37               | 19                               | 37       | 22                  |
| % Mittelöl >150°C            |                                | 63               | 81                               | 63       | 78                  |
| V/E %                        |                                | ca. 3,0          | 1,8                              | ca. 3,0  | 2,1                 |
| Mittelöl: spez. Gew.         |                                | ca. 0,850        | 0,856                            | 0,855    | 0,858               |
| Anilin-Punkt °C              |                                | 39               | 44                               | 40       | 42,5                |
| Siedebeginn °C               |                                | 155              | 146                              | 163      | 148                 |
| Sieheende °C                 |                                | 285              | 305                              | 310      | 308                 |
| Phenolgehalt %               |                                | 0,13             | 0,23                             | 0,03     | 0,11                |
| N-Gehalt %                   |                                | 0,012            | 0,010                            | 0,014    | 0,012               |
| Ofen/Blatt                   |                                | Scholven 17/3504 | Gelsenberg 22/3510               |          |                     |
| Weiterverarbeitet a)         |                                | Scholven         | Gelsenberg                       |          |                     |
| b)                           |                                | 11/3503          | 7/3530                           | 10/3509  | 5/3537              |

Tabelle II

Benzinierungen von B-Mittelölen aus Scholvenen und Gelsenberger S-Mittelölen.

| Ausgangsprodukt                    | aus Scholvenen Mittelölen                      |  | aus Gelsenberger Mittelölen                      |  |
|------------------------------------|--|--|--|--|
|                                    | 5058-B-M'81<br>Scholven<br>(= P 1422<br>>150°) | 5058-B-M'81<br>Scholven<br>(= P 1422<br>>150°) | 5058-B-M'81<br>Gelsenberg<br>(= P 1440<br>>150°) | 5058-B-M'81<br>Gelsenberg<br>(= P 1440<br>>150°) |
| spez. Gew./Anilin-Pkt. °C          | ca. 0,850/39                                   | ca. 0,850/39                                   | 0,855/40   | 0,855/40   |
| Siedebeginn °C                     | 155  | 155  | 163  | 148  |
| Siedende °C                        | 285  | 285  | 310  | 308  |
| Phenolgehalt %                     | 0,13   | 0,13   | 0,03   | 0,11   |
| N-Gehalt %                         | 0,012  | 0,012  | 0,014  | 0,012  |
| Benzinierung in<br>Ofen/Blatt      | Scholven<br>-                                  | In<br>11/3503                                  | Gelsenberg<br>-                                  | In<br>10/3509                                    |
| Bedingungen F (at)<br>T (°C)       | 250<br>ca. 22,5                                | 250<br>19                                      | 250<br>ca. 22,5                                  | 250<br>19,5                                      |
| Durchsatz (kg/ltr./h)              | ca. 0,85                                       | 1,5  | ca. 0,62   | 1,5  |
| Gas: Öl (cbm/kg)                   | 2,0  | 2,5  | 2,4  | 2,5  |
| Zusatz                             | mit S  | 0,75% CS <sub>2</sub>                          | mit S  | 0,75% CS <sub>2</sub>                            |
| Kontakt                            | 6434   | 6434   | 6434   | 6434   |
| Anfall: spez. Gew.                 | 0,740  | 0,763  | 0,762  | 0,756  |
| % Benzin -150° unstab.             | 58   | 56   | 54   | 53   |
| Leistung -150° "                   | 0,46   | 0,75   | 0,30   | 0,69   |
| Vergasung unstab.                  | ca. 14   | 17,4   | ca. 15   | 20,3   |
| Benzin stabilisiert<br>% in Anfall | 53   | 51   | 50   | 49   |
| Leistung                           | 0,42   | 0,68   | 0,28   | 0,64   |
| Vergasung %                        | 21,7   | 24,7   | 22,0   | 24,0   |
| Dampfdruck atm                     | 0,52   | 0,52   | 0,52   | 0,55   |
| spez. Gewicht °C                   | 0,720  | 0,725  | 0,732  | 0,722  |
| Anilin-Punkt °C                    | 53   | 45,5   | 47   | 47   |
| Siedebeginn °C                     | -  | 50   | -  | 50   |
| % - 70° C                          | -  | 15   | -  | 17   |
| -100                               | 69   | 59   | 65   | 65   |
| -120                               | -  | 82   | -  | 83   |
| -150                               | 0  | 0  | -  | 0  |



Tabelle III

869

Mischbenzine aus 5058- und 6434-Stufe.

| Ausgangsprodukt                   | Scholvener S'Mittelöl                                  |  |          | Gelsenberger S'Mittelöl                                |  |          |
|-----------------------------------|--|--|----------|--|--|----------|
|                                   | Scholv.<br>Scholv.                                     | Scholv.<br>Lu  | Lu<br>Lu | Gelsenb.<br>Gelsenb.                                   | Gelsenb.<br>Lu   | Lu<br>Lu |
| In 5058-Stufe:                    |  |  |          |  |  |          |
| Temperatur °C                     | 418  | 418  | 374      | 418  | 418  | 391      |
| Durchsatz                         | ca.0,75  | ca.0,75  | 1,0      | 0,68   | 0,68   | 1,0      |
| Leistung                          | ca.0,27  | ca.0,27  | 0,19     | 0,24   | 0,24   | 0,22     |
| Vergasung %                       | ca.17  | ca.17  | 8,3      | ca.20  | ca.20  | 9        |
| In 6434-Stufe                     |  |  |          |  |  |          |
| Temperatur °C                     | ca.434   | 400  | 374      | ca.434   | 391  | 383      |
| Durchsatz                         | ca.0,95  | 1,5  | 1,5      | ca.0,62  | 1,5  | 1,5      |
| Leistung                          | 0,42   | 0,68   | 0,82     | 0,28   | 0,64   | 0,77     |
| Vergasung %                       | 21   | 24,7   | 20,6     | 22,0   | 27,0   | 24,4     |
| Auf gesamten Hochdruckraum:       |  |  |          |  |  |          |
| Leistung                          | 0,331  | 0,396  | 0,464    | 0,258  | 0,358  | 0,454    |
| Vergasung %                       | ca.20,0  | 21,4   | 18,1     | 20,0   | 23,6   | 20,7     |
| Misch-Verhältnis 5058:6434-Benzin | 42:58. 1)  | 33:67 2)   | 25:75    | 42:58 3)   | 43:57 4)   | 25:75    |
| Ges.Bi spez.Gew/20°               | 0,741  | 0,734  | 0,736    | 0,748  | 0,733  | 0,736    |
| Anilinpunkt °C                    | 46   | 44   | 46       | 41   | 44   | 45       |
| Siedebeginn °C                    | -  | 50   | 58       | 49   | 53   | 54       |
| % - 70 °C                         | -  | 10   | 4        | 6  | 9  | 7        |
| -100                              | 50   | 50   | 47       | 52   | 58   | 48       |
| -150                              | -  | 96   | 96       | 97   | 95   | 93       |
| Sieende °C                        | 155  | 155  | 154      | 152  | 160  | 160      |
| Dampfdruck atm                    | -  | 0,48   | 0,37     | ca.0,45  | 0,44   | 0,41     |
| Tests:                            |  |  |          |  |  |          |
| Doktor-Test                       | gut  | gut  | gut      | gut  | positiv  | positiv  |
| Cu-Streifen                       | gut  | gut  | gut      | gut  | gut  | gut      |
| Oktanahlen:                       |  |  |          |  |  |          |
| Motor-Methode                     | 74,5   | 75,5   | 73       | 74,5   | 76,5   | 74       |
| Mot.-M.+0,09 Pb                   | -  | 91,0   | 90       | 90,0   | 90,5   | 89       |
| Mot.-M.+0,12 "                    | -  | -  | 91,5     | -  | 92,5   | -        |
| % Paraffine                       | -  | 38   | 35       | -  | 37   | 37       |
| Naphthene                         | -  | 53   | 59       | -  | 55   | 56       |
| Aromaten                          | -  | 8  | 5        | -  | 7  | 6        |
| Ungesättigte                      | -  | 1  | 1        | -  | 1  | 1        |
| Bemerkungen                       | 1) aus<br>briefli-<br>chen An-<br>gaben er-<br>rechnet | 2) aus<br>5058-Ab-<br>streifer<br>Scholven<br>berech-<br>net |          | 3) aus<br>briefli-<br>chen An-<br>gaben er-<br>rechnet | 4) aus<br>5058-Ab-<br>streifer<br>Gelsen-<br>berg be-<br>rechnet |          |

TITLE PAGE

9. Gegenüberstellung von Gelsenberg- und  
Scholven-Hydrierprodukten.  
Comparison of Gelsenberg- and  
Scholven hydrogenation products.

Frame Nos. 870 - 881

Ab schrift:

101 *P. J. J. J.*

Buer-Scholven, den 12. Juni 1940 Boh

Aktennotiz betr.

879

⑨ Gegenüberstellung von Gelsenberg- und Scholven-Hydrierprodukten.

Im Folgenden sind in Scholven ausgeführte Analysen der Produkte der Gelsenberg-Benzin A.G. vom Februar und Mai 1940 und unseres Werkes vom März und Mai 1940 zusammengestellt. Um Zufallsergebnisse tunlichst auszuschalten, sind jeweils wenigstens zwei Analysenreihen durchgeführt. Schon die Gegenüberstellung der Analysen der gleichen Werke unter sich zeigt Unterschiede, die bei Scholvenener Gasphasenprodukten besonders gross sind und hier auf die inzwischen verbesserte Fahrweise zurückzuführen sind.

Darüberhinaus zeigen sich aber einzelne Unterschiede zwischen den Werken, die durch die verschiedene Fahrweise bedingt sind. So macht dieser sich in der Dampfphase in der Weise geltend, dass Gelsenberg einen weitergehenden Abbau hat und in der Asche das Eisen so stark anreichert (Tabelle 2), dass eine Wiedergewinnung vielleicht zu erwägen ist. Dieser weitergehende Abbau bewirkt aber auch eine weitergehende Zerstörung der aromatischen Struktur, was sich in einem niederen C-Gehalt des Gelsenberg A-Mittelöls (Tabelle 4) zu erkennen gibt, und sich bei den A-Benzinen (Tabelle 5) wiederholt. Hier macht der mehr als doppelt so hohe Aromatengehalt des Scholven A-Benzins die Unterschiede noch deutlicher. (Tab. 5) Die schwächere Dampfphasenhydrierung macht sich sogar im Fertigbenzin bemerkbar in Form eines höheren Gehaltes an Hydroaromaten. Zu beachten ist vielleicht, dass der Gehalt des Gelsenberg A-Benzins an Pyridinbasen erheblich über dem des Scholvenener A-Benzins liegt. (Tabelle 5, letzte Zeile).

Beim Einspritzprodukt der 505B-Kammern (Tabelle 6) sind die grossen Unterschiede dadurch bedingt, dass Gelsenberg im Gegensatz zu Scholven das A-Benzin miteinspritzt. Aus dem gleichen Grunde ist ein Vergleich der Abstreiferprodukte dieser Kammern (Tabelle 7) nur mit Einschränkung möglich. Interessant ist jedenfalls, dass die Benzinnmenge in beiden Fällen gleich ist, was man schliessen kann, dass das Einspritzen des A-Benzins die Neubildung an Benzol entsprechend herabsetzt.

14. Juni 1940  
Zu 2394

Die hydrierende Wirkung ist in Scholven stärker, das zeigt besonders der höhere Anilinpunkt und die Elementaranalyse. Auch über dem 6434-Kontakt ist die hydrierende Wirkung in Scholven stärker, wie Anilinpunkt, Aromatengehalt und Elementaranalyse der 6434-Abtreifer zeigen. (Tabelle 9). Diese Verhältnisse werden bestätigt durch die Analysen der 6434-Einspritzprodukte (Tabelle 8).

Im Endzustand gleichen sich die Unterschiede wieder weitgehend aus, wie die Fertighbenzinuntersuchung (Tabelle 10) zeigt. Zwar hat das Scholven-Benzin einen nicht besonders guten Lichttest, der von der mangelnden Lichtfestigkeit des A-Benzins herrührt. Das ist aber nur ein Schönheitsfehler, da das Benzin nicht ans Licht kommt und der Test von den Abnehmern dementsprechend nicht vorgeschrieben ist. Versuchsweise wird in allerletzter Zeit das A-Benzin in Scholven trotz der damit verbundenen Verluste wieder über 5058 raffiniert, wodurch der Lichttest gut wird.

Es ist natürlich möglich, noch weitere Unterschiede festzustellen. Wenn diese aber gering sind, muss man sie besonders kritisch betrachten, um nicht Gefahr zu laufen, Abweichungen in den Verfahren festzustellen, die in Wirklichkeit garnicht vorhanden sind, sondern nur durch zufällige Differenzen oder Ungenauigkeiten in der Probenahme oder Analyse bedingt sind.

Die Scholvener Gasphasenfahrweise wurde in den letzten Wochen weiterhin verbessert. Durch Zugabe des genau an Frischwasserstoffs der Gasphase in die 6434-Kammern wurde eine bessere Aktivität der Kontakte erreicht, die es gestattet, trotz erhöhter Einspritzung die Reaktionstemperatur von früher 23 MV auf ca. 22 bis 22,5 KV (30° Basis) zu senken. Außerdem konnte jetzt die unerwünscht starke Hydrierwirkung der Vorraffination 5058 durch Temperatursenkung von früher 22-22,5 MV auf 21,5 bis 22,0 MV eingeschränkt werden. Die Oktanzahlen unseres Benzins liegen seit diesen Maßnahmen bei 73 O.Z. und darüber.

gez. Urban  
882. Schönfelder

Tabelle 1.

Kohlebreiuntersuchung.

|                   | Geleoberg-Kohlebrei |             | Scholvan-Kohlebrei |             |
|-------------------|---------------------|-------------|--------------------|-------------|
|                   | v. Febr. 1940       | v. Mai 1940 | v. März 1940       | v. Mai 1940 |
| Festes im Brei %  | 58,2                | 54,3        | 54,2               | 54,6        |
| Asche i. Festen % | 9,9                 | 10,4        | 7,5                | 0,1         |
| Asphalt i. Öl     | 6,9                 | 10,8        | 10,5               | 11,5        |
| % Wasser          | 1,2                 | 1,0         | 0,7                | 0,6         |



Tabella 2.

Abschlammuntersuchung.

83

|  | Gelsenberg-Abschlamm |             | Scholven-Abschlamm |             |
|--|----------------------|-------------|--------------------|-------------|
|  | v. Febr. 1940        | v. Mai 1940 | v. März 1940       | v. Mai 1940 |
| d <sub>100</sub>   | 1,200                | 1,206       | 1,250              | 1,250       |
| Erweichungspunkt °C  | 10,8                 | 10,5        | 38                 | 38          |
| % Festes   | 24,1                 | 24,2        | 28,5               | 28,5        |
| % Asche i. Festen  | 55,2                 | 56,5        | 27,4               | 27,4        |
| % Asphalt i. Öl  | 13,1                 | 12,0        | 22,5               | 22,5        |
| Gew.% bis 325°C  | 8,6                  | 7,6         | 3,0                | 3,0         |
| % Soda i. Abschlamm  | 0,0                  | 0,08        | 0,0                | 0,08        |
| Gelsenberg Abschlamm reagiert gegen Phenolphthalein neutral. Seine Methylorangealkalität beträgt 12 cem n/10 H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> /10 g Abschlamm. |                      |             |                    |             |
| Vakuumtiefenkurve<br>18 mm Hg.   |                      |             |                    |             |
| Beginn °C  | 124                  | 123         | 122                | 129         |
| % bis 150°C (vol%)   | 5                    | 2           | 1                  | 1           |
| Vol.% bis 200°C  | 14                   | 13          | 6                  | 8           |
| " " 225°C  | 27                   | 27          | 21                 | 20          |
| " " 250°C  | 39                   | 40          | 27                 | 32          |
| " " 300°C  | 56                   | 56          | 47                 | 45          |
| " " 350°C  | 66                   | 67          | 58                 | 56          |
| Endpunkt °C/vol%   | 362/72               | 364/72      | 365/72             | 369/61      |
| Zersetzung °C  | 362                  | 364         | 365                | 369         |
| Zusammensetzung der Asche:   |                      |             |                    |             |
| H <sub>2</sub> O-Löslichen:  |                      |             |                    |             |
| % Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>  | 7,6                  |             |                    |             |
| % CaSO <sub>4</sub>  | 2,5                  |             |                    | 6,9 u. 51   |
| % MgSO <sub>4</sub>  | 1,2                  |             |                    |             |
| H <sub>2</sub> O-Unlöslichen:  |                      |             |                    |             |
| % SiO <sub>2</sub>   | 20,9                 |             |                    | 32,2        |
| % Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>   | 34,2                 |             |                    | 12,6        |
| % Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>   | 23,5                 |             |                    | 25,1        |
| % CaO  | 0,9                  |             |                    | 2,5         |
| % MgO  | 2,2                  |             |                    | 6,2         |
| Na <sub>2</sub> O + K <sub>2</sub> O   | 4,3                  |             |                    | 4,9         |
| % P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>  | 0,3                  |             |                    | 0,9         |
| % SO <sub>3</sub>  | 2,1                  |             |                    | 7,7         |

Tabella 3.

84

Kohlensatrfaruntersuchung.

|                           | Gelsenberg-Abstreifer |             | Scholven-Abstreifer |               |
|---------------------------|-----------------------|-------------|---------------------|---------------|
|                           | v. Febr. 1940         | v. Mai 1940 | v. März 1940        | v. April 1940 |
| spez. Gew./15°C           | 1,004                 | 1,003       | 1,022               | 1,019         |
| Festst. mg/l              | 38                    | 40          | 46                  | 60            |
| Gew. Engler               |                       |             |                     |               |
| Siedebeginn °C            | 68                    | 73          | 69                  | 67            |
| % bis 155°C               | 7,8                   | 4,2         | 4,3                 | 4,2           |
| % bis 170°C               | 5,4                   | 5,3         | 5,4                 | 5,6           |
| % bis 210°C               | 10,7                  | 11,6        | 12,4                | 11,5          |
| % bis 250°C               | 21,7                  | 20,6        | 24,0                | 22,4          |
| % bis 275°C               | 29,4                  | 28,0        | 29,6                | 27,8          |
| % bis 300°C               | 36,9                  | 37,4        | 39,2                | 36,5          |
| % bis 325°C               | 50,7                  | 48,7        | 49,6                | 48,6          |
| % bis 345°C               | 63,0                  | 61,5        | 61,8                | 59,6          |
| % bis 345°C               | 36,6                  | 38,2        | 37,6                | 40,1          |
| % Verlust                 | 0,4                   | 0,3         | 0,6                 | 0,3           |
| d <sub>15</sub> bis 325°C | 0,947                 | 0,946       | 0,948               | 0,946         |

Tabelle 4.

A-Mittelbl.

815

|                                  | Geleantberg-Mittelbl.<br>vom Mai 1940 | Schölvren-Mittelbl.<br>vom Mai 1940 |
|----------------------------------|---------------------------------------|-------------------------------------|
| A <sub>15</sub>                  | 0,957                                 | 0,955                               |
| A.P. des phenolhaltigen Produkts | -21°C                                 | -19°C                               |
| A.P. vom entphenolierten Produkt | -19°C                                 | -19°C                               |
| Phenol                           | 151 g/l                               | 130 g/l                             |
| Schwefel                         | 0,03 %                                | 0,07 %                              |
| Ungesättigte KW                  | 26,0 %                                | 24,0 %                              |
| Siedekurve: Beginn °C            | 136                                   | 140                                 |
| Vol.% bis 155°C                  | 3                                     | 4                                   |
| " " 175°C                        | 7                                     | 9                                   |
| " " 185°C                        | 11                                    | 15                                  |
| " " 195°C                        | 16                                    | 20                                  |
| " " 225°C                        | 32                                    | 40                                  |
| " " 250°C                        | 48                                    | 56                                  |
| " " 275°C                        | 63                                    | 71                                  |
| " " 300°C                        | 78                                    | 88                                  |
| " " 325°C                        | 93                                    | 97                                  |
|                                  | 340°C 98                              | 332°C 98                            |
|                                  | 340°C 1                               | 332°C 1,0                           |
|                                  | Verlust 1,0 %                         | Verlust 1,0%                        |
| Elementaranalyse: % C            | 85,82                                 | 85,73                               |
| " H                              | 9,37                                  | 9,51                                |
| " N                              | 0,70                                  | 0,55                                |
| " S                              | 0,03                                  | 0,07                                |
| " Cl                             | 0,004                                 | 0,004                               |

Tabella 5

8.6

A-Benzin-Untersuchung.

|                               | Gelsenberg-Produkt (raff. u. dest.)<br>Febr. 1940 |                                    |                           | Scholven-Produkt (raff. u. destilliert) |          |
|-------------------------------|---|------------------------------------|---------------------------|---|----------|
|                               | angelierte Probe                                  | aus A-Abstreifen bis 155° abgeseh. | Mai 1940 angelierte Probe | März 40                                 | Mai 40   |
| 415                           | 0,7522  | 0,7526                             | 0,7226                    | 0,7480                                  | 0,7551   |
| Cu+Al-Streifen                | sehr gut  | sehr gut                           | sehr gut                  | sehr gut                                | sehr gut |
| Anilinpunkt °C                | +52   | +35                                | +41,5                     | +34,5                                   | +38      |
| Dokortest                     | neg.  | neg.                               | neg.                      | neg.                                    | neg.     |
| Suregehalt im Dest. Rückstand | 0,0   | 0,0                                | 0,0                       | 0,0                                     | 0,0      |
| Dampfdruck 37,8°C             | 0,67  | 0,26                               | 0,55                      | 0,40                                    | 0,56     |
| O.Z. (Motor-Meth.)            | 68,0  | 64,7                               | 70,2                      | 65,1                                    | 70,4     |
| Glasschale ml/100 ccm         | 0,0   | 0,0                                | 0,0                       | 0,0                                     | 0,0      |
| ASTM-Siedekurve:              |   |                                    |                           |   |          |
| 30g/min °C                    | 33  | 69                                 | 41                        | 52                                      | 45       |
| Vol. % bis 40°C               | 2   | -                                  | -                         | -                                       | -        |
| " " 50°C                      | -   | -                                  | 3                         | -                                       | 1,5      |
| " " 60°C                      | 11  | -                                  | 11                        | 5                                       | 5        |
| " " 70°C                      | 22  | -                                  | 27                        | 11                                      | 14       |
| " " 80°C                      | 34  | 7,5                                | 55                        | 20                                      | 32       |
| " " 90°C                      | 54  | 25,0                               | 84                        | 39                                      | 64       |
| " " 100°C                     | 85  | 47,0                               | 95                        | 60                                      | 83       |
| " " 110°C                     | 94  | 67,0                               | 105/97                    | 74                                      | 94       |
| " " 120°C                     | 118/97  | 80,0                               | -                         | 84                                      | 112/95   |
| " " 130°C                     | -   | 88,0                               | -                         | 91                                      | -        |
| " " 140°C                     | -   | 93,0                               | -                         | 96                                      | -        |
| " " 150°C                     | -   | 95,5                               | -                         | 98,0                                    | -        |
|                               |   | 155/96,5                           | -                         | -                                       | -        |
| % Olefine                     | -   | -                                  | 10                        | 6                                       | 7        |
| % Aromaten                    | -   | -                                  | 5                         | 12                                      | 12       |
| % Naphthene                   | -   | -                                  | 57                        | 53,7                                    | 58,1     |
| % Paraffine                   | -   | -                                  | 28                        | 28,7                                    | 22,0     |
| Elementaranalyse:             |   |                                    |                           |   |          |
| % C                           | 84,77   | -                                  | 85,13                     | 85,55                                   | 85,73    |
| % H                           | 14,15   | -                                  | 14,09                     | 13,67                                   | 13,76    |
| % N                           | 0,62  | -                                  | 0,11                      | 0,41                                    | 0,16     |
| % S                           | 0,004   | -                                  | 0,02                      | 0,003                                   | 0,02     |
| % Cl                          | 0,05  | -                                  | 0,005                     | 0,05                                    | 0,005    |
| Pyridinbasen-N                | 0,055   | -                                  | 0,025                     | 0,007                                   | 0,0      |

Tabelle 6.

Einspritzprodukt für 5056-Kammern.

87

|                                   | Gelsenberg-Produkt   |                        | Schalweg-Produkt     |                        |
|-----------------------------------|----------------------|------------------------|----------------------|------------------------|
|                                   | Febr. 1940           | Mai 1940               | Febr. 1940           | Mai 1940               |
| $d_{15}$                          | 0,931                | 0,943                  | 0,967                | 0,960                  |
| A.P. (v. phenolhaltigen Produkt)  | -                    | -16 <sup>0</sup>       | -                    | -20 <sup>0</sup>       |
| A.P. (v. entphenolierten Produkt) | -                    | -16 <sup>0</sup>       | -                    | -20 <sup>0</sup>       |
| Phenol g/l                        | 121                  | 107                    | 157                  | 141                    |
| <u>Siedekurve:</u> Beginn °C      | 62                   | 64                     | 153                  | 162                    |
| Vol.-% bis 75 °C                  |                      |                        |                      |                        |
| "    " 100                        | 5                    | 2                      | -                    | -                      |
| "    " 125                        | 10                   | 4                      | -                    | -                      |
| "    " 155                        | 15                   | 7                      | -                    | -                      |
| "    " 170                        | 18                   | 11                     | -                    | -                      |
| "    " 175                        | 20                   | 15                     | 0,5                  | 2,5                    |
| "    " 185                        | 23                   | 17                     | 1,0                  | 3,0                    |
| "    " 195                        | 25                   | 19                     | 2,0                  | 5,0                    |
| "    " 225                        | 40                   | 22                     | 6,0                  | 9,0                    |
| "    " 250                        | 55                   | 30                     | 24,0                 | 33,0                   |
| "    " 275                        | 70                   | 53                     | 49,0                 | 50,0                   |
| "    " 300                        | 85                   | 66                     | 67,0                 | 67,0                   |
| "    " 310                        | 92                   | 80                     | 85,0                 | 86,0                   |
| "    " 320                        | 96                   | 95                     | 91,0                 | 91,0                   |
| "    " 325                        | 97                   | 92                     | 95,0                 | 94,0                   |
|                                   | 97                   | 94                     | 96,0                 | 95,0                   |
|                                   | 334 <sup>0</sup> /99 | 342 <sup>0</sup> /98,5 | 339 <sup>0</sup> /98 | 339 <sup>0</sup> /98,5 |
| <u>Elementaranalyse:</u>          |                      |                        |                      |                        |
| C                                 | 86,41                | 85,78                  | 85,33                | 87,40                  |
| H                                 | 10,42                | 10,05                  | 9,30                 | 9,75                   |
| N                                 | 0,93                 | 0,72                   | 0,54                 | 0,58                   |
| Cl                                | 0,41                 | 0,32                   | 0,12                 | 0,09                   |
| S                                 | 0,02                 | 0,005                  | 0,007                | 0,007                  |
| g H/100 g                         | 12,08                | 11,59                  | 10,07                | 11,13                  |

Tabelle 7.

Abstreifer der 5058-Karbenne.

818

|  | Gelsenberg-Abstreifer 5058 |          | Scholven-Abstreifer |          |
|--|----------------------------|----------|---------------------|----------|
|  | Febr. 1940                 | Mai 1940 | März 1940           | Mai 1940 |
| $d_{15}$                                 | 0,820                      | 0,810    | 0,811               | 0,815    |
| Anilinpunkt °C                           | +41                        | +40      | +46                 | +42,5    |
| Phenol g/l                               | 0,50                       | 0,76     | 0,41                | 0,63     |
| <b>Kolonndestillation:</b>               |                            |          |                     |          |
| Gew.% Flüssiggas                         | 1,4                        | 1,8      | 2,7                 | 1,8      |
| " Benzin bis 155°                        | 36,5                       | 35,4     | 37,0                | 34,8     |
| $d_{15}^{20}$                            | 0,760                      | 0,756    | 0,763               | 0,715    |
| A.P. °C                                  | 39                         | 38       | 39,5                | 37,6     |
| Phenol g/l                               | 0,63                       | 1,12     | 0,50                | 0,95     |
| Gew.% Mittelöl:                          | 61,6                       | 62,4     | 60,0                | 63,0     |
| $d_{15}^{20}$                            | 0,863                      | 0,863    | 0,846               | 0,852    |
| A.P. °C                                  | 44                         | 43       | 51                  | 48       |
| Phenol g/l                               | 0,45                       | 0,63     | 0,36                | 0,63     |
| <b>Volumenangler des Abstreifers:</b>    |                            |          |                     |          |
| Beginn °C                                | 56                         | 44       | 57                  | 42       |
| Vol.% bis 50°                            | -                          | -        | -                   | 1,0      |
| " " 75                                   | 3                          | 3,5      | 3                   | 3        |
| " " 100                                  | 10                         | 11       | 10                  | 9        |
| " " 125                                  | 22                         | 23       | 22                  | 19       |
| " " 155                                  | 36                         | 38       | 37                  | 36       |
| " " 175                                  | 45                         | 47       | 46                  | 46       |
| " " 195                                  | 54                         | 56       | 62                  | 57       |
| " " 225                                  | 67                         | 73       | 77                  | 75       |
| " " 250                                  | 80                         | 81       | 87                  | 86       |
| " " 275                                  | 90                         | 89       | 95                  | 94       |
| " " 300                                  | 96                         | 95       | 95                  | 94       |
|  | 307/97                     | 304/96   | 285/96              | 289/97,5 |
| <b>Benzin bis 155°C:</b>                 |                            |          |                     |          |
| % Olefine                                | 2,0                        | 3,0      | 1,5                 | 2,0      |
| % Aromaten                               | 11,0                       | 9,0      | 10,5                | 12,0     |
| % Naphthene                              | 59,4                       | 54,2     | 57,6                | 57,2     |
| % Paraffine                              | 27,6                       | 33,8     | 30,8                | 28,8     |
| <b>Elementaranalyse des Abstreifers:</b> |                            |          |                     |          |
| % C                                      | 85,17                      | 86,24    | 86,08               | 86,54    |
| % H                                      | 12,89                      | 13,56    | 13,74               | 13,25    |
| % N                                      | 0,51                       | 0,25     | 0,0                 | 0,03     |
| % S                                      | 0,02                       | 0,0      | 0,02                | 0,0      |
| % Cl                                     | 0,003                      | 0,007    | 0,003               | 0,004    |

Tabella 7.

Abstreifer der 5058-Kammer.

818

|  | Gelsenberg-Abstreifer 5058 |          | Scholven-Abstreifer |          |
|--|----------------------------|----------|---------------------|----------|
|  | Febr. 1940                 | Mai 1940 | März 1940           | Mai 1940 |
| $d_{15}$                                 | 0,820                      | 0,810    | 0,811               | 0,815    |
| Anilinpunkt °C                           | +41                        | +40      | +46                 | +42,5    |
| Phenol g/l                               | 0,50                       | 0,76     | 0,41                | 0,63     |
| <b>Kolomendestillation:</b>              |                            |          |                     |          |
| Gew.% Flüssiggas                         | 1,4                        | 1,8      | 2,7                 | 1,8      |
| " Benzin bis 155°                        | 36,5                       | 39,4     | 37,0                | 34,8     |
| $d_{15}$                                 | 0,760                      | 0,756    | 0,763               | 0,715    |
| Asp. °C                                  | 39                         | 38       | 39,5                | 37,8     |
| Phenol g/l                               | 0,63                       | 1,12     | 0,50                | 0,95     |
| Gew.% Mittelöl:                          | 61,6                       | 62,4     | 60,0                | 63,0     |
| $d_{150}^c$                              | 0,863                      | 0,863    | 0,846               | 0,852    |
| A.P. °C                                  | 44                         | 43       | 51                  | 48       |
| Phenol g/l                               | 0,45                       | 0,63     | 0,36                | 0,63     |
| <b>Volumenengler des Abstreifers:</b>    |                            |          |                     |          |
| Beginn °C                                | 56                         | 44       | 57                  | 42       |
| Vol.% bis 50°C                           | -                          | -        | -                   | 1,0      |
| " " 75                                   | 3                          | 3,5      | 3                   | 3        |
| " " 100                                  | 10                         | 11       | 10                  | 9        |
| " " 125                                  | 22                         | 23       | 22                  | 19       |
| " " 155                                  | 36                         | 38       | 37                  | 36       |
| " " 175                                  | 45                         | 47       | 46                  | 46       |
| " " 195                                  | 54                         | 56       | 62                  | 57       |
| " " 225                                  | 67                         | 73       | 77                  | 75       |
| " " 250                                  | 80                         | 81       | 87                  | 86       |
| " " 275                                  | 90                         | 89       | 95                  | 94       |
| " " 300                                  | 96                         | 95       | 96                  | 94       |
|  | 107/97                     | 304/96   | 285/96              | 289/97,5 |
| <b>Benzin bis 155°C:</b>                 |                            |          |                     |          |
| % Olefine                                | 2,0                        | 3,0      | 1,5                 | 2,0      |
| % Aromaten                               | 11,0                       | 9,0      | 10,5                | 12,0     |
| % Naphthene                              | 59,4                       | 54,2     | 57,6                | 57,2     |
| % Paraffine                              | 27,6                       | 33,8     | 30,8                | 28,8     |
| <b>Elementaranalyse des Abstreifers:</b> |                            |          |                     |          |
| % C                                      | 85,17                      | 86,24    | 86,03               | 86,54    |
| % H                                      | 12,89                      | 13,36    | 13,74               | 13,25    |
| % N                                      | 0,51                       | 0,25     | 0,0                 | 0,05     |
| % S                                      | 0,02                       | 0,0      | 0,02                | 0,0      |
| % Cl                                     | 0,003                      | 0,007    | 0,003               | 0,004    |

Tabelle 8.

879

Einspritzprodukt für 6434-Kammern.

|                          | Gelsenberg-Produkt |           | Scholven-Produkt |           |
|--------------------------|--------------------|-----------|------------------|-----------|
|                          | Febr. 1940         | Mai 1940  | März 1940        | Mai 1940  |
| $d_{15}$                 | 0,858              | 0,852     | 0,838            | 0,849     |
| Anilinpunkt °C           | +43                | +44,5     | +51              | +47       |
| Phenol g/l               | 0,32               | 0,45      | 0,50             | 0,50      |
| <u>Siedekurve:</u>       |                    |           |                  |           |
| Beginn °C                | 160                | 153       | 157              | 158       |
| Vol. % bis 170°C         | 1,3                | 5,5       | 5                | 3,5       |
| " " 175                  | 3                  | 9         | 15               | 5         |
| " " 185                  | 10                 | 23        | 23               | 16        |
| " " 195                  | 23                 | 41        | 40               | 30        |
| " " 225                  | 62                 | 70        | 75               | 68        |
| " " 250                  | 78                 | 82        | 95               | 86        |
| " " 275                  | 99                 | 92        | 97               | 95        |
|                          | 289°/95            | 297°/98,5 | 276°/98          | 292°/98,5 |
| <u>Elementaranalyse:</u> |                    |           |                  |           |
| % C                      | 86,29              | 86,33     | 85,51            | 85,55     |
| % H                      | 12,67              | 12,84     | 13,28            | 13,03     |
| % N                      | 0,49               | 0,28      | 0,48             | 0,49      |
| % E                      | 0,45               | 0,34      | 0,43             | 0,24      |
| % Cl                     | 0,004              | 0,005     | 0,005            | 0,005     |

Tabelle 9.

880

Abstreifer der 6434-Kammern.

|   | Gelsenberg-Abstreifer |           | Scholven-Abstreifer |          |
|---|-----------------------|-----------|---------------------|----------|
|   | Febr. 1940            | Mai 1940  | März 1940           | Mai 1940 |
| $d_{15}$                                  | 0,760                 | 0,750     | 0,736               | 0,755    |
| Anilinpunkt °C                            | +48                   | +47       | +53                 | +49      |
| Phenol g/l                                | 0,023                 | 0,0       | 0,0                 | 0,0      |
| <u>Kolonnendestillation:</u>              |                       |           |                     |          |
| % Flüssigab (Gew. %)                      | 12,5                  | 9,6       | 10,9                | 7,5      |
| % Benzin bis 155°C                        | 44,1                  | 56,6      | 49,0                | 51,0     |
| $d_{15}$                                  | 0,732                 | 0,722     | 0,720               | 0,732    |
| Anilinpunkt °C                            | +47                   | +49       | +53                 | +49      |
| Mittelbl. Vol. %                          | 42,8                  | 33,4      | 40,0                | 41,4     |
| $d_{15}$                                  | 0,839                 | 0,831     | 0,816               | 0,830    |
| Anilinpunkt °C                            | +48                   | +46       | +54,5               | -        |
| <u>Volumenengleicher des Abstreifers:</u> |                       |           |                     |          |
| Beginn °C                                 | 31                    | 33        | 32                  | 34       |
| Vol. % bis 40°C                           | 2,5                   | 1,0       | 1,5                 | 1,0      |
| " " 50°C                                  | 5                     | 4         | 4                   | 3        |
| " " 75°C                                  | 17                    | 15        | 12                  | 13       |
| " " 100°C                                 | 26                    | 28        | 28                  | 29       |
| " " 125°C                                 | 37                    | 41        | 40                  | 40       |
| " " 155°C                                 | 48                    | 55        | 54                  | 55       |
| " " 175°C                                 | 57                    | 67        | 64                  | 65       |
| " " 195°C                                 | 67                    | 76        | 74                  | 76       |
| " " 225°C                                 | 79                    | 83        | 82                  | 86       |
| " " 250                                   | 84                    | 86        | 85                  | 89       |
|   | 278°/87,5             | 255°/86,5 | 264°/85             | 253°/90  |
| <u>Benzin bis 155°C:</u>                  |                       |           |                     |          |
| % Olefine                                 | 3,0                   | 2,0       | 2,0                 | 2,0      |
| % Aromaten                                | 8,0                   | 6,0       | 6,0                 | 7,0      |
| % Naphthene                               | 38,5                  | 44,4      | 45,3                | 47,0     |
| % Paraffine                               | 50,5                  | 47,6      | 46,7                | 44,0     |
| <u>Elementaranalyse des Abstreifers:</u>  |                       |           |                     |          |
| % C                                       | 85,44                 | 85,49     | 84,88               | 85,08    |
| % H                                       | 14,20                 | 14,08     | 14,91               | 14,52    |
| % N                                       | 0,30                  | 0,17      | 0,0                 | 0,05     |
| % S                                       | 0,03                  | 0,01      | 0,05                | 0,03     |
| % Cl                                      | 0,002                 | 0,005     | 0,008               | 0,005    |