

Schiefer-Schweißrückstände von Dörferrhausen als Schweißrückstände

Auf Veranlassung des Reichsanzeigers... 2 Proben von je 5 kg Schweißrückstände... Die Proben sind mit hochdruck... hydrothermal aufge-

Nach Feinmahlung wurden die... die Katalysatoraktivität... zu besseren Schweißrückständen... scheiden sich die... die hellen... liegen... Eisenkorn... Die... jedoch nur... 10...

In der Tabelle 1 ist auch die... der Träger... Silikate, bei etwa gleichem... die Alka- lität der... sehr hoch.

Die... wurde bei 600... mit... K 1242... zum... im... als auch mit... geprüft.

Aus den... ergibt... die... Probe vor allem hinsichtlich... etwas... als die... Probe... von... bringt... Spaltung... der... Probe 1... als... Kontakt.

Anhand der... bei... der... Die... sind... 2,6... ob diese... in... als... die... an... 510... sind... werden...

1) Schreiben v. 6.4.43. Die Untersuchung der Proben verzögerte sich durch die bekannten Umstände erheblich.

Eigenschaften der Teilerzeugnisse

| | Schmelzrücktd. Probe I (hell) | Schmelzrücktd. Probe II (dunkel) | Bayersmasse | Grund Gm 12 V. 140 |
|--|-------------------------------------|--|----------------|-----------------------|
| Spez. Gewicht | 2,5443 | 2,7015 | 3,0072 | 1,5947 |
| Methylenblau-Adsorption | | | | |
| Entfärbung von 100 cc einer 0,015 %igen Methylenblaulösung durch 0,1 g Substanz. (Gesamtprobe) | 0,12 cc | 3,0 cc | entfärbt nicht | 25 cc |
| Fraktion zw. 4900-10000er Sieb | 0,2 " | 1,3 " | " | 6,0 " |
| Durchgang durch 10000er Sieb | 0,1 " | 3,1 " | " | 31,0 " |
| % Asche | ca 100 | | 100 | 47,5 |
| Analyse der Asche | | | | |
| SiO ₂ | | 40,0 | 10,5 | 15,0 |
| P ₂ O ₅ | | 6,8 | 48,0 | 4,0 |
| Al ₂ O ₃ | | 14,6 | 15,9 | 12,2 |
| FeO | ca | 0,2 | 6,8 | 1,4 |
| CaO | | 29,0 | 2,2 | 29,9 |
| MgO | | 2,0 | 0,2 | 2,5 |
| K ₂ O + Na ₂ O | | 1,2 | 7,2 | 1,2 |
| SO ₂ | | 4,8 | 1,5 | 31,5 |
| P ₂ O ₅ | | - | - | - |
| Alkalität (als SO ₄ pro kg Asche) ohne P ₂ O ₅ | | 510 | 124 | 375 |
| mit P ₂ O ₅ | | 720 | 340 | - |

Tabelle 2.

Versuchsbedingungen: A. 1242 v. 1235
 Reaktionszeit: 5
 Hochdruck: ca 600 atm
 Füllungsgrad: ca 20% 1000g

Füllprodukt: Extrakt aus E. 1242 v. Ka 804 angerieben mit
 P 1214 u. P 1235 (9:1) 70 : 30.

Schwefelkohlenstoff von Döbnerwerken

| Katalysator 3% | Probe I (H ₂ O) | | Probe II | | Grade FeSO ₄ ·NaOH |
|--|----------------------------|---------------------------|----------|---------------------------|----------------------------------|
| | - | + FeSO ₄ ·NaOH | - | + FeSO ₄ ·NaOH | |
| Spez. Gew. v. Öl/20° | 1,064 | 1,060 | 1,070 | 1,065 | 1,065 |
| Feste-Anteile | 30,1 | 30,3 | 29,9 | 31,2 | 31,4 |
| % Asphalt 1235 | 5,3 | 7,1 | 8,0 | ca 7,5 | 6,3 |
| % Asphalt 1242 | 71,3 | 75,7 | 70,4 | ca 74 | 79,5 |
| % Ole 325° | 31,7 | 35,5 | 27,1 | 35,7 | 35,0 |
| unlöslich - 325° | 48,0 | 55,2 | 41,3 | 58,1 | 54,5 |
| Vergasung a. Neu- bildg. - 325° + Verg. | ca 21 | ca 19 | 25 | 23,3 | 20 |
| Spez. Gewicht v. Ru 325°/100° | 1,092 | 1,088 | 1,085 | 1,106 | 1,090 |

TITLE PAGE

32. Altore Hydrierversuche mit Arsenverbindungen.
Older hydrogenation experiments with
arsenic compounds.

Frame Nos. 151-153

Hochdruckversuche
Lu 1

2c

15. Dezember 1943 Gr/Be

Ältere Hydrierversuche mit Arsenverbindungen.

32

1.) Braunkohle

Ein Versuch mit Kohle Hermine Henriette¹⁾ (K 133) in 0,65 Ltr. Ofen, bei welchem dem üblichem Kontakt 0,02 % MoO_3 noch 1,4 % AsCl_3 zugesetzt wurde, brachte gegen MoO_3 allein keine Verbesserung. Abbau und Spaltung waren mit AsCl_3 deutlich ungünstiger.

Bei Versuchen in der B-Bombe²⁾ mit Buhagkohle 50%ig neutralisiert und 0,1 % As_2S_3 + 2 % Grude wurden im Vergleich zu 0,02 % MoO_3 + 2% Grude bis auf die Vergasung wesentlich ungünstigere Daten erhalten.

2.) Steinkohle

0,1 % As_2S_3 gab nach Versuchen in Autoklaven bei Braunkohle³⁾ im Vergleich zu 0,02 % MoO_3 bei Gegenwart von 0,75% Chlor in Abbau und Asphalt etwas günstigere Werte, die Spaltung war geringer.

1 % Chlor als AsCl_3 war als Zusatz zu 0,02 % MoO_3 bei neutralisierter Stinneskohle im Asphalt günstiger als die gleiche Chlormenge in Form von Ammonchlorid, CCl_4 oder S_2Cl_2 .

0,5 % As_2S_3 brachte als Zusatz zu 0,02 % MoO_3 + 1% Cl als CCl_4 keine Verbesserung bei nichtneutralisierter Stinneskohle; Abbau und Asphaltgehalt wurden ungünstiger.

gez Grabel

- 1) Zusammenstellg. Nr. 71121 vom 12.12.33 KLi-Do.
- 2) Monatsbericht März 1935 Si-Gr-Be
- 3) Zusammenstellg. Nr. 69931 vom 3.10.33 Si-Gr.

1.) Braunkohle.

a) Versuche im 0,65 ltr. Ofen mit Kohle Hermine Henriette

| | | |
|-------------------------------|----------------------|--------------------------------|
| Kontakt | 0,2 % MnO_3 | 0,2 % MnO_3 |
| Zusatzkontakt | | 1,4 % As_2Cl_3 |
| Temperatur | 22,0 (405°C) | 22,0 (405°C) |
| Abbau | 93,3 | 90,1 |
| Verseilung bis 325° | 0,08 | 0,04 |
| % Bl + Ml 1.01 Gewlan | 48 | 37 |
| % Asphalt 1. Schweröl | 6,3 | 9,7 |
| % Vergasung u. Verflüchtigung | 17 | 19 |

b) Versuche im Drehkontaktofen mit Buhlagkohle (50% neutr.)

| | | |
|------------------|-----------------------|-------------------------------|
| Kontakt | 0,02 % MnO_3 | 0,1 % As_2S_3 |
| Zusatzkontakt | 2 % Crude | 2 % Crude |
| Temperatur | 425° | 425° |
| Abbau | 97,3 | 90,3 |
| Spez. Gew. v. Öl | 1,026 / 20° | 1,018 / 50° |
| % Asphalt | 5,0 | 9,3 |
| % -325° | 29,5 | 17,7 |
| % Vergasung | 18,5 | 18,0 |

2.1. Steinkohle:

Versuche in Autoklaven mit Braunsert- und Stinneskohle:

| Kohle | Erbsenatkohle X241 | | Stinneskohle X 1001 | | | |
|------------------|------------------------|------------------------|-----------------------------|------------------------|------------------------|---------------------------------|
| Temperatur | 440° | | nicht neutralisiert 440° | neutralisiert 440° | | |
| Kontakt | 0,02% NaOH 0,75% Cl | 0,15% NaOH 0,75% Cl | 0,02% NaOH 1% Chlor | 0,02% NaOH 1% Chlor | 0,02% NaOH 1% Chlor | 0,02% NaOH 1% Cl als Add. |
| Abbau | 90,6 | 95,1 | 97,0 | 83,7 | 86,2 | 87,2 |
| Spez. Gew. v. Cl | 1,075/20° | 1,082/20° | 1,050/20° | 1,070 | 1,060 | 1,074 |
| % Asphalt | 5,3 | 4,6 | 3,7 | 4,7 | 4,1 | 1,8 |
| % -325° | 33,6 | 29,4 | - | - | - | - |
| % Vergasung | 15,6 | 15,5 | - | - | - | - |

TITLE PAGE

33. Ausbringen bei der Kohlehydrierung in
Sumpphase.
Starting of coal hydrogenation in the
Sumpf phase.

Frame Nos. 154 - 156

20

154

Handwritten header text, possibly "Hochschule..."

Handwritten notes: γ $\frac{1}{2} \frac{1}{\sqrt{1-\beta^2}}$ $\frac{1}{2}$ $\frac{1}{\sqrt{1-\beta^2}}$ $\frac{1}{2}$

32

Handwritten title: Relativitätstheorie

Die Lorentztransformation...
 $x' = \gamma(x - vt)$
 $t' = \gamma(t - vx/c^2)$
 $y' = y$
 $z' = z$

Die Lorentztransformation...
 $\beta = v/c$
 $\gamma = \frac{1}{\sqrt{1-\beta^2}}$

Die Lorentztransformation...
 $\beta = v/c$
 $\gamma = \frac{1}{\sqrt{1-\beta^2}}$
 $x' = \gamma(x - vt)$
 $t' = \gamma(t - vx/c^2)$
 $y' = y$
 $z' = z$

Die Lorentztransformation...
 $\beta = v/c$
 $\gamma = \frac{1}{\sqrt{1-\beta^2}}$
 $x' = \gamma(x - vt)$
 $t' = \gamma(t - vx/c^2)$
 $y' = y$
 $z' = z$

Die Lorentztransformation...
 $\beta = v/c$
 $\gamma = \frac{1}{\sqrt{1-\beta^2}}$
 $x' = \gamma(x - vt)$
 $t' = \gamma(t - vx/c^2)$
 $y' = y$
 $z' = z$

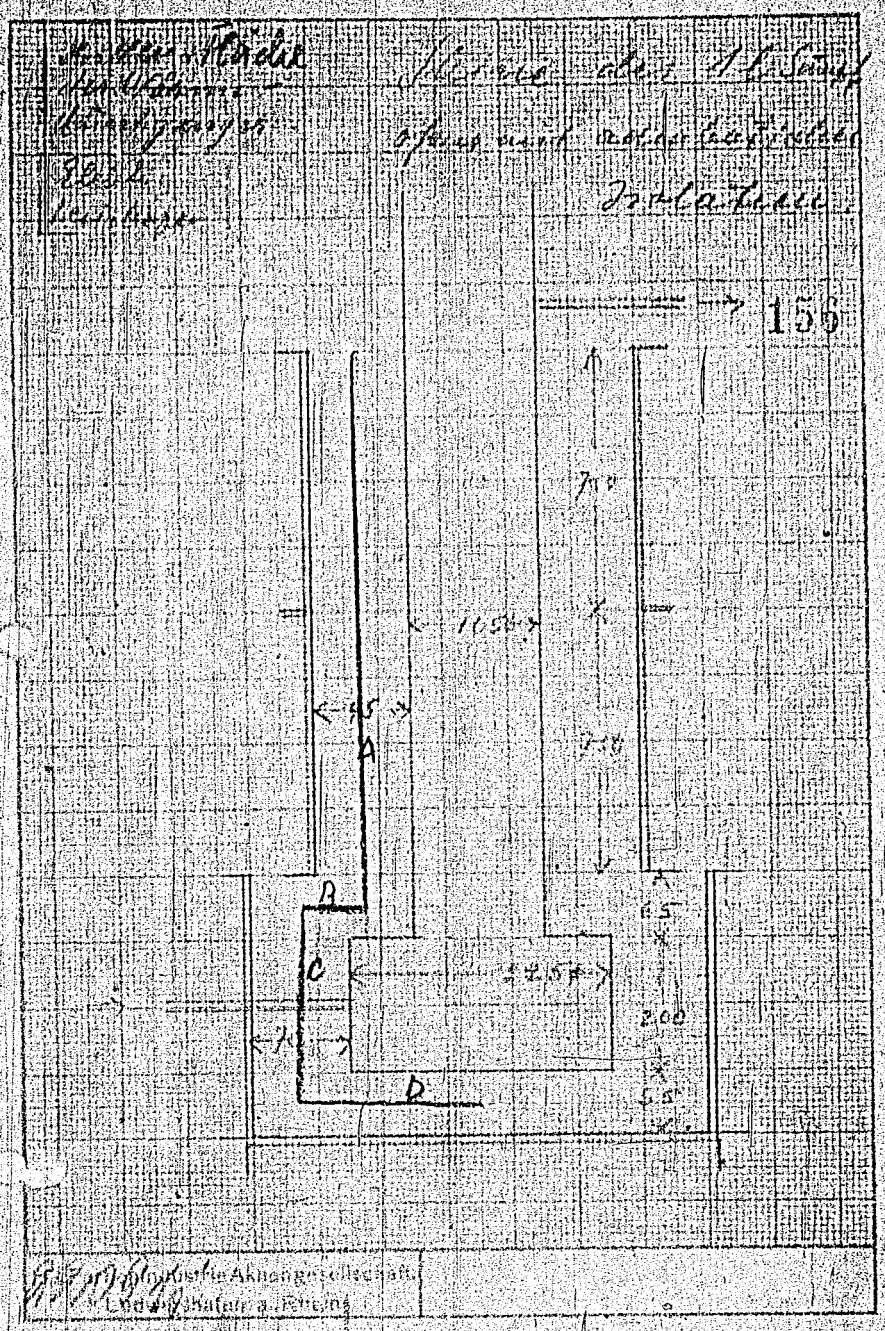
1. The first part of the paper is devoted to a general
 introduction of the subject. It is shown that the
 problem is of great importance in the theory of
 functions of a complex variable. The author
 then proceeds to a detailed study of the
 properties of the function $f(z)$ in the
 region $|z| < 1$. It is shown that the
 function is analytic in this region and that
 it satisfies the following conditions:

1. $f(0) = 0$
 2. $f'(0) = 1$
 3. $f(z) \neq 0$ for $|z| < 1$

The author then shows that the function $f(z)$ is
 uniquely determined by these conditions.

Handwritten text in the top left corner, possibly a title or reference number.

Handwritten text in the top right corner, possibly a name or date.



Handwritten text at the bottom of the diagram, possibly a signature or date.

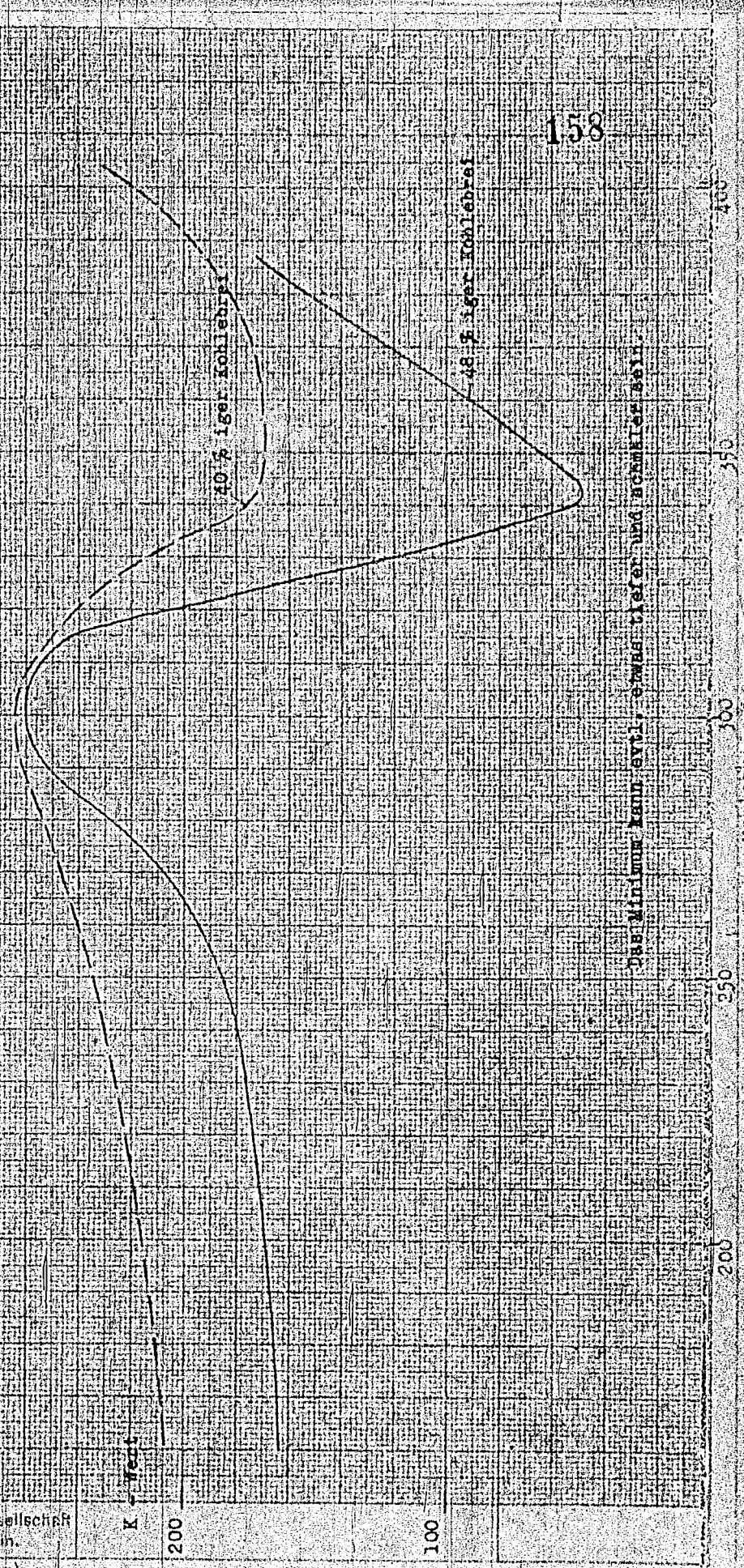
TITLE PAGE

34. Messungen des Wärmeüberganges von Steinkohlebrei.
Measurements concerning heat transfer in
bituminous coal paste.

Frame Nos. 157 - 158

I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
 Ludwigshafen a. Rhein.
 (F.N.-Permit A411210 X 247 Mar.)

Verlauf des Wärmeübergangs bei der Hydratierung schlesischer Steinkohle auf Bit-M
 nach Messungen an 10-Liter-Ofen (nach Versuchen Dr. Hupfer)
 Von Dr. Hupfer aus dem Gedächtnis gezeichnet, da Unterlagen vernichtet.



Das Minimum kann evtl. etwas tiefer und höher sein.

Temp. des Kohlebreis innen gemessen

TITLE PAGE

35. Zur Frage der Anspringtemperatur.
About the question of the starting
temperature.

Frame Nos. 159 - 160

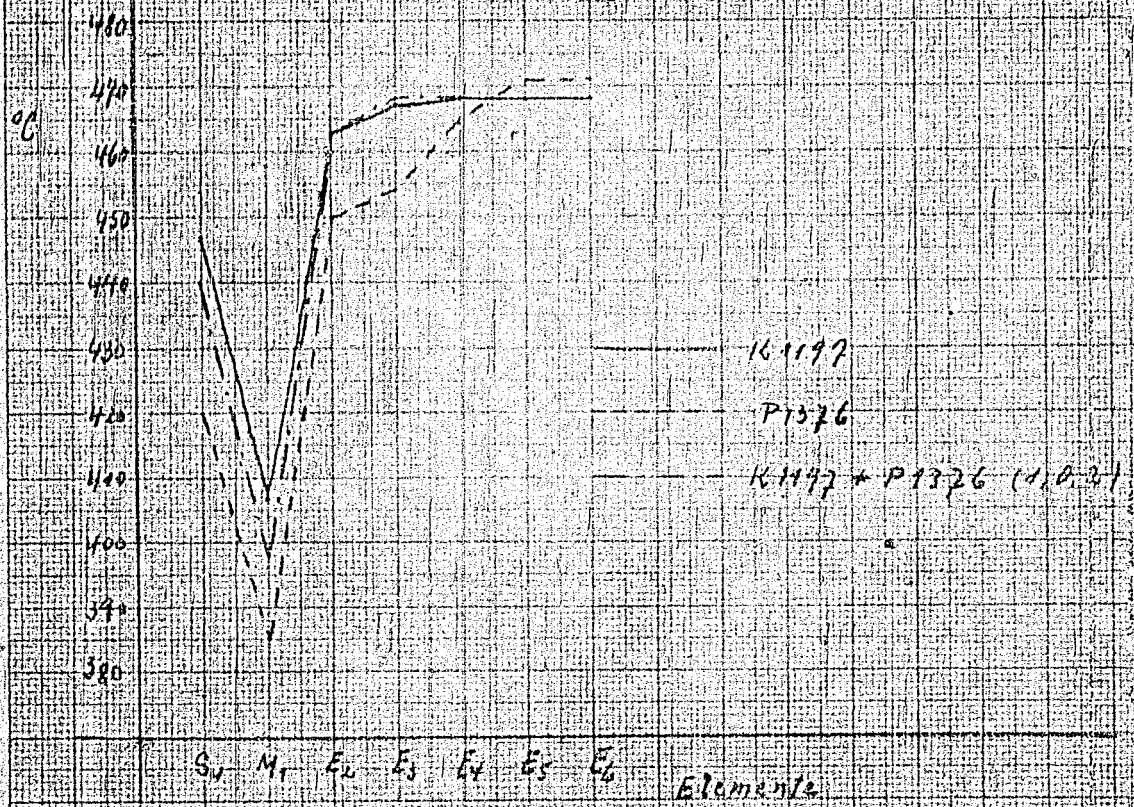
2c

159

H. J. Simon

35

Zur Frage der Anspringtemperatur



I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein.

DIN-Formal A 1 F (210 x 297 mm)

TITLE PAGE

36. Einfluss des Stickstoffgehaltes auf die
Benzinierbarkeit von Olen.
Influence of the nitrogen content on the
capability of oils to be benzinated.

Frame Nos. 161 - 163

Die Analysen zeigen, daß bei den Ölen A, D, E, F, G, H und C die Sulfurwerte und Stickstoffwerte im allgemeinen niedriger sind. Bei den Ölen A, D, E, F, G, H und C ist ein geringerer Sulfurwert (bis zu 0,2 %) und ein geringerer Stickstoffwert (bis zu 0,5 %) (und ein geringerer Benzolwert) zu erwarten.

Da bei den Ölen A, D, E, F, G, H und C die Benzolwerte niedriger sind, ist die Benzolwertigkeit nicht zu erwarten ist. In der Benzolwertigkeit sind folgende Unterschiede zu erwarten. Die Mischungen wurden so angesetzt, daß bei den Ölen A und D ein merklicher Unterschied in der Benzolwertigkeit zu erwarten war.

Die Öle wurden nun alle unter den folgenden Bedingungen streng vergleichbar benzinisiert. Es wurden hierfür verschiedene Ölen gleichen Typs benutzt und in jedem Ofen ein Vergleichsversuch mit Öl A durchgeführt. Die Bedingungen waren:

Ofentyp: 50 cm-Ofen mit Aufwärtsströmung
 Kontakt: 6434-F Pillen, 30 Ltr-Charge für Dr. Paters
 Druck: 250 at Nullgas (= 245 at H_2)
 Temperatur: 10 MV = 373 °C
 Durchsatz: 1,5 kg Öl/Ltr Kontakt/Std = 75 g/h
 Öl/Gas: 2,7 cbm/kg = 200 Ltr/h
 Schwefelzusatz: 0,75 % CS_2 zum Öl

Die Vergleichsversuche mit Öl A ergaben folgende Ergebnisse:

| Ofen | Blatt | 5158 | Bi-Konz | 66 | Benzinierbarkeit |
|------|-------|------|---------|----|------------------|
| 2 | 3 | 5155 | 57 | 30 | |
| 7 | 5163 | 67 | 30 | | |
| 8 | 5171 | 65 | 73 | | |

Diese Ergebnisse deuten auf eine ausgezeichnete Vergleichbarkeit der Versuche hin.

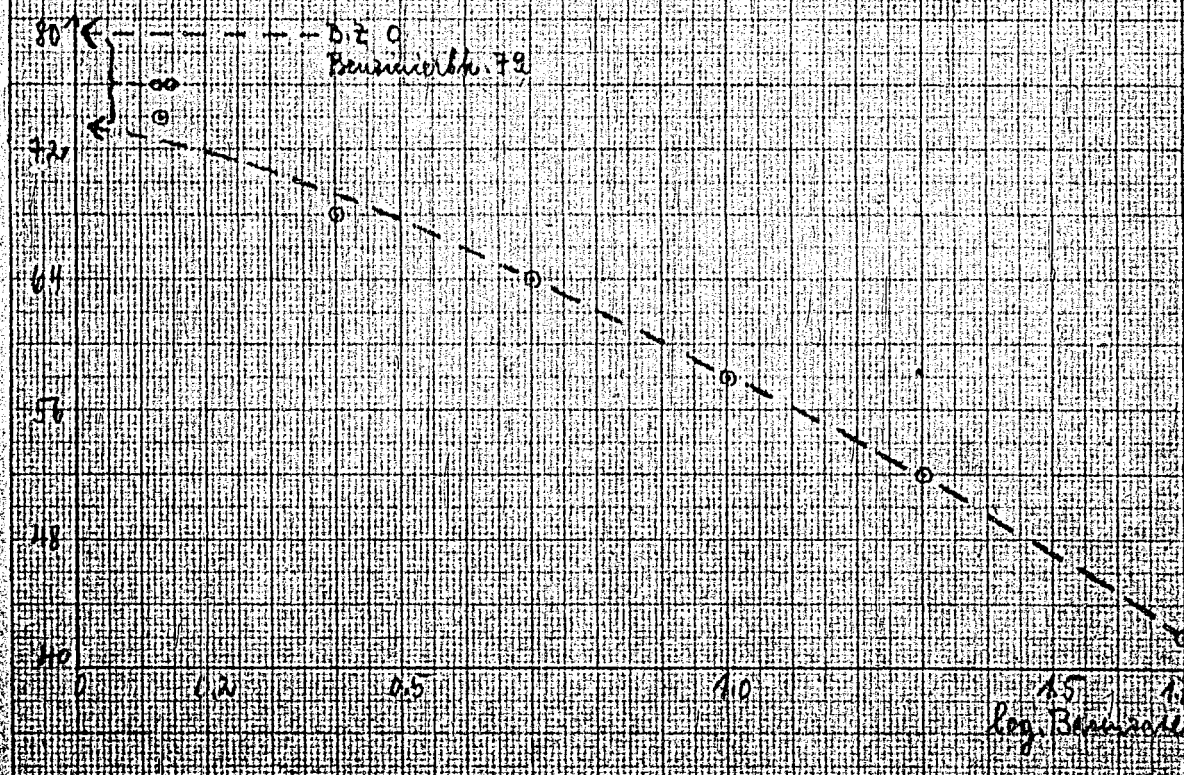
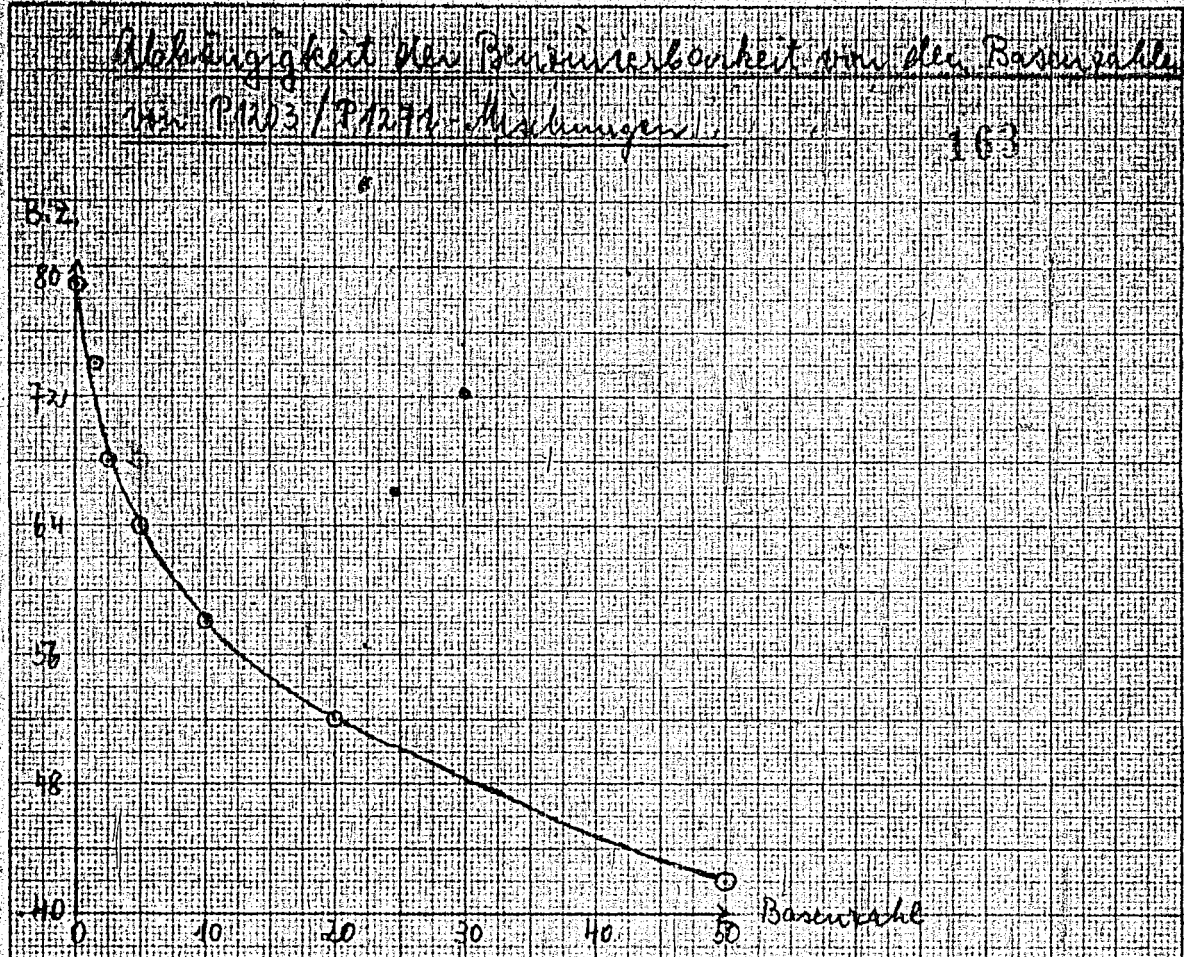
Die Benzinisierung der Öle A, D, E, F, G, H und C führte zu folgenden Ergebnissen:

| Öl | theoret. Benzolzahl M.O.-Methode | Anstreifer spez. Gew. $\approx 150^\circ C$ | Benzinierbarkeit |
|----|----------------------------------|---|------------------|
| A | 0,0 | 0,727 | 65 |
| D | 0,5 | 0,754 | 62 |
| E | 1,5 | 0,743 | 57 |
| F | 3,0 | 0,742 | 53 |
| G | 10,0 | 0,751 | 48 |
| H | 20,0 | 0,764 | 43 |
| C | 50,0 | 0,774 | 35 |

Wie auch zu erwarten, zeigte sich also eine klare Abhängigkeit der Benzinierbarkeit von den Benzolzahlen der Öle. Auf dem liegenden Kurvenblatt ist diese nochmals graphisch aufgetragen.

Abhängigkeit der Benzinverlebarkeit von der Basenzahl
 von P1203/P1272-Mischungen

163



KFMA IndustriAktiengesellschaft
 Ludwigshafen a. Rhein.

Sta 12.7.43.

TITLE PAGE

37. Notiz über die Isomerisierung von Normal-
heptan über 5058 bei 50 atm. mit Salzsäurezusatz.
Note on the production of iso-heptane from
normal heptane at 50 atms over catalyst
5058 with hydrochloric acid addition.

Frame Nos. 164

HOCHDRUCKVERSUCHE
Lu 558

164
7. 8. 1943 Ps/Pa

Handwritten notes:
H. W. M. K.
H. J. Peters

37

Notiz über die Isomerisierung von Normalheptan
über 5058 bei 50 atü mit Salzsäurezusatz.

Der Versuch wurde bei 50 atü, Durchsatz 1,0 und 15,0 mV mit n-Heptan (0,75 % CS_2 -Zusatz) angefahren. Nach zwei Tagen wurde der Einspritzung 1,0 % Tetrachlorkohlenstoff zugemischt. Da hierbei weder eine Spaltung noch Isomerisierung beobachtet wurde, wurde die Temperatur auf 16 mV und nach weiteren zwei Tagen auf 18,0 mV erhöht. Bei 16,0 mV hatte das Anfallprodukt die Oktanzahl Motormethode 5, mit 0,12 Pb-Zusatz 58. Bei 18,0 mV wurde die $COCl_2$ -Menge auf 10 % erhöht. Der Anfall hatte einen Siedebeginn von 84° , bis 95° siedeten 15 %, Oktanzahl Motormethode 24. Bei weiterer Erhöhung des $COCl_2$ -Zusatzes auf 40 % war das Anfallprodukt in der Siedekurve weit auseinandergezogen. Es siedete zwischen 80 und 167° und hatte beim spezifischen Gewicht 0,798 und Anilinpunkt $+50,5$ ca. 70 % bis 100° siedende Anteile. Der Brechungsindex war von 1,3871 (reines Heptan) auf 1,3970 angestiegen. Das Produkt enthielt 22,1 % Chlor.

| Temp. mV | $COCl_2$ -Menge, berechnet als Mol HCl /pro 1 Mol Heptan | spez. Gew. Anfall | n_D^{20} | Siedebeg. | % 90° | % 95° | % 96° | % 97° | % 98° | Okt. Mot. | Ru 98 |
|----------|--|-------------------|------------|-----------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|-----------|-------|
| 15,0 | ohne | 0,684 | 1,3871 | 94 | - | - | 1 | 2 | 90 | 0 | 10 |
| | 0,025 | 0,680 | 1,3871 | 95 | - | - | 1 | 2 | 90 | - | 10 |
| 16,0 | 0,025 | 0,682 | 1,3871 | 93 | - | 1 | 2 | 5 | 90 | 5 | 10 |
| 18,0 | 0,25 | 0,676 | 1,3858 | 84 | 1 | 12 | 30 | 85 | - | 24 | 14 |
| | 1,15 | 0,798 | 1,3970 | 80 | 16 | 36 | - | - | 55 | - | - |

Der Mechanismus der stattgefundenen Reaktionen ist noch ziemlich unklar. Aus dem hohen Chlorgehalt und der Siedekurve ist auf Spalt-, Alkylierungs- und Chlorierungsreaktionen zu schließen. Ein abschließendes Urteil können nur weitere Versuche erbringen, bei denen Feindestillationen ausgeführt und die Klopfbarkeit und die Chlorgehalte von den Fraktionen bestimmt werden. (Von den oben beschriebenen Versuchen ist der größte Teil der Proben verloren gegangen). Außer den hier beschriebenen Versuchen sind noch eine Reihe anderer Versuche mit Zusatz von gasförmiger Salzsäure ausgeführt worden, gez. Trofimow bis aber infolge apparativer Schwierigkeiten " Peters. bisher keine brauchbaren Ergebnisse geliefert haben.

917601

TITLE PAGE

38. Isomerisierung von Kohlenwasserstoffen.
Isomerisation of hydrocarbons.

Frame Nos. 165 - 168

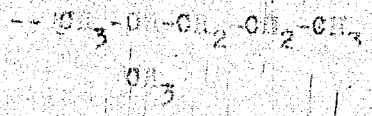
38

M. Lippman

Thema: Isomerisierung von Kohlenwasserstoffen.

In der Literatur und in Patenten wurde eine katalytische Isomerisierung von Kohlenwasserstoffparaffinen schon öfter beschrieben und zwar meist mit AlO_3 oder $AlBr_3$ bei Temperaturen nicht über $150^\circ C$ oder auch nach Verfahren, die ähnlich arbeiten, die eine katalytische Druckhydrierung. Eine rein thermische Umwandlung ist in der Praxis nicht möglich zu sein. Neben der Umwandlung wurde die Katalysatoren stets eine mehr oder weniger starke Deaktivierung beobachtet, wodurch die Wirksamkeit der Katalysatoren schnell beeinträchtigt wird, sodass gleichzeitig höhere Kondensationsprodukte (Harze) bilden. Ein solches Patent der britischen Patentschrift von 1941 unter dem Titel: Isomerisierung in diesem Falle ist ein schlechter ist, da es sich nicht hierbei nur um eine Kompromisslösung.

Die Umwandlung des Isomerisierungsmechanismus wurde von Ipatieff und Mitarbeitern vorgeschlagen, nach dem Schema in 2. Schritt



Nach einem solchen Mechanismus ist immer ein kompliziertes Gemisch von Reaktionsprodukten zu erwarten. Eine Umwandlung in Isomeres Moleküll ohne Spaltung nach Stufe 1 scheint aber ebenfalls möglich. In der amerikanischen Literatur wurde dies beschrieben, bei man mit $AlBr_3$ bei Raumtemperatur ohne Nebenreaktion das Isomere von n -Butan aus n -Butan 61% isomeren erhielt; die Umwandlung geschah in 5 Minuten bei $100^\circ C$ wurden noch über 70% isomeren erhalten, wobei die Umwandlungszeit nur von 1 Minute betrug und der Katalysator oft wieder verwendet werden konnte.

Bei kontinuierlichem Arbeiten nach diesem Verfahren mit einer Druckfraktionierung war nicht möglich; die Reaktion kam schnell zum Stillstand, weil eine geringe Menge Katalysator abdestilliert wurde und reines $AlBr_3$ nicht wirksam ist. Das Problem konnte aber schließlich sehr mit dem billigeren AlO_3 unter Zugabe größerer Mengen von $AlCl_3$ gelöst werden.

Es wird folgendermaßen gearbeitet:

n-Butan. Eine Vorfraktion wird ein n-Butan- HCl -Gemisch der Zusammensetzung 1:1 bis 1:4 annehmen. Es strömt mit einer Durchlaufzeit von einigen Minuten bei einer Temperatur etwas über Raumtemperatur über den Katalysator, dabei eine Isomerisierungsrate von etwa 50% entsprechend etwa 2/3 Gleichgewichtserhalt erreicht wird. Das Produkt enthält nur 1/2 - 1/3 Prozent des Ausgangsprodukts einer Katalysatorleistung von 200 g isomeren pro Stunde oder 100 g isomeren pro Liter. Über $100^\circ C$ AlO_3 werden. Die Isomerisierungsrate

Abklingen des Katalysators bei nur geringer Ver-
 bildung erhalten Druck: 25-30 atm in flüssiger Phase, der Druck
 richtet sich nach der HCl-Konzentration

Ergebnisse. Auch hier ist Umwandlung in iso-Pentan ohne jede Neben-
 reaktion möglich. Die Temperatur darf aber in diesem Falle ebenso
 wie bei der höheren Paraffinen Reaktortemperatur nicht überschreiten.
 Die Reaktion verläuft also sicher nicht in Stufen über Spaltstadien.
 Man muß daher darauf unterscheiden zwischen reiner Isomerisierung
 und isomerisierender Spaltung, wobei letztere unweigerlich mit der
 Bildung einer allylischen oder ähnlichen Doppelverbindung des AlCl₃ verbunden
 ist, während bei der reinen Isomerisierung keine solche Wirkung
 des AlCl₃ und Bildung einer Doppelverbindung beobachtet wird. Kor-
 richtigerweise wird Iso-pentan nie noch in Spuren gefunden, also
 nur Gleichgewicht zwischen n- und iso-Pentan.

Umwandlung mit 2 Mol HCl je Mol Pentan

- 10° 5 % Iso-Pentan }
 0° 10 % } in Luft
 + 20° fast 70 % }
 + 20° in Wasserstoff nur 25 % iso-Pentan.

Bei höherem HCl-Überschuß geht der Umsatz zurück. Das Gleich-
 gewicht liegt bei Reaktortemperatur bei 92 - 93 % iso-Pentan. Bei 10
 oder 20° höherer Temperatur setzt unweigerlich selektive Spaltung
 ein.

| Paraffin | bei 45° erhalten | bei 45° hohem Umsatz | Gleichgewichts- wert nach Spaltung und Frost |
|--------------------|---------------------|-------------------------|--|
| n-Pentan | 3 % | 50 % | 1.5 |
| 3-Methylpentan | 10 % | 40 % | 2.6 |
| 2- | 21 % | 40 % | 2.7 |
| 2,3-Dimethylpentan | 9 % | 10 % | 5.5 |
| Hexan | 57 % | | 1.7 |

Die Zusammensetzung der Produkte wurde von Prof. Goubeau durch Elementar-
 analyse bestätigt. Das Hexan kann leicht durch Destillation abge-
 trennt werden (Kp 69°). Der Versuch mit kleinerem Umsatz zeigt klar
 das Vorhandensein nicht in einer Stufe, sondern über 2-Methylpentan als
 Zwischenstufe entsteht. Zu der gleichen Gleichgewichtseinstellung
 kann man auch ausgehend von 2-Methylpentan und von 2,3-Dimethylbutan

ausgeübte Isomerisierung von Pentan und Hexan. Die beiden Stoffe
 wandeln sich ungestört nebeneinander um, also neuer Beweis, daß es
 nicht über Bruchstücke geht, sondern durch Verschiebung von Atom-
 gruppen unter Erhaltung des Gesamtatomzahlverhältnisses.

Höhere Paraffine. Es gelang bisher noch keine reine Isomerisierung
 ohne gleichzeitige Spaltung. Versuche sind aber noch im Gange.

Die Umwandlung ohne Isomerisierung wie bei Hexan scheint zur Ermittlung
 besserer Gleichgewichtsdaten als aus den Verbrennungswärmen
 gewonnen geeignet.

Giese, Berlin

3 e - 16. 11. 1958
H. J. Simon
W. H. H. H.

10. 11. 1958
Vorbereitung

Isotopierung von Kohlenstoff mit ^{13}C mit
Salzsäure in Dreieckslava.

Zusammenfassung

Ein orientierender Versuch zur Isotopierung von Kohlenstoff mit ^{13}C mit einer HCl -Lösung bei ca. $305^{\circ}C$ ergab folgende Ergebnisse:
Mit ^{13}C allein waren in C -freien Anfallprodukten 19 % ^{13}C zu erhalten. Die Ozonzahl der C_1 -Fraktion stieg dabei von 64 auf 77,5 Einheiten. Bei Zugabe von ca. 5 Gew.-% Salzsäure konnte die Isotopierung auf 82,9 % Kohlenstoff gesteigert werden; die Ozonzahl der C_1 -Fraktion von 78,5 auf 82, während mit ^{13}C allein nur 78,5 an Kohlenstoff in Kohlenwasserstoffen gebildet wurden, ist bei Anwendung von HCl eine deutliche Bildung von höherem Kohlenwasserstoffen aufzuweisen. Anreicherungen bei HCl -Zugabe die Aufspaltung zu C_1 und C_2 werden Kohlenwasserstoffen deutlich geringer, wodurch eine wesentliche Isotopierung an ^{13}C erleichtert wurde. Die Versuche werden bei tieferer Temperatur fortgesetzt.

Geschrieben mit:
Dr. G. Grassl,
München.

gez. Grassl

Isomerisierung von Normalpentan mit I 5058 mit und ohne
Salzsäure in Drehanalysen.

Versuchsbedingungen:

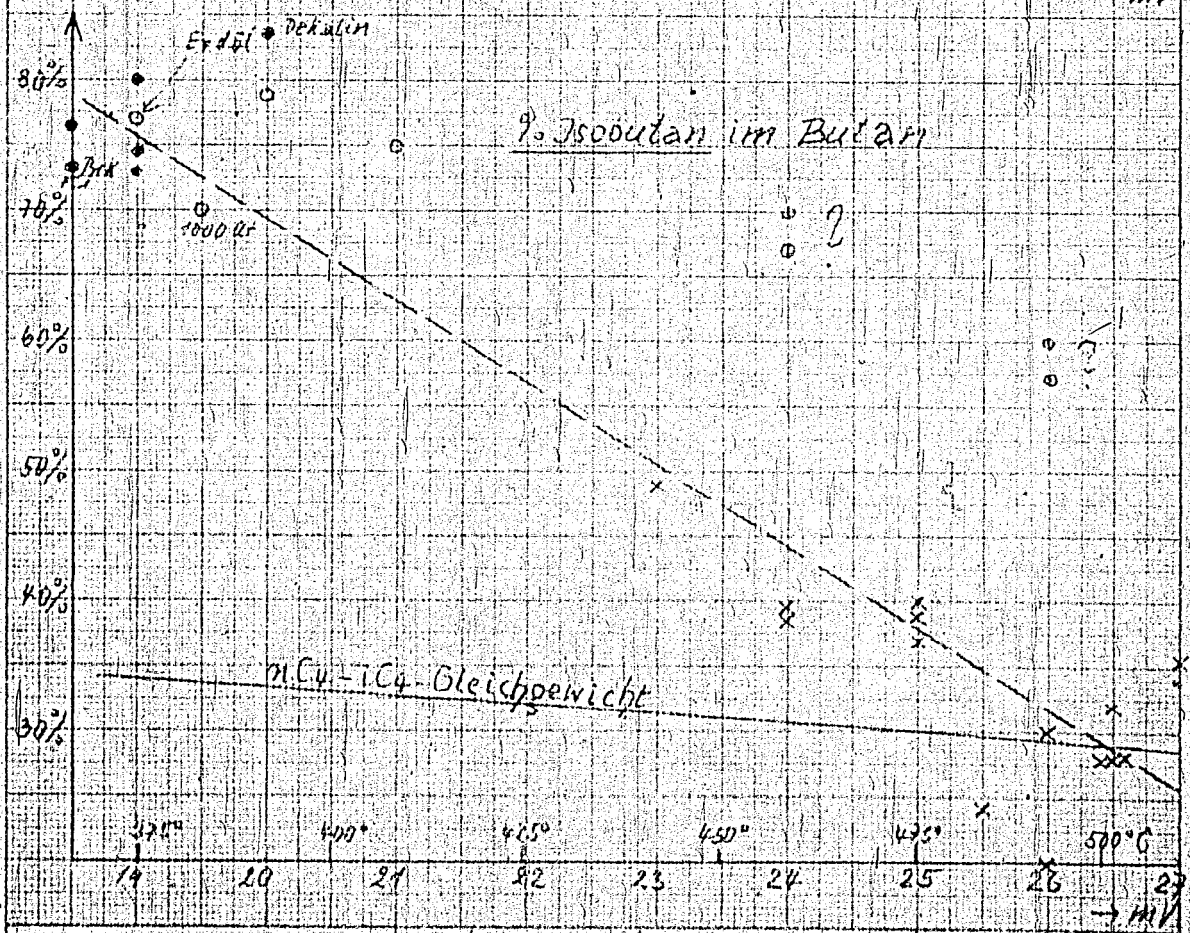
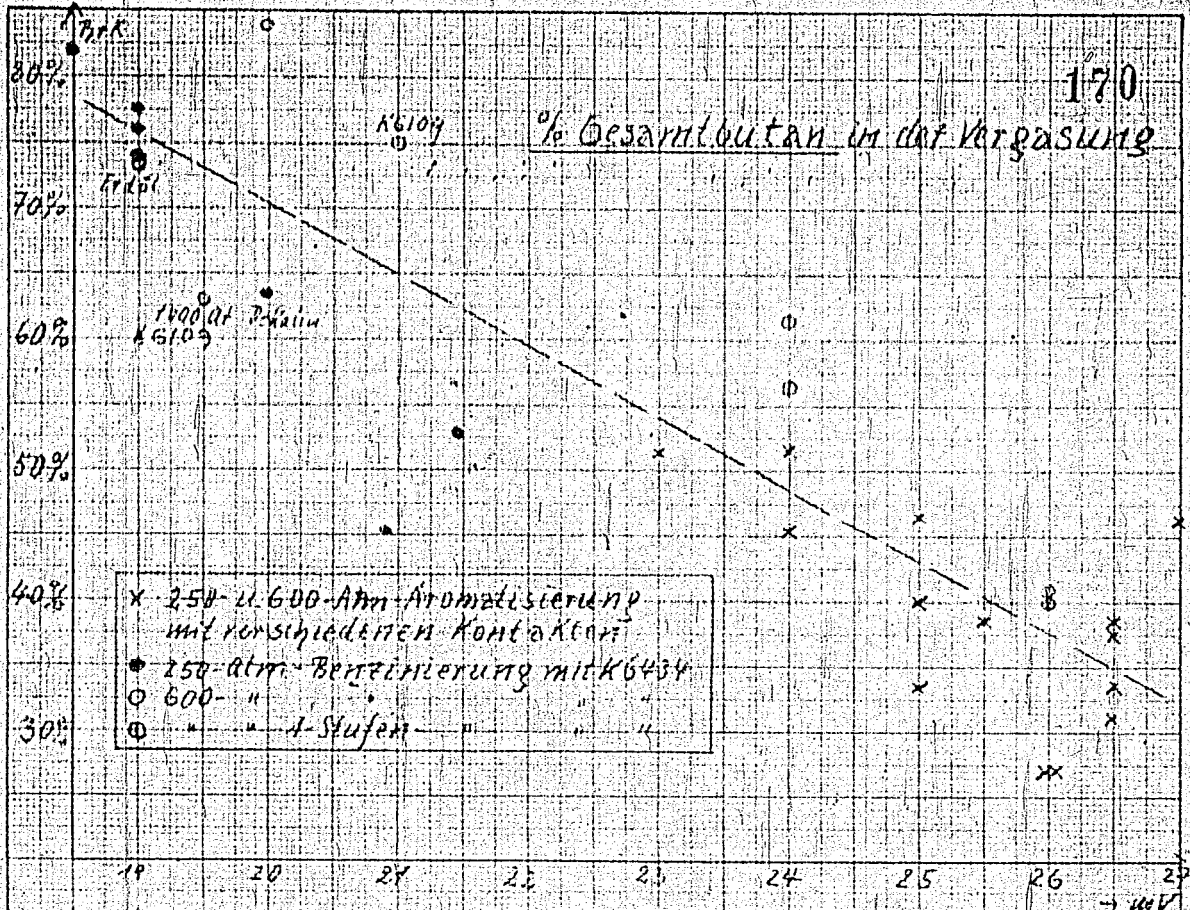
Anheizzeit: 2 Std.
Reaktionszeit: 2
Temperatur: 150 ° (304 °C)
Anfangsdruck: 100 atm H₂ (ca. 390 Torr.)
Enddruck: ca. 260 atm
Normalpentan: 1070 g.

| Kontakt: | 5058 T-P1 170 cm ca 440 g | 5058 T-P1 170 cm ca 440 g | 5058 T-P1 170 cm ca 440 g |
|---|------------------------------|------------------------------|------------------------------|
| HCl-Zusatz: | ohne | mit | mit |
| Anfallerendwert C ₅ -Frakt. g | 435 | 522 | 522 |
| | Quant. | Quant. | Quant. |
| C ₄ | 0 | 0 | 0,93 |
| Iso-C ₅ | 49 | 237 | 62,0 |
| Normal-C ₅ | 51 | 243 | 27,2 |
| höher | Spuren | Spuren | 9,0 |
| andere M.M. | 78,5 | 82 | 82 |
| M.M.+0,12Pb | 103,5 | - | - |
| g K.W. H. Gas | 18,2 | 3,6 | 3,6 |
| mittl. C | 4,5 | 5,0 | 5,0 |

TITLE PAGE^B

39. Über den Butan und Iso-butangehalt der Vergasung bei der Benzinierung und Aromatisierung mit Bleioberdekontakten.
The butane and iso-butane contents in the gases from benzinization and aromatisation with bleaching earth catalysts.

Frame Nos. 169 - 170



I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Spaltung mit Bleibende Kontakten
Ludwigshafen a. Rhein. Rb

DIN-Form 547 (20) (12/53)

TITLE PAGE

40. Verarbeitung von Steinkohlemittelöl über
Vorhydrierung /7846 W 250, Benzinierung und DHD.
Working of bituminous coal liquefaction
middle oil over prehydrogenation/7846 W 250,
benzination and DHD.

Frame Nos. 171 - 188

Hochdruckversuche
Lu 558

2 C 171 25. Mai 1943

Handwritten notes and signatures

Verarbeitung von Steinkohlennittelöl über Vorhydrierung / 7846 W 250,
Benzinierung und DHD.

376. Jb. S. 100/101

4p

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-OZ. der DHD-Benzine aus Vorhydrierbenzin 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-OZ. 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 CV₂) der Überladekurve ist durch C₅-Verluste zu tief.

Durchführung der Versuche.

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

| Vorhydr.-erungsgrad | schwach | stark |
|----------------------------|---------|--------|
| Druck | 250 at | 250 at |
| Temperatur | 426°G | 434°G |
| Durchsatz | 1,0 | 0,5 |
| obm Gas / kg Öl | 4 | 4 |
| Spez. Gew. des E-Mittelöls | 0,838 | 0,874 |
| Anilinpunkt | + 37 | + 47 |
| Phenole % | 0,18 | 0,04 |
| Stickstoff % | 0,013 | 0,008 |

9

Die Trennung bei 170° im Vorhydrolyseapparat von B-Mittel (1) wurde in einer dem Ofen umgeschalteten Kolonne durchgeführt.

Bestimmungen über Kontakt 3434 (E-Fallen) wurden die beiden in der Vorhydrolyse erhaltenen B-Mittel (2) benannt (500 ccm-Ofen). Während das stärker verhydrolysierte Mittel (1) infolge seines niedrigeren Siedepunktes und des geringeren Grades an Schwierigkeiten direkt benutzbar ist/verwendbar, mußte das schwächer verhydrolysierte Produkt (2) durch eine Schwefelsäure-Natronlauge-Wäsche (jeweils 50%ige Lösung) nachraffiniert werden. Das raffinierte Produkt war, wenn nicht bei etwas höherer Temperatur, ohne Anfliegen beständiger (Tabelle 3).

Parameter und Ergebnisse:

| Verhydrolysegrad | schwach | stark |
|--------------------------------|--------------------|--------------------|
| Druck | 250 at | 250 at |
| Temperatur | 359° | 359° |
| Durchsatz an Gas/kg Öl | 1,2 | 1,2 |
| | 2 | 2 |
| Seeflugleistung Verdampfung | 0,54 (ca 12,6%) | 0,59 (ca 13,7%) |

Die beiden Produkte wurden jeweils in 70 % Schwerbenzin + 30 % Leichtbenzin und 25 % Schwerbenzin + 75 % Leichtbenzin geschnitten (Tabelle 4 und 5), um den Einfluß der Schnittgröße auf die Eigenschaften der fertigen OHD-Motoren festzustellen.

Hydrolyse zur Darstellung der erhaltenen Produkte: Vorhydrolyse (1) (stark) und (2) (schwach) wurde durch zwei 70% und 30% (2) (schwach) (Schicht 1), wobei der OHD-Kontakt 7930 bei 170-190° mit folgender Vorhydrolyse-Temperatur 85° (Anbau) bei 100° (ca 10%)

die Verdampfung wurde bei 100° bei 10 und 25 at 25-Druck, wobei verschiedene Katalysatorkonzentrationen galten.

Interessante Ergebnisse:

Das Mittel (1) verhielt sich (Kontakt 1) P 1272 von Scholven bei einem Anfliegen von -15° (Tabelle 2) wurde in zwei Fällen (1) und (2) unterschiedlich stark verhydrolysiert (siehe Bild 1). Dabei wurde das zwei Vorhydrolysen erhalten, die im wesentlichen folgende Unterschiede zeigten:

1) Infolge unterschiedlicher Bestimmungen dieser Werte sind die Werte für Verdampfung für beide Fälle vermutlich etwa gleich hoch zu setzen (ca 12-13%).

- 1) Der Aromatengehalt der 20°-Fraktionen²⁾ aus dem Vorhydrierbenzolen (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 Oktanwertkurve des schwach vorhydrierten Benzols in den oberen Fraktionen um 1 - 2 Einheiten über der des stark vorhydrierten.
- 3) Der Gehalt an Paraffinkohlenwasserstoffen ist bei dem schwach vorhydrierten Produkt etwas geringer.

Das gleiche Bild ergibt sich bei den 170°-Benzinen (Tabelle 1). Die Benzinkonzentrationen sind, da die Benzine aus der gleichen Menge Paraffolen distilliert sind, annähernd gleich. Das etwas geringere Gehalt an Paraffinen und höheren Gehalt an Aromaten entspricht der geringeren Wasserstoffzahl des schwach vorhydrierten Produktes (15,74 % 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: 0,13 % gegen 0,04 % und den Stickstoffgehalt: 0,013 % gegen 0,006 %. Sauerstoffbestimmungen wurden nicht gemacht.

Das schwach vorhydrierte B-Mittelöl ließ sich wegen des zu großen Phenol- und Stickstoffgehaltes nicht direkt über 6434 benzinzieren. Es wurde deshalb in Weichkohlensäure mit 50%iger Schwefelsäure, 50%iger Natronlauge, anschließend mit Wasser gewaschen und enthält dann 0,017 % Phenole. Die Säuresäure war 5,1 mg NH₃/Ltr Öl. Diese Behandlung genügt, um es ohne Abkühlung benzinzierbar zu machen. Die dazu nötige Temperatur lag (um etwa 15°C (ca 1 mV) höher als bei dem stark vorhydrierten Produkt).

Die in Tabelle 3 enthaltenen Zahlen geben die Benzinzierungsbedingungen 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 (3,4 % gegen 1,6 %) zu erklären.

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

x) aufgetragen über den 50%-Punkten der Fraktionen

Die niedrige Benzindampfdrucktemperatur bei der Verarbeitung des stark vorhydrierten Produktes zur Erzielung der gleichen Benzinkonzentration wie bei dem schwächer vorhydrierten wurde bereits erwähnt.

Der Wasserstoffgehalt nach Elementaranalyse ist in der Benzinkonzentration bei beiden Produkten nahezu gleich: (14,41 % = schwach vorhydriert, 14,42 % = stark vorhydriert), dies steht jedoch im Widerspruch zu einer Differenz von 2,5 % im Aromatengehalt.

Zur Festsetzung der günstigsten Schnittgrenze bei der Destillation auf Schwerbenzin für die Verarbeitung nach dem DHD-Verfahren wurde aus beiden Benzinen 25 % 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 7935 dehydriert, die Leichtbenzine zur Mischung mit den dehydrierten Benzinen aufbewahrt (Schemata 1) in Tabelle 6 und 6a sind Dehydrierbedingungen und -Ergebnisse enthalten.

Die auf verschiedene Aromatengehalte bei 10 und 27 at H₂-Druck destillierten Produkte (Feststellung der Relation Aromatengehalt : Ausbeute) wurden zum Teil, soweit es sich um Produkte etwa gleichen Aromatengehaltes handelte, gemischt und untersucht (Tabelle 6a).

Infolge ungenauer Rohbilanzset konnte die Beziehung Aromatengehalt : Ausbeute nicht festgestellt werden.

Die DHD-Benzine als 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 Naphtienkohlenwasserstoffen sind die Unterspezies in den beiden Restbenzinen aus Vorhydrierbenzin (Kolonne 1 und 2) auf die schwächere und schärfere Fahrweise (79,5 % Aromatengehalt gegen 70,0 %) zurückzuführen. Die Oktanzahlen in den ersten 3 Kolonnen sind bei Umrückung auf die gleichen Anteile bis 100° etwa gleich.

Was also die Produktqualität anbelangt, ist bei den DHD-Benzinen aus Vorhydrierbenzin nach starker und schwacher Fahrweise kein Unterschied, der die Versuchsschwankungen übersteigt, 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 rechnerisch die Eigenschaften der Mischungen mit den dazugehörenden Leichtbenzinen bestimmt. Dabei zeigt sich:

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

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

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

Mischung 1:

DHD-Benzin aus 6434-Benzin, 65 % Schwerbenzin (schwache und starke Vorhydrierung)

Leichtbenzin von " " (15 %)

Mischung 2:

DHD-Benzin aus Vorhydrierbenzin (schwache und starke Vorhydrierung)

" " " 6434-Benzin, 70% Schwerbenzin (" ")

Leichtbenzin 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 Siedokurve, 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 1,2 atm, bei dem aus 6434-Benzin etwa 2,2 atm über der von CV 20.

gez. Rötter

Gemeinsam mit:

Dr. Donath
" Reitz
" Nonnenmacher
" Lajus

Schaubild 1.
Steinkohleverflüssigungs-Möl
(P.1271 - Schölen)

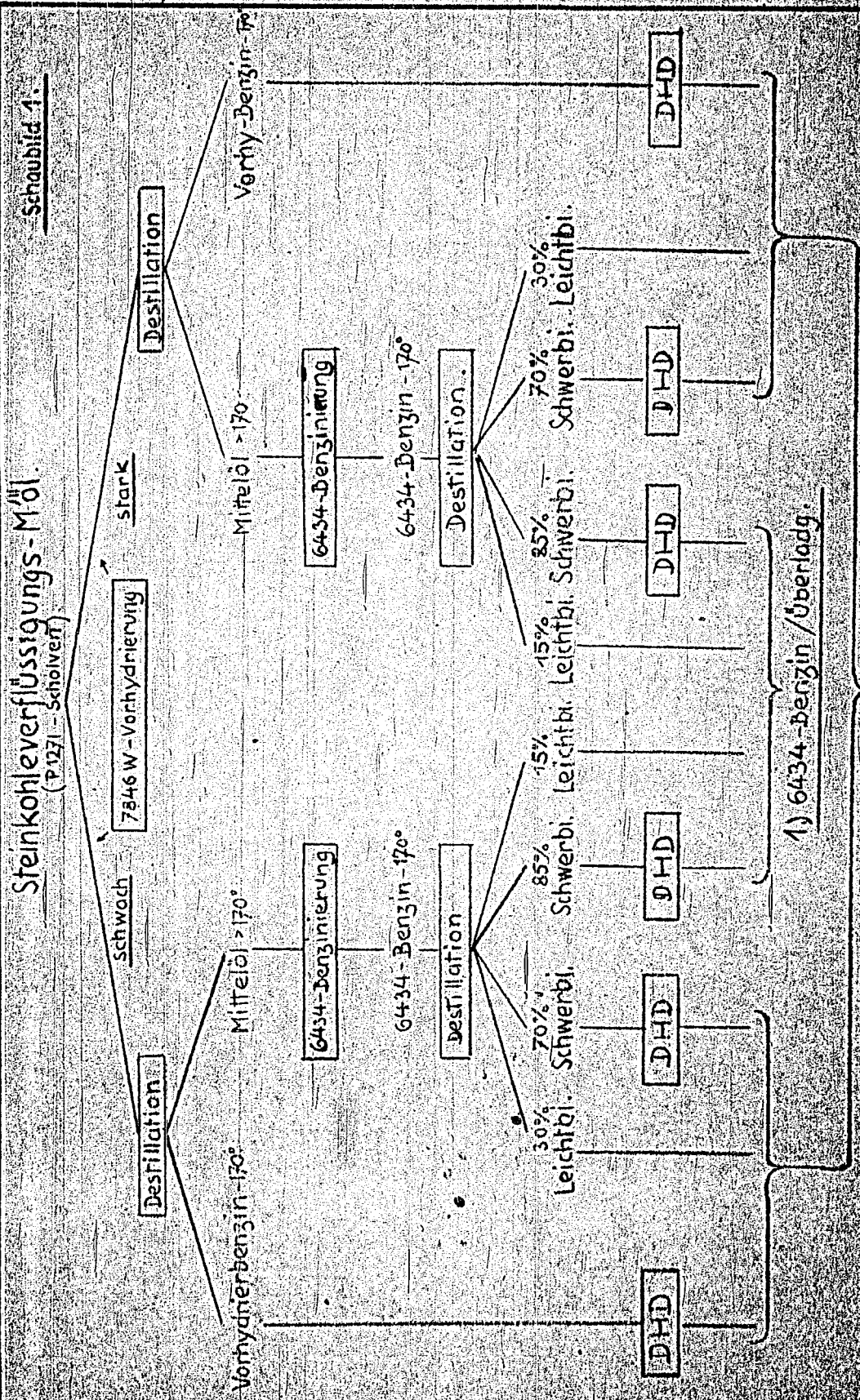
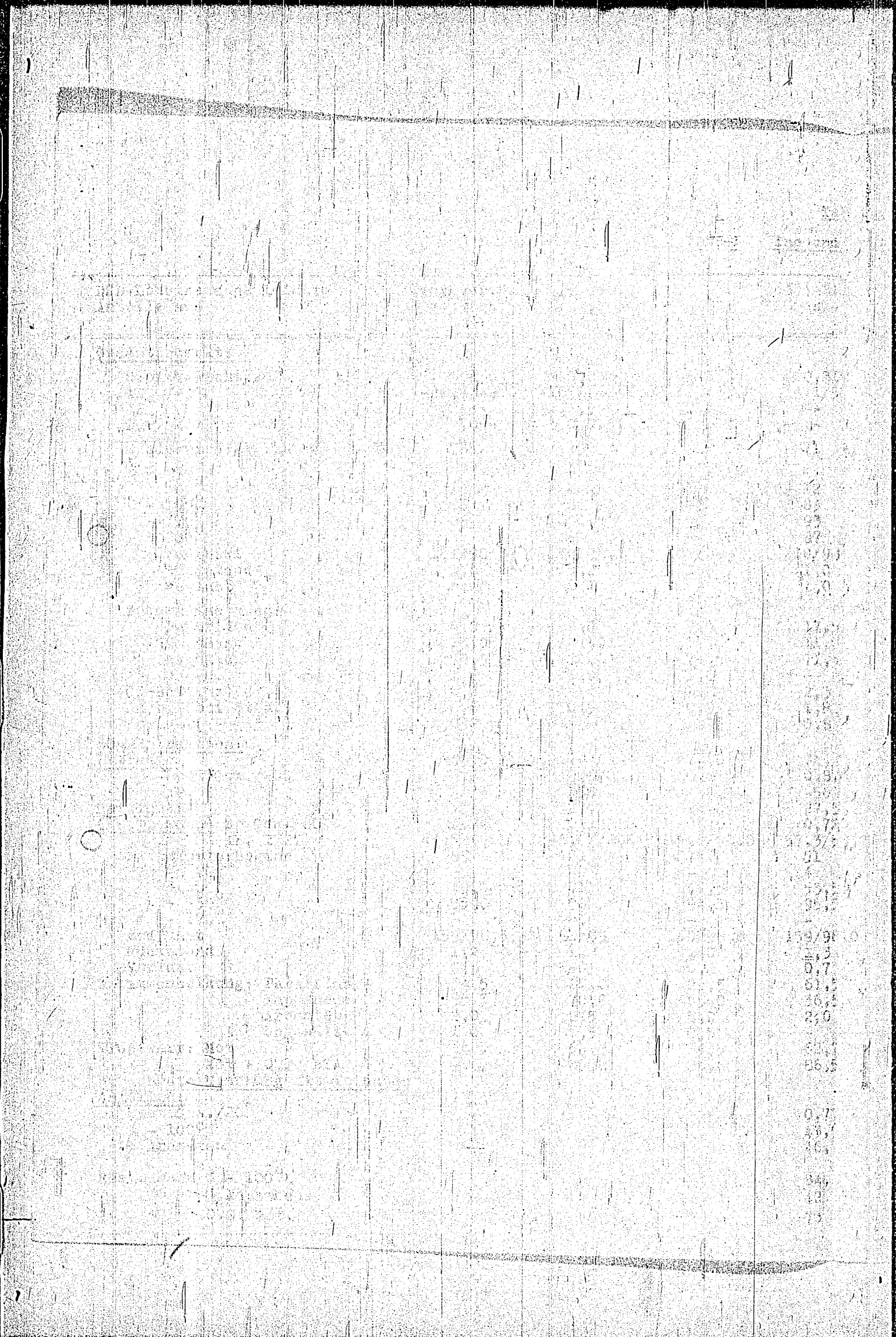


Tabelle 4
 Die Gasstromerzeugung in den
 Gaswerken der Reichsland
 Ostpreußen, Danzig und
 der Provinz Westpreußen
 im Jahre 1934

| Gaswerk | Reichsland | Danzig | Westpreußen |
|-------------------------------|------------|--------|-------------|
| Gaswerk Königsberg | 11,0 | 2,0 | 1,0 |
| Gaswerk Gumbinnen | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Heilsberg | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Marienburg | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Soldau | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Weidenburg | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Eydau | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Fischhausen | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Rastenburg | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Stuhm | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (II) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (III) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (IV) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (V) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (VI) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (VII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (VIII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (IX) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (X) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (XI) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (XII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (XIII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (XIV) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (XV) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (XVI) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (XVII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (XVIII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (XIX) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (XX) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (XXI) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (XXII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (XXIII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (XXIV) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (XXV) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (XXVI) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (XXVII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (XXVIII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (XXIX) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (XXX) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (XXXI) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (XXXII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (XXXIII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (XXXIV) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (XXXV) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (XXXVI) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (XXXVII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (XXXVIII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (XXXIX) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (XL) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (XLI) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (XLII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (XLIII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (XLIV) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (XLV) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (XLVI) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (XLVII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (XLVIII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (XLIX) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (L) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LI) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LIII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LIV) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LV) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LVI) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LVII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LVIII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LVIX) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LX) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXI) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXIII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXIV) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXV) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXVI) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXVII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXVIII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXIX) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXX) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXI) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXIII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXIV) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXV) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXVI) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXVII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXVIII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXIX) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXX) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXI) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXIII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXIV) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXV) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXVI) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXVII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXVIII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXIX) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXX) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXXI) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXXII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXXIII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXXIV) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXXV) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXXVI) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXXVII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXXVIII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXXIX) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXXX) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXXXI) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXXXII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXXXIII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXXXIV) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXXXV) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXXXVI) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXXXVII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXXXVIII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXXXIX) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXXXX) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXXXXI) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXXXXII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXXXXIII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXXXXIV) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXXXXV) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXXXXVI) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXXXXVII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXXXXVIII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXXXXIX) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXXXXX) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXXXXXI) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXXXXXII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXXXXXIII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXXXXXIV) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXXXXXV) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXXXXXVI) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXXXXXVII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXXXXXVIII) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXXXXXIX) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |
| Gaswerk Tilsit (LXXXXXXX) | 1,0 | 1,0 | 1,0 |

Spring 1904

2/15
2/20
3/10
3/15
3/20
3/25
4/10
4/15
4/20
4/25
5/10
5/15
5/20
5/25
6/10
6/15
6/20
6/25
7/10
7/15
7/20
7/25
8/10
8/15
8/20
8/25
9/10
9/15
9/20
9/25
10/10
10/15
10/20
10/25
11/10
11/15
11/20
11/25
12/10
12/15
12/20
12/25



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

183

Bestandenermittlung

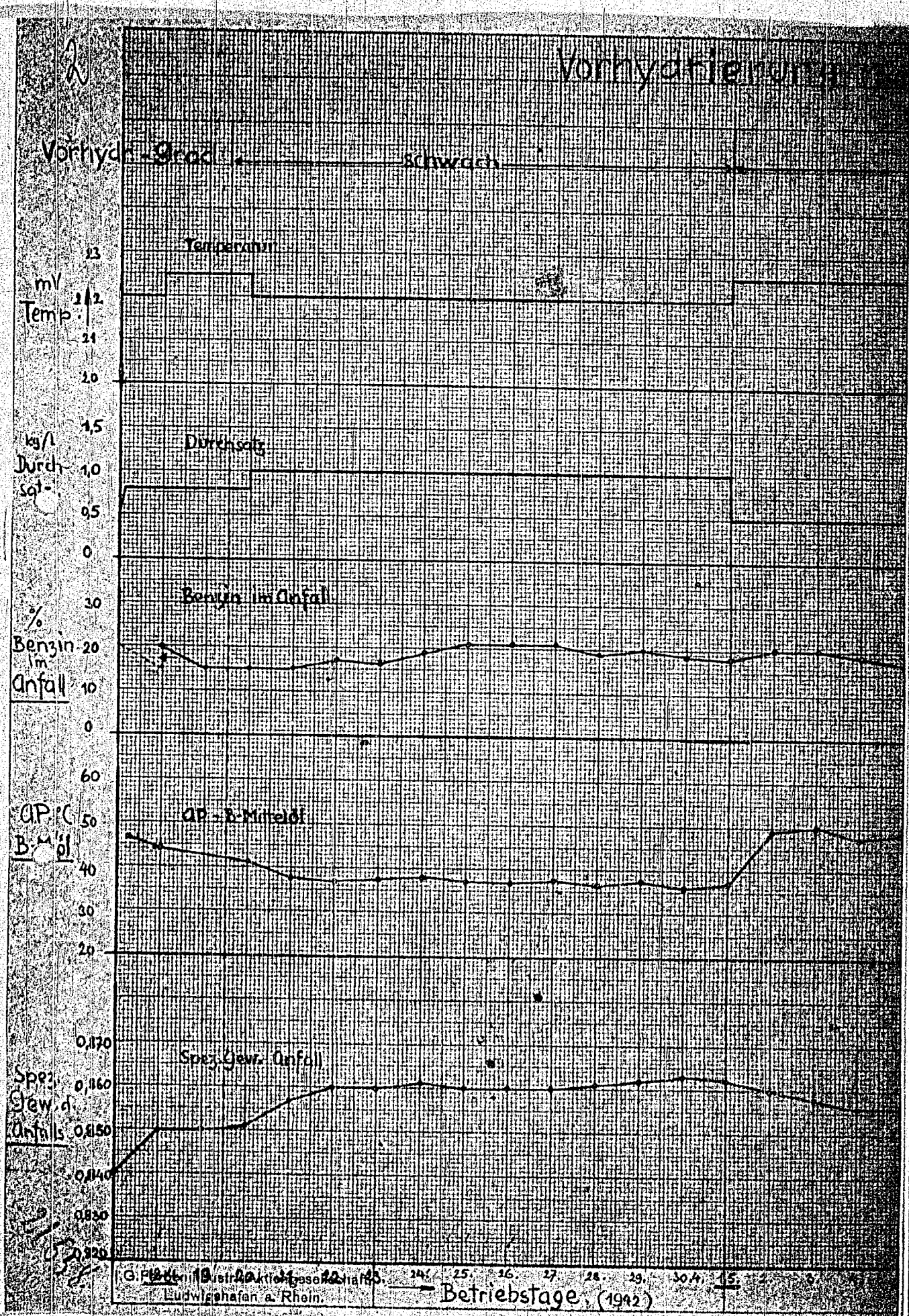
der Mischung der LAD-Bausteine aus Vorversuchsreihen, anhand
stark vergrößert, nach 1. Versuch (Schwert) (1/20) und 2. Versuch
(Schwert) (1/20) (Schwert) (1/20)

Obstausgang (Schwert) (1/20) (Schwert) (1/20)

3. Extraktion (Schwert) (1/20) (Schwert) (1/20)

| Bestandenermittlung | Bestandenermittlung | Bestandenermittlung | Bestandenermittlung |
|---------------------|---------------------|---------------------|---------------------|
| 0,2 | 10,0 | 10,0 | 50,7 % |
| 0,5 | 20,0 | 20,0 | 0,770/15 |
| 1,0 | 40,0 | 40,0 | 0,770/15 |
| 2,0 | 80,0 | 80,0 | 0,770/15 |
| 3,0 | 120,0 | 120,0 | 0,770/15 |
| 4,0 | 160,0 | 160,0 | 0,770/15 |
| 5,0 | 200,0 | 200,0 | 0,770/15 |
| 6,0 | 240,0 | 240,0 | 0,770/15 |
| 7,0 | 280,0 | 280,0 | 0,770/15 |
| 8,0 | 320,0 | 320,0 | 0,770/15 |
| 9,0 | 360,0 | 360,0 | 0,770/15 |
| 10,0 | 400,0 | 400,0 | 0,770/15 |
| 11,0 | 440,0 | 440,0 | 0,770/15 |
| 12,0 | 480,0 | 480,0 | 0,770/15 |
| 13,0 | 520,0 | 520,0 | 0,770/15 |
| 14,0 | 560,0 | 560,0 | 0,770/15 |
| 15,0 | 600,0 | 600,0 | 0,770/15 |
| 16,0 | 640,0 | 640,0 | 0,770/15 |
| 17,0 | 680,0 | 680,0 | 0,770/15 |
| 18,0 | 720,0 | 720,0 | 0,770/15 |
| 19,0 | 760,0 | 760,0 | 0,770/15 |
| 20,0 | 800,0 | 800,0 | 0,770/15 |
| 21,0 | 840,0 | 840,0 | 0,770/15 |
| 22,0 | 880,0 | 880,0 | 0,770/15 |
| 23,0 | 920,0 | 920,0 | 0,770/15 |
| 24,0 | 960,0 | 960,0 | 0,770/15 |
| 25,0 | 1000,0 | 1000,0 | 0,770/15 |
| 26,0 | 1040,0 | 1040,0 | 0,770/15 |
| 27,0 | 1080,0 | 1080,0 | 0,770/15 |
| 28,0 | 1120,0 | 1120,0 | 0,770/15 |
| 29,0 | 1160,0 | 1160,0 | 0,770/15 |
| 30,0 | 1200,0 | 1200,0 | 0,770/15 |
| 31,0 | 1240,0 | 1240,0 | 0,770/15 |
| 32,0 | 1280,0 | 1280,0 | 0,770/15 |
| 33,0 | 1320,0 | 1320,0 | 0,770/15 |
| 34,0 | 1360,0 | 1360,0 | 0,770/15 |
| 35,0 | 1400,0 | 1400,0 | 0,770/15 |
| 36,0 | 1440,0 | 1440,0 | 0,770/15 |
| 37,0 | 1480,0 | 1480,0 | 0,770/15 |
| 38,0 | 1520,0 | 1520,0 | 0,770/15 |
| 39,0 | 1560,0 | 1560,0 | 0,770/15 |
| 40,0 | 1600,0 | 1600,0 | 0,770/15 |
| 41,0 | 1640,0 | 1640,0 | 0,770/15 |
| 42,0 | 1680,0 | 1680,0 | 0,770/15 |
| 43,0 | 1720,0 | 1720,0 | 0,770/15 |
| 44,0 | 1760,0 | 1760,0 | 0,770/15 |
| 45,0 | 1800,0 | 1800,0 | 0,770/15 |
| 46,0 | 1840,0 | 1840,0 | 0,770/15 |
| 47,0 | 1880,0 | 1880,0 | 0,770/15 |
| 48,0 | 1920,0 | 1920,0 | 0,770/15 |
| 49,0 | 1960,0 | 1960,0 | 0,770/15 |
| 50,0 | 2000,0 | 2000,0 | 0,770/15 |
| 51,0 | 2040,0 | 2040,0 | 0,770/15 |
| 52,0 | 2080,0 | 2080,0 | 0,770/15 |
| 53,0 | 2120,0 | 2120,0 | 0,770/15 |
| 54,0 | 2160,0 | 2160,0 | 0,770/15 |
| 55,0 | 2200,0 | 2200,0 | 0,770/15 |
| 56,0 | 2240,0 | 2240,0 | 0,770/15 |
| 57,0 | 2280,0 | 2280,0 | 0,770/15 |
| 58,0 | 2320,0 | 2320,0 | 0,770/15 |
| 59,0 | 2360,0 | 2360,0 | 0,770/15 |
| 60,0 | 2400,0 | 2400,0 | 0,770/15 |
| 61,0 | 2440,0 | 2440,0 | 0,770/15 |
| 62,0 | 2480,0 | 2480,0 | 0,770/15 |
| 63,0 | 2520,0 | 2520,0 | 0,770/15 |
| 64,0 | 2560,0 | 2560,0 | 0,770/15 |
| 65,0 | 2600,0 | 2600,0 | 0,770/15 |
| 66,0 | 2640,0 | 2640,0 | 0,770/15 |
| 67,0 | 2680,0 | 2680,0 | 0,770/15 |
| 68,0 | 2720,0 | 2720,0 | 0,770/15 |
| 69,0 | 2760,0 | 2760,0 | 0,770/15 |
| 70,0 | 2800,0 | 2800,0 | 0,770/15 |
| 71,0 | 2840,0 | 2840,0 | 0,770/15 |
| 72,0 | 2880,0 | 2880,0 | 0,770/15 |
| 73,0 | 2920,0 | 2920,0 | 0,770/15 |
| 74,0 | 2960,0 | 2960,0 | 0,770/15 |
| 75,0 | 3000,0 | 3000,0 | 0,770/15 |
| 76,0 | 3040,0 | 3040,0 | 0,770/15 |
| 77,0 | 3080,0 | 3080,0 | 0,770/15 |
| 78,0 | 3120,0 | 3120,0 | 0,770/15 |
| 79,0 | 3160,0 | 3160,0 | 0,770/15 |
| 80,0 | 3200,0 | 3200,0 | 0,770/15 |
| 81,0 | 3240,0 | 3240,0 | 0,770/15 |
| 82,0 | 3280,0 | 3280,0 | 0,770/15 |
| 83,0 | 3320,0 | 3320,0 | 0,770/15 |
| 84,0 | 3360,0 | 3360,0 | 0,770/15 |
| 85,0 | 3400,0 | 3400,0 | 0,770/15 |
| 86,0 | 3440,0 | 3440,0 | 0,770/15 |
| 87,0 | 3480,0 | 3480,0 | 0,770/15 |
| 88,0 | 3520,0 | 3520,0 | 0,770/15 |
| 89,0 | 3560,0 | 3560,0 | 0,770/15 |
| 90,0 | 3600,0 | 3600,0 | 0,770/15 |
| 91,0 | 3640,0 | 3640,0 | 0,770/15 |
| 92,0 | 3680,0 | 3680,0 | 0,770/15 |
| 93,0 | 3720,0 | 3720,0 | 0,770/15 |
| 94,0 | 3760,0 | 3760,0 | 0,770/15 |
| 95,0 | 3800,0 | 3800,0 | 0,770/15 |
| 96,0 | 3840,0 | 3840,0 | 0,770/15 |
| 97,0 | 3880,0 | 3880,0 | 0,770/15 |
| 98,0 | 3920,0 | 3920,0 | 0,770/15 |
| 99,0 | 3960,0 | 3960,0 | 0,770/15 |
| 100,0 | 4000,0 | 4000,0 | 0,770/15 |

1. Versuch (Schwert) (1/20) (Schwert) (1/20)
 2. Versuch (Schwert) (1/20) (Schwert) (1/20)
 3. Versuch (Schwert) (1/20) (Schwert) (1/20)
 4. Versuch (Schwert) (1/20) (Schwert) (1/20)
 5. Versuch (Schwert) (1/20) (Schwert) (1/20)
 6. Versuch (Schwert) (1/20) (Schwert) (1/20)
 7. Versuch (Schwert) (1/20) (Schwert) (1/20)
 8. Versuch (Schwert) (1/20) (Schwert) (1/20)
 9. Versuch (Schwert) (1/20) (Schwert) (1/20)
 10. Versuch (Schwert) (1/20) (Schwert) (1/20)

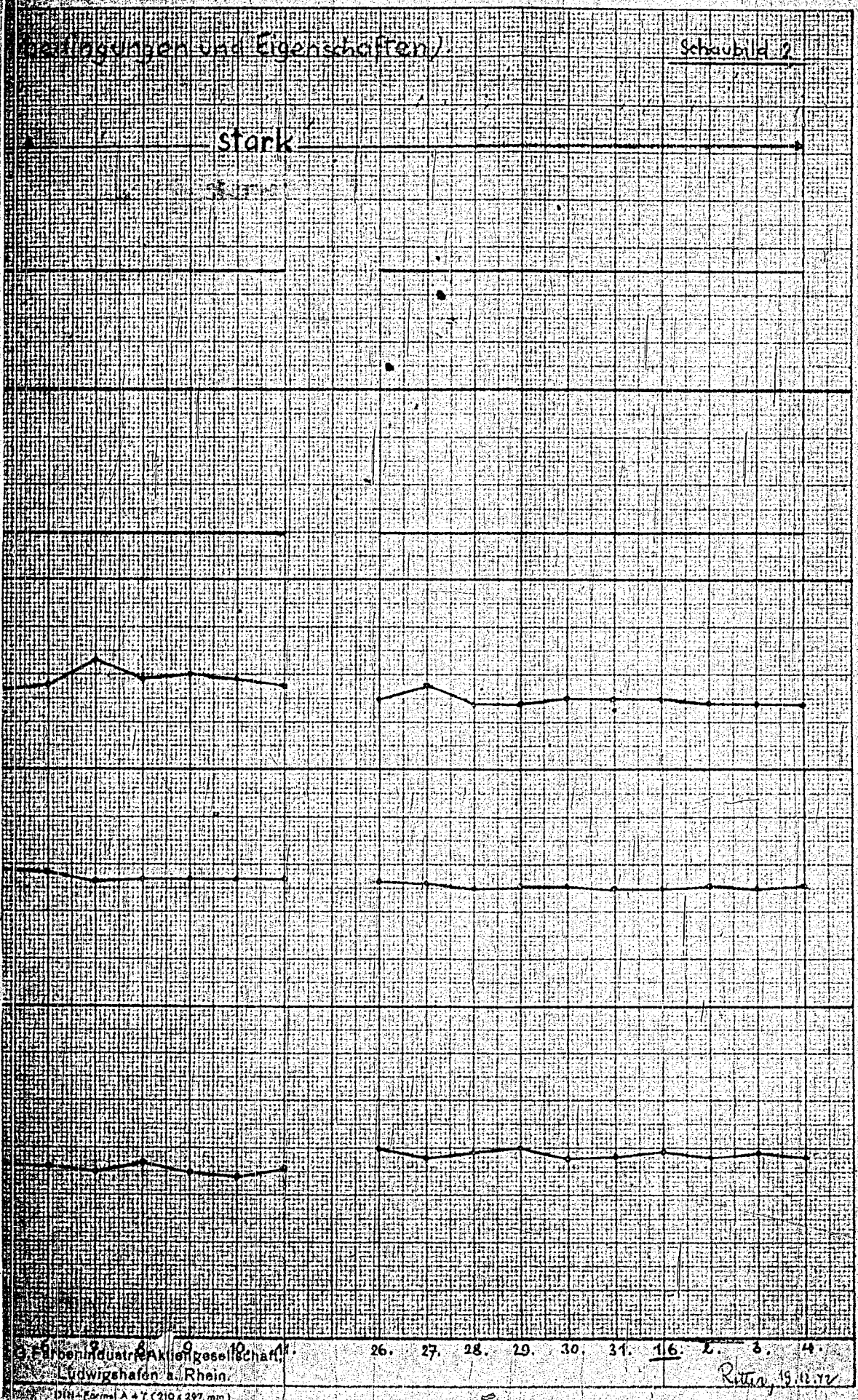


Verläufe und Eigenschaften)

Schaubild 2

186

stark



G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein

Ritter 19.11.22

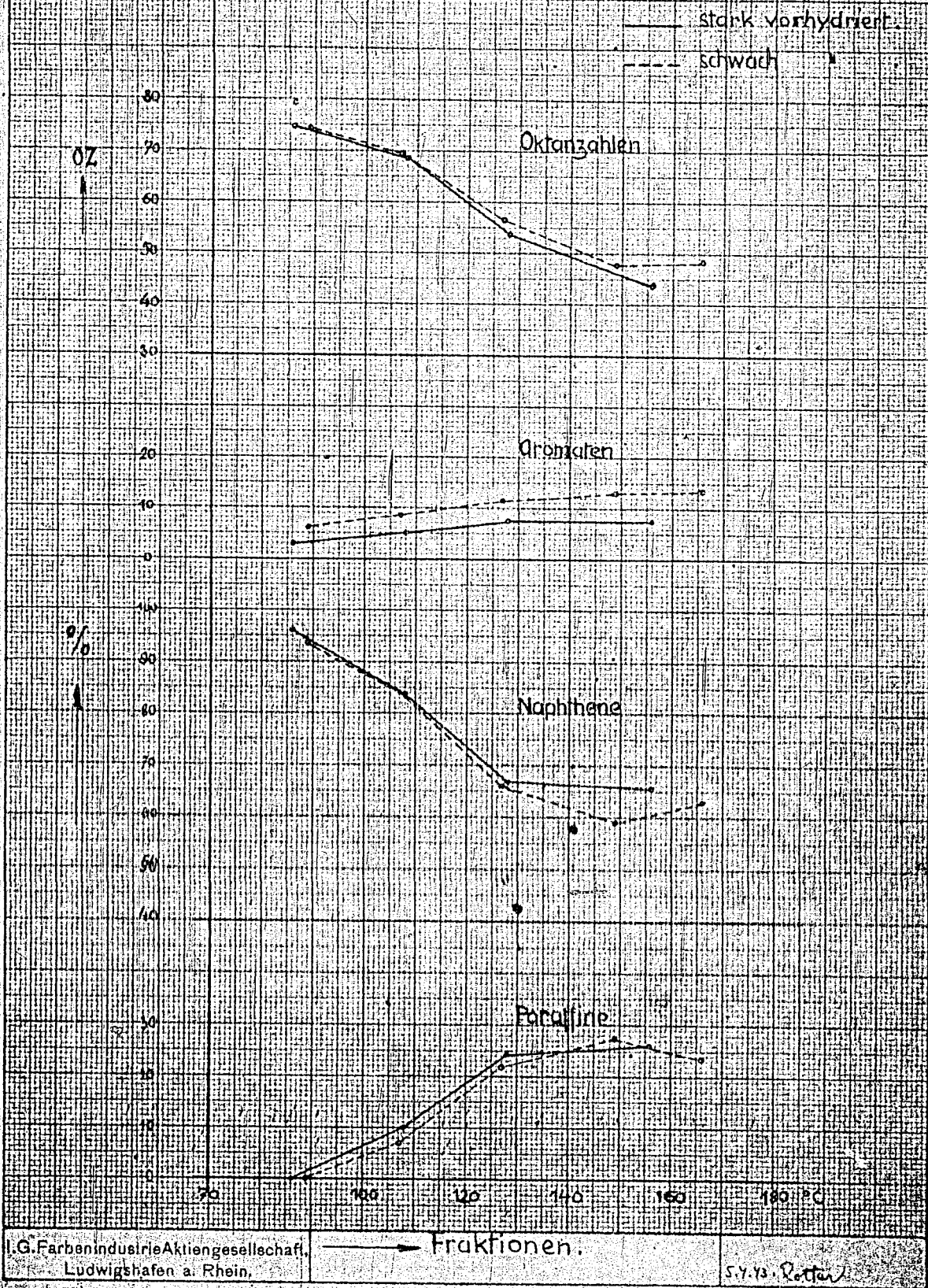
Blatt-Formel A 47 (210 x 297 mm)

Vorhydrierbenzine.

Schaubild 3

187

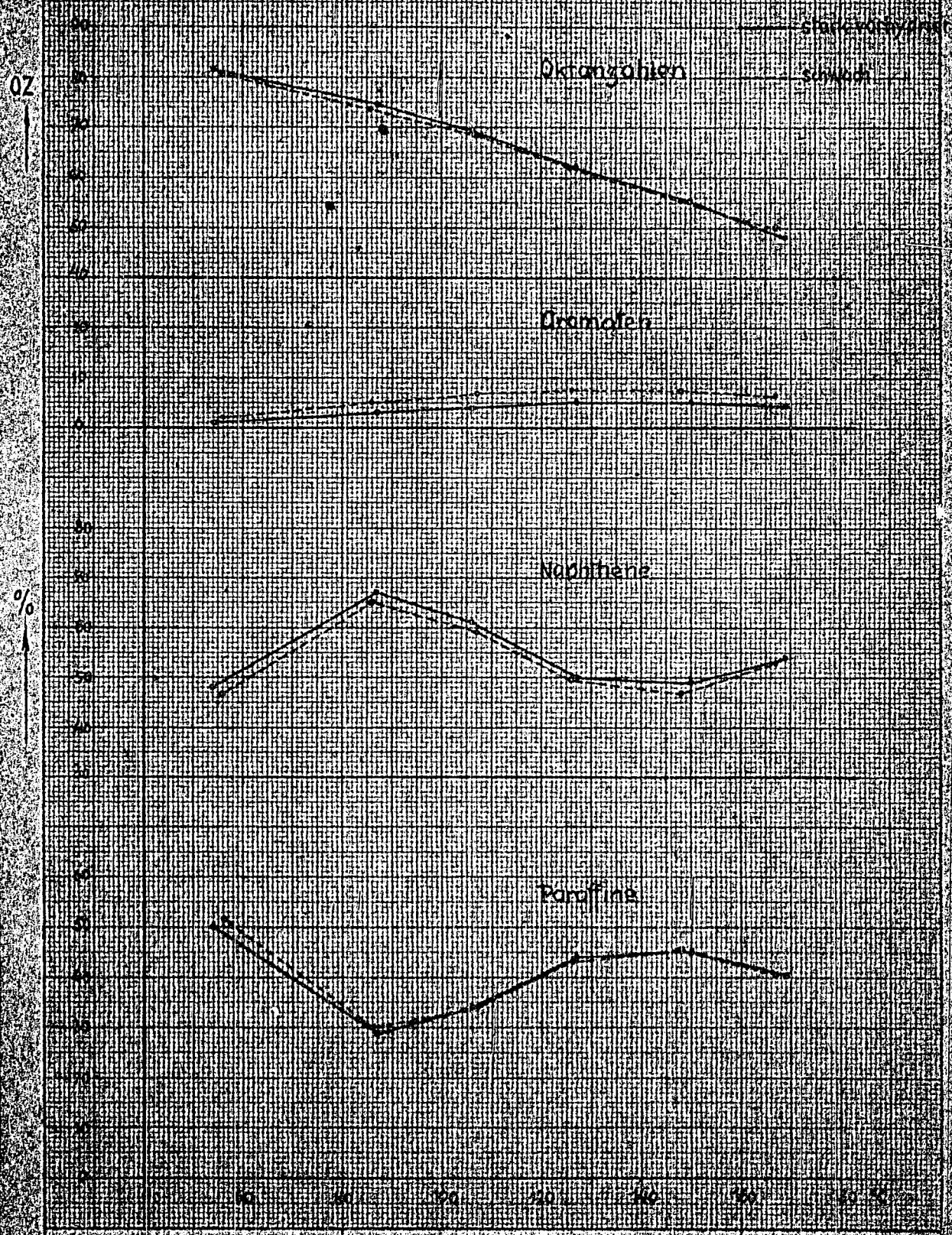
(Oktanzahlen und Zusammensetzung der Fraktionen)



6434 Bergines

Standard
178

(Anzahl und Zusammensetzung der Fraktionen)



G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft,
Ludwigshafen a. Rhein.

Fraktionen

178

TITLE PAGE

41. Über den Einfluss der Temperatur auf die
Ergebnisse der Vorhydrierung mit konzentrierten
und verdünnten Kontakten.
The influence of temperature on the results
of the prehydrogenation with concentrated
and diluted catalysts.

Frame Nos. 189 - 190

Hochdruckversuche
Lu 558

2c
189 →
24. Mai 1943

Gth/Ki
Kühn

(41)
Über den Einfluß der Temperatur auf die Ergebnisse
der Vorhydrierung mit konzentrierten und verdünnten
Kontakten.

Im Juli 1941 wurden systematische Versuche mit dem
Tonerde-Molybdän-Nickel-Kontakt 7846 ausgeführt, deren Ergeb-
nisse im Bericht 191051 Gth 9.8.41 zusammengefaßt sind.
(Vgl. anhängender Auszug). Zur Zeit ist ein Versuch mit 5058
im Gange. Es wurden bereits die Perioden bei 20,5 MV (400°C)
und 21,5 MV (417°C) abgeschlossen, also ein Gebiet, in dem
ein wesentlicher Anstieg der Spaltung (25 auf 50 %) liegt.
Ein Versuch mit dem Tonerde-Wolfram-Nickel-Kontakt 7846 W 250 =
8376 ist geplant.

gez. Linther

27.10.43

Anzug auf dem Bericht 191051 Gth 9.8.1941.

Über die Temperaturabhängigkeit der Hydrierreaktion von
Scholvener Steinkohleverflüssigungsmittel 81 über Kontakt
7846.

- 1.) Bei der Vorhydrierung von Steinkohle mit Kontakt 7846, (Mo) die gewöhnlich bei 22,5 MV = 434°C durchgeführt wird, wurde die Temperatur zwischen 7,5 MV = 175°C und 27,5 MV = 518°C variiert und die Ergebnisse kurvenmäßig dargestellt.
- 2.) Bei 300°C = ca 15 MV beginnt der Kontakt Hydrierwirkung zu zeigen sowie Phenole und N-Verbindungen zu reduzieren.
- 3.) Bei 23 MV = 442°C liegt das Maximum der Hydrierwirkung. Die Phenolreduktion ist schon oberhalb 19,5 MV = 382°C sehr gut, die N-Raffination erst oberhalb 21,5 MV = 417°C.
- 4.) Unterhalb 22,5 MV = 434°C findet praktisch keine Spaltung von C-C-Bindungen statt; die Vergasung ist entsprechend klein. Oberhalb 434°C steigen Spaltung und Vergasung rasch an. Die Benzinsbildung unterhalb 434°C beruht im wesentlichen auf Phenolreduktion.
- 5.) Unterhalb 434°C arbeitet der Kontakt in Bezug auf Temperaturänderungen völlig reversibel. Bei Temperaturen um 500°C (Aromatisierungs-Gebiet) wird der Kontakt geschädigt. Er kann aber durch Abbrennen mit Luft und erneute Schwefelung völlig regeneriert werden, sodaß er für Vorhydrierung wieder ebenso brauchbar ist wie Frischkontakt.

TITLE PAGE

42. Dehydrierung und Raffination von
Polymorbenzin.
Dehydrogenation and refining of
polymer gasoline.

Frame Nos. 191 - 193

Dehydrierung und Raffination von Polymerbenzin.

42
Zusammenfassung.

Bei der Raffination einer Fraktion von 100-200° aus Butylenpolymerbenzin mit DHD-Kontakt unter 25 atm Druck bei 18 MV (357° C) wird mit sehr niedrigem Verlust (1-2 % Vergasung) ein völlig gesättigtes Benzin (Jodzahl 1,5) mit guten Oktanzahlen 79/94,5 nach Motor-Methode bzw. mit 0,12 Pb erhalten.

Bei der Dehydrierung unter Drucken von 2 bis 10 atm muß zur Erzielung eines Benzins mit 50 Gew. % Aromaten eine Vergasung von etwa 45 % in Kauf genommen werden, wobei das Restbenzin trotz tiefliegender Siedekurve mit O.Z. 76 schlechter als das bei der Raffination erhaltene Benzin ist.

Auch eine milde Dehydrierung auf etwa 20 % Aromaten bringt gegenüber der Raffination eher eine Erniedrigung der Oktanzahlen, wobei die Vergasung mit etwa 35 % immer noch außerordentlich hoch ist.

Wir erhielten von Dr. Schütze, Oppau, ein Butylenpolymerbenzin um die Dehydrierbarkeit dieses Produktes zu prüfen, da Unterlagen hierüber in Berlin verlangt wurden. Das Produkt hatte einen Siedebereich von 110-200° mit 20 % über 180° und Jodzahl 200.

Mit dem Benzin wurden einerseits Dehydrierversuche, andererseits Raffinationsversuche mit DHD-Kontaktendurchgeführt, und zwar 1.) Dehydrierversuche unter schärferen Bedingungen (27 MV) und mit Rücksicht auf den paraffinischen Charakter des Benzins bei niedrigen Drucken (10,5 und 2 atm, entsprechend 11,6 und 3 atm H₂-Partialdruck am Ofeneingang und 8,5, 3,7 und 2,2 atm H₂-Partialdruck am Ofenausgang), bei denen 35 bzw. 40 bzw. 50 Gewichts-% Aromaten im Abstreifer erhalten wurden, 2.) ein Dehydrierversuch unter milderer Bedingungen (bei 26 MV und 10 atm), bei dem 20 % Aromaten erreicht wurden, 3.) ein Raffinationsversuch bei 18 MV und 25 atm. Die Versuche wurden in 1 Ltr.-Öfen mit 8-stündigen Versuchszyklen durchgeführt, die Ergebnisse sind der angehängten Tabelle zu entnehmen, die auch eine Untersuchung des Ausgangsbenzins und der zugehörigen Polymerbenzinfractionen bis 100° und über 170° enthält.

Zu den Versuchen wurden DHD-Kontakte auf v. Finersche Tonerde verwandt, und zwar zu den Versuchen bei 27 MV (Ofen 303) K 8952 auf peptisierte Tonerde, der bei einer vorhergehenden Prüfung folgende Notizen erhalten hatte: Aktivität 85, Ausbeute 65, Spaltung 95, zu den übrigen Versuchen (Ofen 304) K 7935 auf Tonerde K 8500 Versuch 896-911 (Aktivität 80, Ausbeute 110, Spaltung 100).

Bei 27 MV ist die Vergasung außerordentlich hoch (40 % und darüber), dabei wird durch Senkung des Druckes und Verringerung des Durchsatzes eine Erhöhung des Aromatengehaltes erreicht, wobei aber bei Drucken unter 10 atm keine ausreichende Erniedrigung der Jodzahl erzielt wird. Bei 26 MV, wobei nur 20 Gew.-% Aromaten im Abstreifer erhalten wurden, war die Vergasung fast noch ebenso hoch wie bei 27 MV (etwa 35%). Gegenüber der Raffination, die mit sehr geringem Verlust zu einem völlig gesättigten Benzin mit 0.Z. Motor-Methode /M.M.+0,12 % Pb 79/94,5 führte, bringt die Dehydrierung eine Verschlechterung der 0.Z. bzw. der Restbenzin-0.Z. trotz Verschiebung der Siedekurve zu leichteren Anteilen, sodaß zur Verbesserung des Polymerbenzins praktisch nur eine Raffination in Frage kommen dürfte.

Die Zusammensetzung der Vergasung war mit Werten des mittleren C zwischen 2,1 und 2,5 anscheinend nur wenig temperatur- und druckabhängig; bei 27 MV und dem niedrigsten Druck enthielt die Vergasung 5-10 % Ungesättigte.

gez. Reitz

Gemeinsam mit:

Dr. Donath,
Dr. Nonnenmacher,
Dr. Rotter,

Untersuchungen:

Dr. Fürst,
Dr. Günther,
D'Ch. Lajus,
Dr. Meier.

Tabelle 1

Produktuntersuchung

K 8952 pept.

| Produkt | Polymerbenzin v. Dr. Schütze Oppau | | | DHD-Abstreifer aus Fraktion v. 100-170 | | |
|---|---------------------------------------|---------------------|------------------|---|----------------------|----------------------|
| | Fraktion -100° | Fraktion 100-170 | Fraktion >170 | Ofen 304 10.12.42 | Ofen 304 11.12.42 | Ofen 304 12.12.42 |
| Temperatur MV | | | | 27 | 27 | 27 |
| H ₂ -Druck atm (Ofeneingang) | / | / | / | 10 | 5 | 2 |
| Durchsatz kg/Std. | / | / | / | 0,5 ¹⁾ | 0,5 ¹⁾ | 0,2 ¹⁾ |
| obm Gas/kg Öl | / | / | / | 1 | 1 | 1 |
| Zykluslänge Stdn. | / | / | / | 8 | 8 | 15 |
| % Ausbeute an flüssigem Prod. (O ₂ -frei) | / | / | / | 61,5 | ~ 55 | ~ 55 |
| Gas Mittleres O ₂ /Unges. | | | | 2,3/0 | 2,1/? | 2,4/5-10 |
| Produkt (unstabiliert) | | | | | | |
| spez. Gewicht/20° | 0,684 | 0,745 | 0,822 | 0,721 | 0,731 | 0,733 |
| A.P. I | +38 | +46 | +57 | +36,5 ²⁾ | +34,0 ³⁾ | +5,1 |
| II | +84 | +85 | +83 | +69,5 | +72,5 | +67,2 |
| ASTM Beginn | 25 | 112 | 181 | 20 | 22 | 40 |
| % - 50 | 12,5 | - | - | 17,5 | 10,5 | 1,5 |
| 70 | 23,5 | - | - | 29 | 22 | 8,5 |
| 90 | 32 | - | - | 39 | 32 | 19 |
| 100 | 59,5 | - | - | 43,5 | 37,5 | 25 |
| 110 | 81,5 | - | - | 49,5 | 44,5 | 32,5 |
| 120 | 90,5 | 11 | - | 54,5 | 52,5 | 42 |
| 150 | - | 70,5 | - | 76 | 74 | 71,5 |
| 170 | - | 80 | - | 83,5 | 80,5 | 80,5 |
| 200 | - | 97 | 7 | 88 | 87 | 86,5 |
| 225 | - | - | 52 | 89,5 | 89,5 | 93 |
| 250 | - | - | 79,5 | - | - | ? |
| Ende | 120 | 205 | 275 | 232 | 248 | 276 |
| Rückst./Verlust | 1,5/8,0 | 1,5/- | 3,5/- | 1,5/8,0 | 1,5/7,0 | 1,0/2,0 |
| Jodzahl (Hanus 38) | 210 | 205 | 186 | 7 | 87 | - |
| Zusammensetzung: | | | | | | |
| Gew.% Paraffine | | | | 59,5 | 50 | |
| Naphthene | | | | 1,0 | 0 | |
| Aromaten | | | | 35,5 | 40(?) | |
| Ungesättigte | 15,5 | 17,5 | 14,5 | 4,0 | 10 | |
| O.Z. Motor-Meth./M+M+0,12 Pb | | | | | | |
| Res.Meth. | | | | | | |

- 1) Ungenau, da Ofenausgang zu tief lag.
 2) A.P. -100° + 54,5 / > 100° + 12,5°.
 3) A.P. -100° + 49° / > 100° + 21,5°.
 4) 0,7 % Verlust, 17,3 % > 170°.

Tabelle 1

Produktuntersuchungen.

K 8952 pept.

K 8500 896-911

| DHD-Abstreifer aus Fraktion v. 100-170 | | | | | | Ofen 303 | Ofen 303 | | |
|--|---------------------|-------------------|--------------------------------|------------------------|----------------------|--------------------------------|--------------------------------|---------|----------|
| Ofen 304 | Ofen 304 | Ofen 304 | | | | 11.2.43 | 12.2.43 | | |
| 10.12.42 | 11.12.42 | 12.12.42 | | | | | | | |
| 27 | 27 | 27 | | | | 26 | 18 | | |
| 10 | 5 | 2 | | | | 10 | 25 | | |
| 0,5 ¹⁾ | 0,5 ¹⁾ | 0,2 ¹⁾ | | | | 0,5 | 0,5 | | |
| 1 | 1 | 1 | | | | 1 | 1 | | |
| 8 | 8 | 15 | | | | 8 | 8 | | |
| 51,5 | ~ 55 | ~ 55 | | | | 63,5 | 98-99 | | |
| 2,3/0 | * 2,1/5 | 2,4/5-10 | | | | 2,5/0 | 1,8/0 | | |
| | | | dto. redest. -170 ⁰ | dto. Rest-benzin (43%) | dto. Extrakt (54,5%) | red. -165 ⁰ (83,2%) | red. -165 ⁰ (75,5%) | | |
| 0,721 | 0,731 | 0,783 | 0,763 | 0,700 | 0,849 | 0,704 | 0,695 | 0,726 | 0,714 |
| 6,5 ²⁾ | +34,0 ³⁾ | +5,1 | +12,3 | +67,3 | +47,4 | +54,5 | +60,5 | +71,5 | +71,5 |
| 1,5 | +72,5 | +67,2 | +69,3 | +70,0 | | +71,5 | +71,5 | +75,5 | +75,5 |
| | | 40 | 35 | 47 | | 35 | 32 | 98 | 97 |
| | | 1,5 | 2,5 | 1 | | 7 | 7 | - | - |
| | | 8,2 | 9 | 9,5 | | 16,5 | 16 | - | - |
| | | 19 | 22 | 28,5 | | 26 | 28,5 | - | - |
| | | 25 | 30 | 41 | | 31,5 | 35 | 1 | 2,5 |
| | | 32,5 | 39 | 57 | | 39 | 45 | 4,5 | 9 |
| 54,5 | 52,5 | 42 | 53 | 78 | | 51,5 | 67 | 18 | 63 |
| 76 | 74 | 71,5 | 87 | 93 | | 80,0 | 91 | 71,5 | 86-130 |
| 83,5 | 80,5 | 80,5 | 9 | - | | 84,5 | - | 78,5 | 91-140 |
| 88 | 87 | 88,5 | - | - | | 90,5 | - | 93 | 93,5-150 |
| 89,5 | 89,5 | 93 | - | - | | 94,5 | - | - | 95-160 |
| | | 2 | - | - | | | - | - | - |
| 2 | 248 | 276 | 172 | 168 | | 225 | 165 | 207 | 165 |
| 7/8,0 | 1,5/7,0 | 1,0/2,0 | 1,0/1,0 (~15) | 1,5/1,5 | | 3,0/2,5 | 3,0/2,5 | 2,5/2,0 | 2,5/1,0 |
| 7 | 87 | | | | 37 | 13,1 | - | 1,5 | - |
| 59,5 | 50 | | 44 | 97 | | | 86 | 95 | 94 |
| 1,0 | 0 | | 1 | 0 | | | 0 | 0 | 0 |
| 35,5 | 80(?) | | ~ 50 | 3 | | 20 | 13 | 5,0 | 5 |
| 4,0 | 10 | | ~ 5 | 0 | | | (1) | - | 1 |
| | | | | 76,2/- | | | 75,8/93,0 | - | 79,2/94 |
| | | | | | | | 79,5 | | 75,5 |

TITLE PAGE

43. Einfluss zugesetzter organischer Stickstoff-
verbindungen auf die Ergebnisse der Benzinierung
von Erdöl-Gasöl über Kontakt 6434.II.
Influence of the addition of organic nitrogen
compounds on the results of the benzination
of crude oil-gas oil over catalyst 6434.II.

Frame Nos. 194 - 196

W. W. W. W.

Einfluß zugesetzter organischer Stickstoffverbindungen
auf die Ergebnisse der Benzinierung von Erdöl-Gasöl über
Kontakt 6434. II.

43

(I vgl. 21099 I, Gth. 12.2.1943)

Die in I mitgeteilten Versuchsergebnisse bezogen sich auf Zusatz von Dibutylamin, Anilin, N-Dimethylanilin, Methylnaphtylamin, Pyrrol, Pyridin und Chinolin. Weitere Versuche wurden nun noch mit Hexahydroanilin und Piperidin durchgeführt. Während bei den unter I untersuchten Verbindungen kein ins Auge fallender Einfluß der Art der Stickstoffbindung (bzw. -Verbindung) auf die spalthemmende Wirkung festgestellt werden konnte, zeigte sich, daß der Stickstoff besonders in Piperidin, aber auch in Hexahydroanilin bedeutend weniger spalthehemmend zu sein scheint, als der der vorher untersuchten aliphatischen, aromatischen und ungesättigt heterocyclischen N-Verbindungen. Die Tatsache, daß vorhydrierte Braun- und Steinkohlenschwefelöle mit höheren Basenzahlen noch ebenso gut benzinierbar sind wie Steinkohlenschwefelöle läßt sich so deuten, daß bei den Schwefelhydrierprodukten andere (im wesentlichen hydrierte) Stickstoffverbindungen vorliegen, als in den anderen genannten Hydrierprodukten.

Wenn damit auch bewiesen ist, daß die Basenzahl (bzw. der Stickstoffgehalt) kein voraussetzungslos gültiges Kriterium für die Benzinierbarkeit eines Öles sein kann, so ist damit jedoch der Wert der Basenzahlbestimmung zur Beurteilung der Wirksamkeit einer Vorhydrierung keinesfalls geschmälert, und es muß weiterhin empfohlen werden, mit dieser Bestimmung die Vorhydrierung zu kontrollieren.

Die folgende Aufstellung bietet einen Überblick über die spalthemmende Wirkung aller untersuchten Stickstoffverbindungen:

| Zugesetzte N-Verbindung | Benzinkonzentration bei Zusatz von 0,001075 Mol Stickstoffverbindung = 0,015 g N/kg Öl in Prozenten der Benzinkonzentration ohne Zusatz von N-Verbindungen. |
|-------------------------|---|
| Dibutylamin | 35/64,5 = 54 |
| Hexahydroanilin | 45/57,5 = 78 |
| Anilin | 20/58 = 35 |
| N-Dimethylanilin | 24/59 = 41 |
| Methylnaphtylamin | 20/62 = 32 |
| Piperidin | 53/59 = 90 |
| Pyrrol | 36/59,5 = 60 |
| Pyridin | 28/66,5 = 42 |
| Chinolin | 24/64,5 = 37 |

| | | | | | | | | | | | | |
|---------------------------------|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|----|---|
| P 1203+0,108% Hexahydrobarillin | 61 | 60 | 65 | 61 | 42 | 46 | 34 | 45 | 43 | 54 | 53 | - |
| P 1203+0,092% Piperidin | 59 | 62 | 57 | 58 | 54 | 52 | 53 | - | 48 | 52 | 59 | - |

| | | | | | | | | | |
|--------------------------|----|----|----|----|----|----|----|----|-----|
| 0,108% Hexahydrobarillin | 59 | 62 | 62 | 45 | 53 | 73 | 85 | 79 | 86 |
| 0,092 % Piperidin | 60 | 59 | 59 | 53 | 59 | 90 | 90 | 90 | 100 |

Zum Anfügen an Tabellen I und II / Bericht 21099 1

TITLE PAGE

44. Bedarf an Sparmetallen in der Gasphase bei den zur Zeit wichtigsten Benzinherstellungsverfahren.
Requirements in rare metals in the gaseous phase with these production methods for gasoline which are most important at the present time.

Frame Nos. 197 - 204

Hochdruckversuche
Lu 558

197
10. März 1943 Gth/K1

44
Bedarf an Sparmetallen in der Gasphase bei den zur Zeit
wichtigsten Benzinherstellungsverfahren.¹⁾

Im Zusammenhang mit dem Einsatz neuer Kontakte und Verfahren in der Gasphase steht des öfteren die Frage der Sparmetallinvestition zur Diskussion. Es wurden deshalb für alle zur Zeit in Anwendung befindlichen Fahrweisen der Bedarf an Sparmetallen berechnet und die Ergebnisse tabellarisch zusammengefaßt.

Auf der Tabelle I befinden sich Schüttgewicht und gewichtsmäßige Zusammensetzung sowie die daraus berechnete Raumkonzentration an Al_2O_3 , W, Mo und Ni für

- a) Vorhydrierkontakte 5058; 7846 Mo; 7846 W und (33% 5058 + 67% 7846 W)
- b) Benzinierungskontakt 6434
- c) 600 at-Einstufen-Kontakte 7421 und 7501
- d) DHD-Kontakte 7360 und 7935

Auf Tabelle II sind für die Fahrweisen

- a) 5058/6434; b) 7846 Mo/6434; c) 7846 W/6434 d) (5058+7846 W)/6434 auf 155°-Benzin
- e) 7846 W/6434/7935 und f) 7501 (600 at)/7935 auf 165°-Hochleistungsbenzin

der erforderliche Hochdruckraum für die Herstellung von 100.000 jato Benzin aus Steinkohlenverflüssigungsbenzin + - Mittelöl (Scholven) angeführt sowie der entsprechende Bedarf an Tonerde und Sparmetallen. Der erforderliche Hochdruckraum wurde auf Grund der anliegenden Fließ-Schemata I bis IV berechnet.

Zur Aufstellung derselben wurden folgende Voraussetzungen gemacht:

- 1) Die Apparaturen sind während 8000 Stunden eines Jahres in Betrieb. Hierbei ist beim DHD-Verfahren eine 10%-ige Regenerationsdauer inbegriffen und der Durchsatz entsprechend niedriger angesetzt.
- 2) Für die einzelnen Kontakte wurden folgende Durchsätze angenommen:

1) Die für die Herstellung der Apparaturen (legierte Stähle usw.) benötigten Sparmetallmengen sind hierbei nicht berücksichtigt.

5058, Durchsatz 1,0

7846 Mo bzw. 7846 W bzw. (33% 5058 + 67% 7846 W),
Durchsatz 0,8

6434, Durchsatz 1,0

7421 bzw. 7501, Durchsatz 1,1 (600 at)

7360 bzw. 7935, Durchsatz 0,36 (einschl. 10% Regenerationsdauer)

3) Die Gewichtsmenge des in der Vorhydrierung aus dem Öl entfernten Sauerstoffs, Stickstoffs und Schwefels wird gleich der Wasserstoffaufnahme des Öls in der Vorhydrierung gesetzt.

4) Die jeweils angenommenen Benzinkonzentrationen, Benzingleistungen und Vergasungen sind aus den Fließ-Schemata zu ersehen.

5) In der Vordestillation für das DHD-Verfahren fallen neben 15 Teilen Leichtbenzin (-90°C) 85 Teile DHD-Einsatzprodukt (90-165°C) an.

6) Vergasungs- und Koksverluste in der DHD-Stufe wurden in beiden Fällen zu 20% angenommen; hierbei wurde wahrscheinlich das Verfahren 7501 (600 at)/7935 zu ungünstig beurteilt.

Es zeigt sich, daß bei der Herstellung von Hochleistungsbenzin die Fahrweise 7501 (600 at)/7935 weit weniger Hochdruckraum und Sparmetall im Kontakt erfordert als die Fahrweise 7846 W/6434 (250 at)/7935. Bei der Fahrweise 7501 (600 at)/7935 beträgt die Molybdän-Investition in der 7501-Stufe übrigens nur 12% derjenigen in der 7935-Stufe. In der Ausbeute hat das Verfahren 7501 (600 at)/7935 keinen Vorteil gegenüber der Fahrweise 7846 W/6434 (250 at)/7935.

gez. Günther

Tabelle I

Zusammensetzung wichtiger Kontakte.

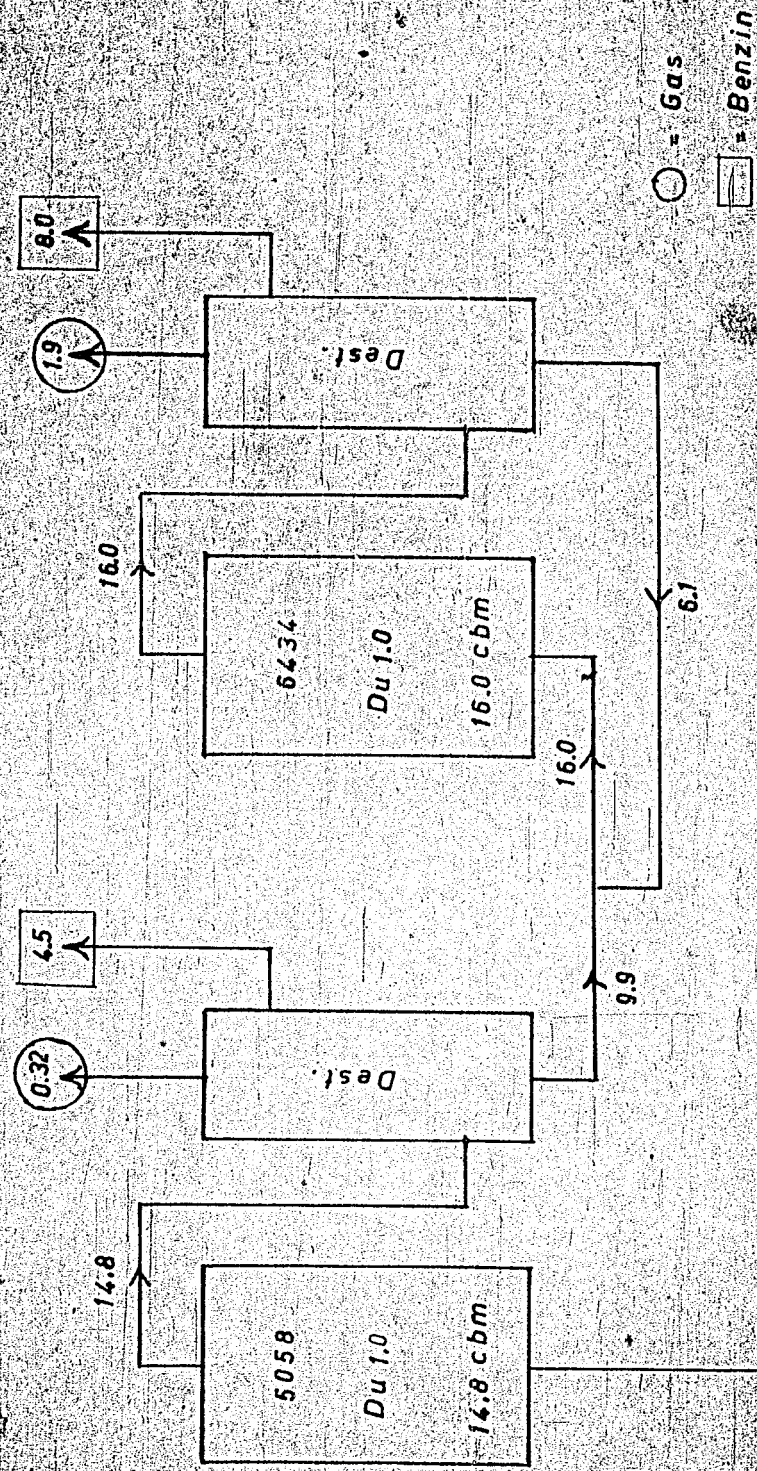
| Kontakt | Schütt- gewicht | Zusammensetzung | | | Gewichtsprozent | | | Raumkonzentration (kg/cbm) an | | | | |
|------------------------|--------------------|--------------------------------|---------|------|-----------------|-----|-----------|------------------------------------|------|------|------|---|
| | | Al ₂ O ₃ | Terrana | W | Mo | Ni | sonstiges | Al ₂ O ₃ | W | Mo | Ni | |
| 5058 | 2,450 | - | - | 60,5 | - | - | - | - | 1480 | - | - | - |
| 7846 Mo | 0,920 | 85,4 | - | - | 6,7 | 2,1 | - | 785 1) | - | 61,6 | 19,4 | - |
| 8376=7846 W 250 | 0,830 | 61,5 | - | 24,0 | - | 4,0 | - | 510 2) | 200 | - | 33,2 | - |
| 33% 5058+67% 7846 W | - | - | - | - | - | - | - | 342 | 620 | - | 22,2 | - |
| 6434 | 0,780 | - | 90,0 | 7,4 | - | - | - | - | 58 | - | - | - |
| 7421 | 0,900 | - | 82,7 | - | - | 0,8 | - | - | - | 7,2 | - | - |
| 7501 | 0,750 | - | 99,0 | - | - | 0,7 | 10,7 Zn | - | - | 5,3 | - | - |
| 7360 | 0,900 | 94,0 | - | - | 4,1 | - | - | 845 1) | - | 36,7 | - | - |
| 7935 | 0,580 | 90,5 | - | - | 6,3 | - | - | 525 2) | - | 36,7 | - | - |
| | | | | | | | | 1) Tonerde aus Oppau | | | | |
| | | | | | | | | 2) Tonerde v. Kat.- Fabr. Lu | | | | |

Tabelle II
 Kontaktbedarf bei Herstellung von L-Bi a. Steinkohlen Sumpf-Bi + Mittelöl nach
 verschiedenen Verfahren.

| Verfahren | Für 100.000 jato L-Benzin werden benötigt: | | | | | | | | | | |
|-------------------------------|--|-------------|----------------|---------------|-------------|-------------|-----------------------------|--------------------------------------|---------------------|----------|----------|
| | Fertig- benzin Siede- ende | cbm 5058 | cbm 7846 Mo | cbm 7846 W | cbm 6434 | cbm 7501 | cbm 7935 | kg Al ₂ O ₃ | kg W | kg Mo | kg Ni |
| 5058/6434 | 155 | 14,8 | - | - | 16,0 | - | - | - | 22850 ¹⁾ | - | - |
| 7846 Mo/6434 | 155 | - | 18,8 | - | 17,9 | - | 14750 | 1050 | 1150 | 365 | |
| 7846 W/6434 | 155 | - | - | 18,8 | 17,9 | - | 9600 | 4800 ²⁾ | - | 625 | |
| 33% 5058 + 67% 7846 W/6434 | 155 | 6,3 | - | 12,5 | 17,9 | - | 6400 | 12900 ³⁾ | - | 415 | |
| 7846 W/6434/7935 | 165 | - | - | 22,3 | 17,4 | - | 35,8 (30200 ⁴⁾) | 5500 ⁴⁾ | 1300 | 740 | |
| 7501/7935 | 165 | - | - | - | - | 29,8 | 36,4 (19120 | - | 1500 ⁵⁾ | - | |

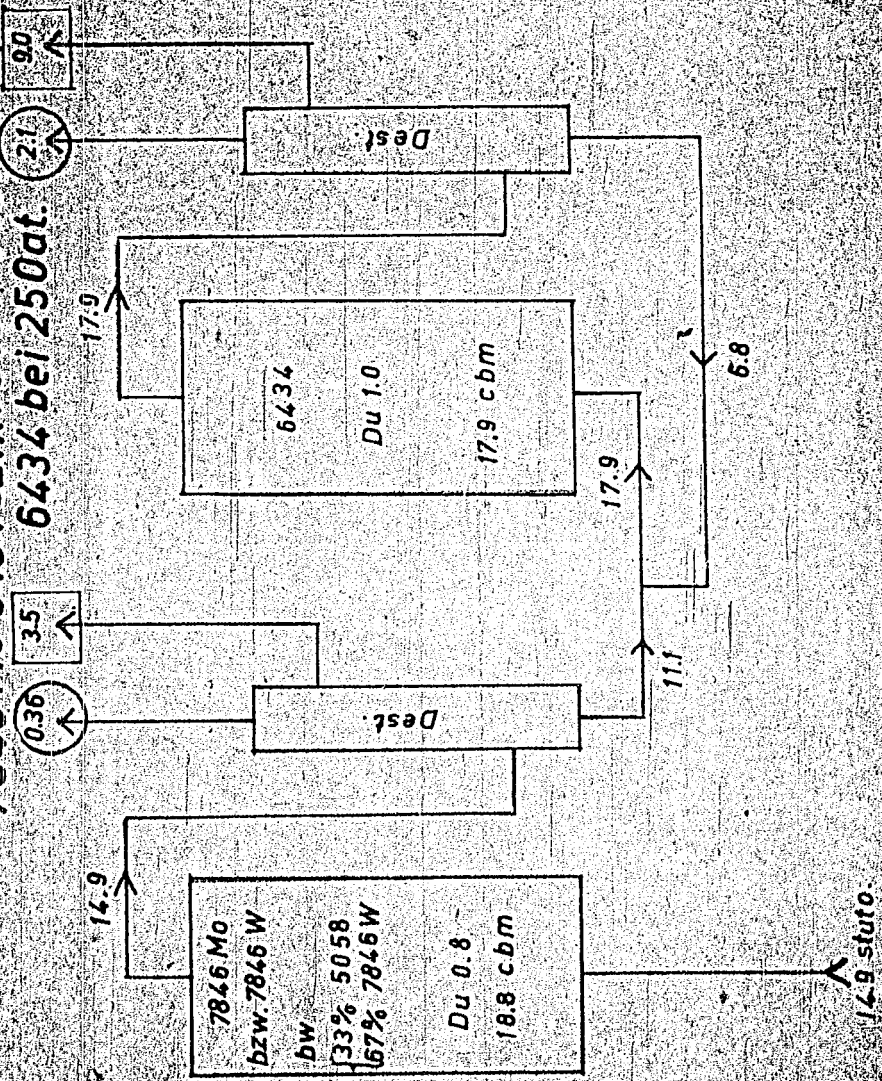
- 1) 21920 kg W im 5058; 930 kg W im 6434
- 2) 3750 kg W im 7846 W; 1050 kg W im 6434
- 3) 9350 kg W im 5058; 2500 kg W im 7846 W; 1050 kg W im 6434
- 4) 11380 kg Al₂O₃ im 7846 W; 18800 kg Al₂O₃ im 7935; 4500 kg W im 7846 W; 1000 kg W im 6434
- 5) 160 kg Mo im 7501; 1340 kg Mo im 7935; bei 7421 statt 7501, 215 statt 160 kg Mo.

Fließ-Schema I - Herstellung von 155°-Benzin aus Steinkohleverflüssigung (Bi-Möl) über Kontakte 5058/6434 bei 250at.



○ = Gas
 □ = Benzin

Fließ-Schema II - Herstellung von 155° Benzin aus Steinkohle
 verflüssigung (Bi-Möl) über Kontakte
 7846 Mo 6434 bzw. 7846 W 6434 bzw. (33% 5058-67% 7846 W)
 6434 bei 250at.



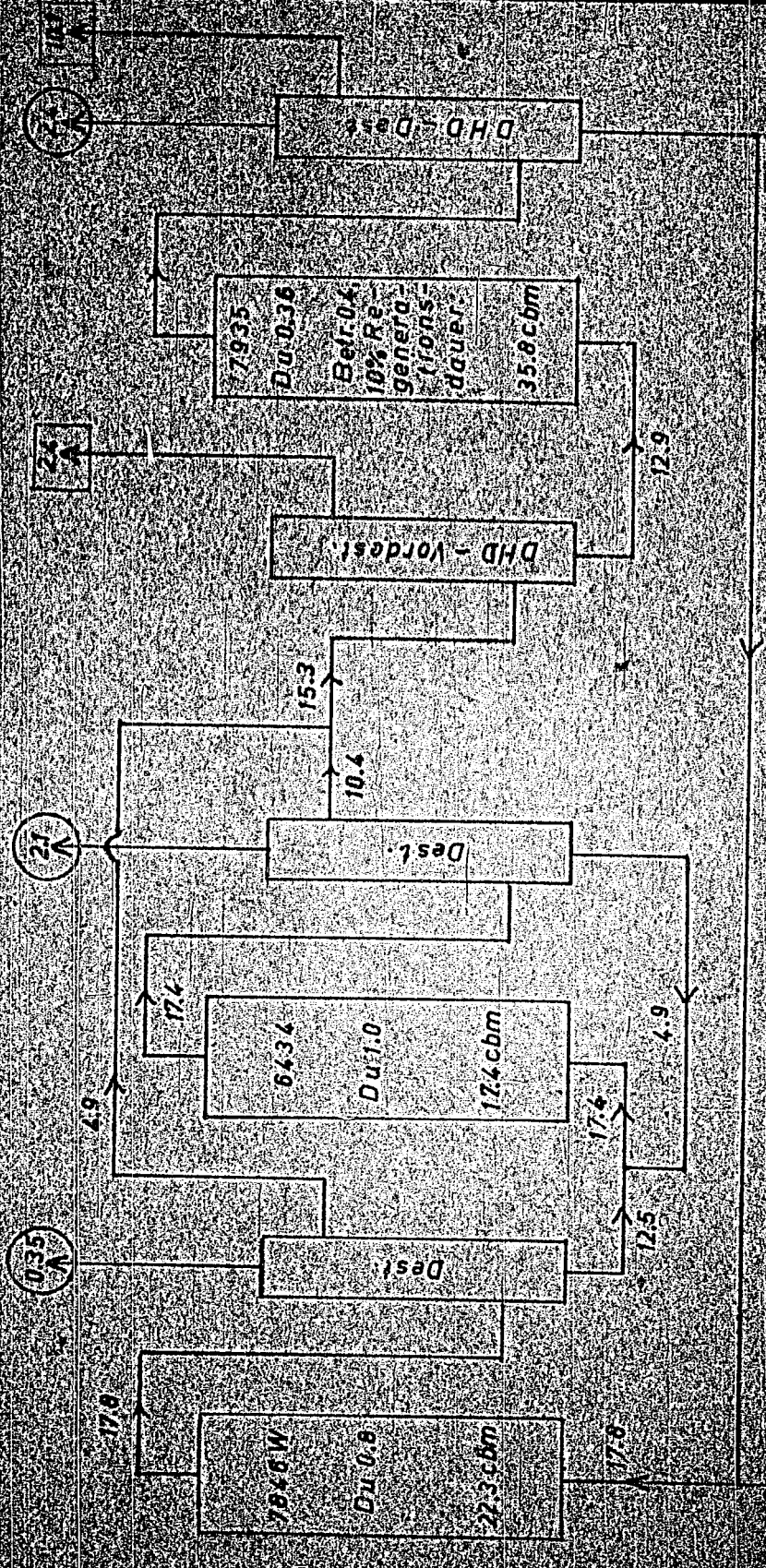
○ = Gas
 □ = Benzin

F. G. Farbwerke Aktiengesellschaft
 Ludwigshafen am Rhein
 W. G. 371943

Modell
 V

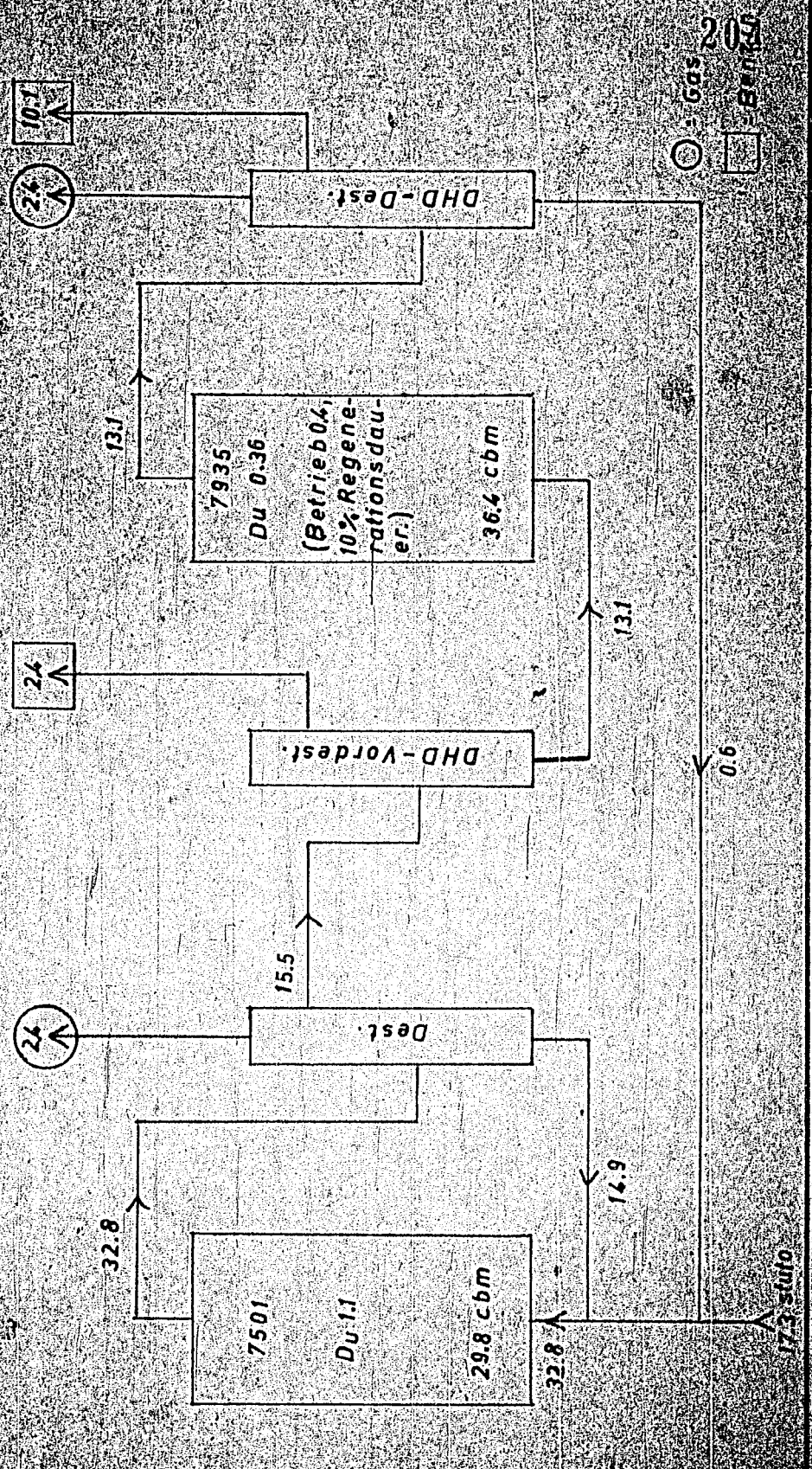
Umschaltvorrichtung nach DIN 51

Du 0.9 - Schema III - Herstellung von 1650-DHD-Braus-Stem-Kohleerfüllung
 über Kontakte 7846 W/6434/7935 (Stufen I, II bei 2600)



0.5
 1650

Fließ-Schema IV - Herstellung von 165° - DHD - Bi aus Steinkohle -
 verflüssigung (Bi-M'öl) über Kontakte 7501/600aa) 7935



TITLE PAGE

45. Einfluss des Rückführverhältnisses bei der 250 at
Aromatisierung von Steinkohlenflüssigungsmittelöl
über Tonerde-Terrana Kontakt 8688.
Influence of the re-cycle ration on the 250
at aromatisation of bituminous coal liquefaction
middle oil over alumina Terrana catalyst 8688.

Frame Nos. 205 - 213

Hochdruckversuche
 Nr. 558

205

10 März 1943 Tro/Eb

H. J. W. M. C.
J. J. J. J. J.
E. J. J. J.

Einfluss des Rückführverhältnisses bei der 250 at Aromatisierung von
 Steinkohleverflüssigungsmittelöl über Tonerde-Terrane Kontakt, 5688.

43

In 2 Versuchen wurde mit Kat. 5688 und Kat. 6753 (Typ 5688) der Einfluss des Rückführverhältnisses bei der Aromatisierung von Steinkohleverflüssigungsmittelöl untersucht und folgende Ergebnisse erhalten:

a) Kat. 5688 (siehe Abb. 1)

| RU | ohne | 4:1 | 3:1 | 2:1 | 1:1 | 1:2 | 1:3 | 1:4 | RU |
|-----------------------|------|------|------|------|------|------|------|------|------|
| A-Mittelöl | 100 | 80 | 75 | 66 | 50 | 33 | 25 | 20 | 0 |
| B-Mittelöl | 0 | 20 | 25 | 25 | 50 | 66 | 75 | 80 | 100 |
| 160°-Bi-Konzentration | 33 | 31 | 30 | 29 | 28 | 27 | 26 | 25 | 24 |
| 160°-Bi-Leistung | 0,31 | 0,29 | 0,28 | 0,26 | 0,26 | 0,24 | 0,27 | 0,30 | 0,31 |
| v/V+Bi | 35,5 | 28,2 | 25,3 | - | 25,9 | 23,1 | 27,4 | 25,0 | - |
| % - 100° im Bi | 42 | 40 | 40 | 42 | 40 | 38 | 34 | 30 | 24 |
| Gew.% Aromaten | 39 | 42,5 | 42,5 | 42,5 | 46 | 46,5 | 49 | 52,5 | 51 |
| Naphthene | 46 | 42,5 | 42,0 | 42,0 | 38,5 | 36,5 | 32 | 31 | 23 |
| O.Z. Motor | 77,4 | 77,7 | 78,3 | 78,2 | 78,3 | 78,3 | 78,8 | 78,7 | 78,5 |
| + 0,12 Pb | 91,5 | 89 | 89 | 88,5 | 88,3 | 89,8 | 89,3 | 92,3 | 91 |

b) Kat. 6753 (Typ 5688) (siehe Abb. 2)

| RU | ohne | 4:1 | 3:2 | 1:1 | 2:3 | 1:4 | RU |
|-----------------------|------|------|------|------|------|------|------|
| A-Mittelöl | 100 | 80 | 60 | 50 | 40 | 20 | 0 |
| B-Mittelöl | 0 | 20 | 40 | 50 | 60 | 80 | 100 |
| 160°-Bi-Konzentration | 40 | 34 | 35 | 31 | 34 | 36 | 40 |
| 160°-Bi-Leistung | 0,34 | 0,30 | 0,31 | 0,28 | 0,30 | 0,32 | 0,35 |
| v/V+Bi | 37 | 35 | 33 | 26 | 29,5 | 29,1 | 26,4 |
| % - 100° im Bi | 46 | 40 | 41 | 44 | 40 | 34 | 35 |
| Gew.% Aromaten | 42 | 44 | 48 | 46 | 51 | 52 | 53 |
| Naphthene | 44 | 42 | 38 | 40 | 35 | 32 | 32 |
| O.Z. Motor | 76,8 | 77 | 77,5 | 78 | 77 | 78,5 | 78,6 |
| + 0,12 Pb | 90,2 | 91 | 89 | 92 | 91 | 89,5 | 88,6 |

Aus den abgeschlossenen Versuchen ist zu erkennen, dass beim Fahren von reinem A-Mittelöl und reinem B-Mittelöl die Benzinkonzentration im Anfall und dadurch die Leistung wesentlich höher ist als einem Rückführverhältnis von 3:2, 3:1 und 2:1. Die Kurve (in Abb. 1) zeigt in diesem Gebiet ein ausgeprägtes Minimum. Dieser eigentümliche Verlauf der Kurve kann wie folgt gedeutet werden: Die Verminderung der Benzinkonzentration mit zunehmendem B-Mittelölrückführung hängt mit der abnehmenden Phenolkonzentration im Kraftstoff zusammen. In einem früheren Versuch wurde festgestellt, dass beim Fahren von phenolhaltigen Mittelölen die Phenole einen wesentlichen Anteil an der Benzinsbildung haben. Daher wird bei der Verarbeitung von reinem A-Mittelöl eine hohe Benzingleistung bei einer jedoch geringen Benzinzugabe erreicht. Durch Zugabe von B-Mittelöl zum Kraftstoffprodukt wird die Phenolkonzentration verringert und die Spaltung geht zurück. Außerdem wurde gefunden, dass bei der Verarbeitung von Phenolen die Kontaktaktivität verringert wird. Durch weitere Erhöhung des B-Mittelölgehaltes wird zwar der Anteil des Kraftstoffes an der Benzinsbildung kleiner, jedoch wird auch der Kontaktstufenanteil der Phenole geringer, die Benzinsleistung steigt wieder an.

Die Aromatenkonzentration im Benzin wächst mit steigendem B-Mittelölgehalt linear an, während die Naphthene geradlinig abnehmen. Der Paraffinanteil im Benzin zeigt keine grossen Schwankungen. Ausserdem wird mit steigendem B-Mittelölgehalt noch eine Abnahme der leicht siedenden Anteile im Benzin beobachtet, sodass die Oktanzahlen trotz starkem Aromatenanstieg im Benzin sich nur um 2 Einheiten erhöhen.

Bemerkenswert ist, dass mit steigendem B-Mittelölgehalt im Kraftstoffprodukt die Vergasung nahezu linear abnimmt.

Durch Rückführen von B-Mittelöl wird der Endpunkt des Aromatisierungs-B-Mittelöles herabgesetzt.

gez. Profimow

Gemeinsam mit:

Dr. Peters, Dr. Fürt, Dr. Günther, Dr. Kaiser, Dr. Neube, Dr. Dehn,

Dr. v. Müller

Tabelle 3

| Benzin-Produkt | | P 1271 v. 12.6.42 | | | | | | | | |
|---|--|-------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| Spez. Gewicht | | 0,978 | | | | | | | | |
| Anilinpunkt | | -25 | | | | | | | | |
| Endpunkt | | 212/331 | | | | | | | | |
| Reinheit | | 17,0 | | | | | | | | |
| Dichte | | 8628 | | | | | | | | |
| Druck | | 250 atü | | | | | | | | |
| Temperatur | | 26,5 MW | | | | | | | | |
| Barometer | | 1,0 | | | | | | | | |
| Wasser | | 2,0 | | | | | | | | |
| RU | | 100 | 80 | 75 | 66 | 50 | 33 | 25 | 20 | 0 |
| % A-Mittel | | 100 | 80 | 75 | 66 | 50 | 33 | 25 | 20 | 0 |
| % B-Mittel | | 0 | 20 | 25 | 35 | 50 | 66 | 75 | 80 | 100 |
| Spez. Gewicht | | 0,876 | 0,873 | 0,876 | 0,873 | 0,872 | 0,870 | 0,873 | 0,866 | 0,856 |
| Benzinkonzentration | | 33 | 31 | 30 | 29 | 28 | 27 | 29 | 33 | 34 |
| Leistung | | 0,31 | 0,29 | 0,28 | 0,26 | 0,26 | 0,24 | 0,27 | 0,30 | 0,31 |
| % Vergasung/B+V | | 38,5 | 28,2 | 25,5 | 33,1 | 25,9 | 23,1 | 27,4 | 25,8 | 30,6 |
| Gew.% C ₂ in C ₃ | | 2 | - | - | - | - | - | - | - | - |
| % i C ₄ in Gesamt-C ₄ | | 14 | - | - | - | - | - | - | - | - |
| Benzin spez. Gewicht | | 0,775 | 0,785 | 0,780 | 0,781 | 0,787 | 0,790 | 0,792 | 0,793 | 0,787 |
| Anilinpunkt/II | | 10/47 | 6/47 | 6/47 | 6/47 | 2/47 | 2/48 | 0/49 | 1/49 | 0/50 |
| Siedepunkt | | 45 | 75 | 42 | 38 | 40 | 42 | 43 | 55 | 42 |
| % - 70 | | 8 | 3 | 5 | 7 | 5 | 6 | 6 | 2 | 8 |
| % - 100 | | 42 | 40 | 40 | 42 | 40 | 38 | 34 | 30 | 44 |
| % - 150 | | 97 | 95 | 94 | 91 | 91 | 90 | 90 | 91 | 90 |
| % - 160 | | 98 | 97 | 97 | 95 | 96 | 95 | 94 | 95 | 95 |
| Endpunkt | | 160 | 160 | 164 | 170 | 165 | 167 | 168 | 167 | 172 |
| Zusammensetzung | | | | | | | | | | |
| Paraffine | | 14 | 12,5 | 13,5 | 13,5 | 13,5 | 15 | 16,5 | 15 | 17 |
| Naphthene | | 45 | 42,5 | 42 | 42 | 28,5 | 36,5 | 32 | 31 | 29 |
| Aromaten | | 39 | 42,5 | 42,5 | 42,5 | 46,0 | 46,5 | 49 | 52 | 51 |
| Ungesättigte | | 1 | 2,5 | 2,0 | 2,0 | 2,0 | 2,0 | 2,5 | 2,5 | 3 |
| O. Z. Mot. | | 77,4 | 77,7 | 78,3 | 78,2 | 78,3 | 78,3 | 78,8 | 78,0 | 78,5 |
| Mot. + O ₂ 12Fb | | 91,5 | 89 | 89 | 88,5 | 88,3 | 89,8 | 89,3 | 92,5 | 91 |
| Mittlere spez. Gewicht | | 0,920 | 0,925 | 0,918 | 0,912 | 0,911 | 0,905 | 0,904 | 0,900 | 0,890 |
| Anilinpunkt | | -17 | -21 | -21,5 | -11,5 | -15,5 | -14,5 | -14 | -15 | -12 |
| Endpunkt | | 315 | 323 | 310 | | 325 | 330 | 327 | 300 | 325 |
| Behr. stunden | | | | | | 22 | | | | |
| Orientiert | | | | | | 574b | | | | |

Tabelle 2 .

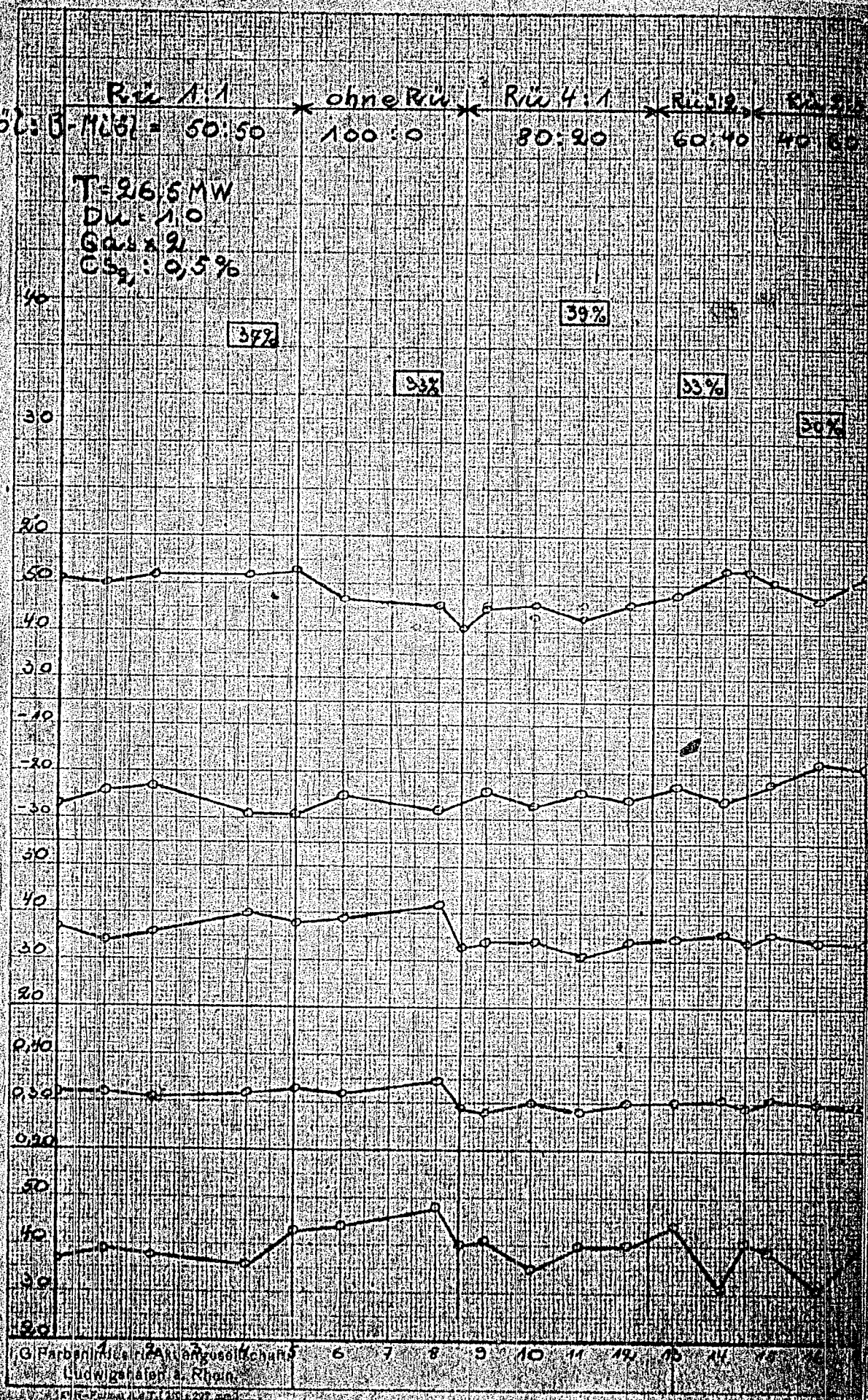
| Einspritz-Produkt | | P 1271 v. 9.8.42. | | | | | | |
|---|-------|-------------------|-------|-------|-------|-------|-------|--|
| Spez. Gewicht | | 0,982 | | | | | | |
| Anilinpunkt | | -26 | | | | | | |
| Siedegrenzen | | 238/329 | | | | | | |
| Phenolgehalt | | 17,0 | | | | | | |
| Kontakt | | 8753 (Typ 8688) | | | | | | |
| Druck | | 250 atp | | | | | | |
| Temperatur | | 26,5 MV | | | | | | |
| Durchsatz | | 1,0 | | | | | | |
| Gas : C1 | | 2,0 | | | | | | |
| Ru | ohne | 4:1 | 3:2 | 1:1 | 2:3 | 1:4 | neu | |
| % A-Mittelöl | 100 | 80 | 60 | 50 | 40 | 30 | 100 | |
| % B-Mittelöl | 0 | 20 | 40 | 50 | 60 | 70 | 0 | |
| Spez. Gewicht | 0,955 | 0,870 | 0,868 | 0,870 | 0,868 | 0,870 | 0,868 | |
| Benzinkonzentration | 40 | 34 | 25 | 31 | 34 | 36 | 40 | |
| Leistung | 0,34 | 0,32 | 0,31 | 0,31 | 0,30 | 0,32 | 0,34 | |
| % Vergasung/B+V | 37 | 35 | 33 | 29,0 | 29,5 | 29,1 | 26 | |
| Gew.% C ₁ im Gas | 15 | - | - | 19 | - | - | - | |
| % C ₁ im Gesamt-C ₁ | 118 | - | - | 30 | - | - | - | |
| Benzin spez. Gewicht | 0,732 | 0,798 | 0,790 | 0,788 | 0,792 | 0,797 | 0,792 | |
| Anilinpunkt/II | 6/48 | 4/48 | 2/48 | 2/47 | 4/49 | 1/48 | 1/ | |
| Siedebeginn | 55 | 43 | - | 51 | 47 | 45 | - | |
| % 70 | 4 | 5 | 3 | 4 | 4 | 3 | - | |
| % 100 | 46 | 40 | 43 | 44 | 40 | 34 | - | |
| % 150 | 95 | 92 | 91 | 92 | 93 | 92 | - | |
| % 160 | 93 | 95 | 95 | 95 | 95 | 95 | - | |
| Endpunkt | 160 | 162 | 162 | 165 | 163 | 165 | - | |
| Zusammensetzung | | | | | | | | |
| Paraffine | 13 | 13 | 13 | 13 | 13 | 13 | | |
| Naphthene | 44 | 42 | 38 | 40 | 35 | 32 | | |
| Aromaten | 42 | 44 | 48 | 46 | 51 | 52 | | |
| Ungekennzeichnet | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 | | |
| O. 2. Mot. | 76,8 | 77,0 | 77,3 | 78 | 78 | 78,5 | | |
| Mot. 0,12Pb | 90,2 | 91 | 99 | 92 | 91 | 92,5 | | |
| Mittelöl spez. Gewicht | 0,932 | 0,925 | 0,920 | 0,910 | 0,910 | 0,920 | | |
| Anilinpunkt | -26 | -24 | -26 | -17 | -15 | -29 | | |
| Endpunkt | 325 | 332 | 320 | 330 | 332 | 330 | | |
| Ofen/Datum | | | | | | | | |
| Betriebsstunden | | | | | | | | |
| Ofenblatt | | | | 10 | | | | |
| | | | | 4728 | | | | |

A-Miöl: B-Miöl = 50:50 Rii A:1 ohne Rii Rii 4:1 Rii 12 Rii 24

100:0 80:20 60:40 40:60

T = 26,5 MW
 DW = 10
 G₀₂ = 2
 G₅₂ = 0,5%

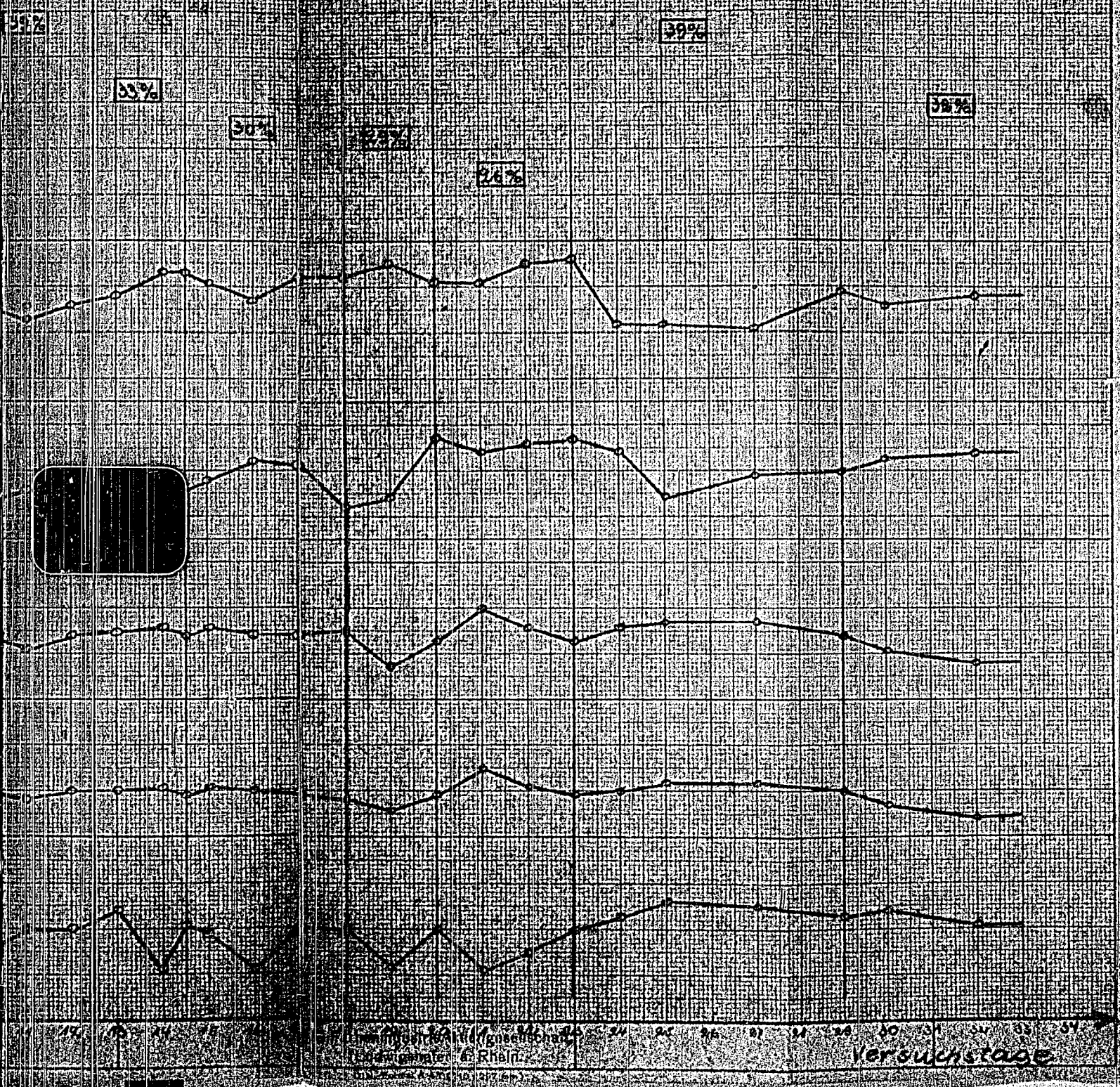
160°-Bi-Lsg. 160°-B-Konz. AP-B-Miöl Gem. & Ar. Din. VIV + Bl



G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
 Ludwigshafen a. Rhein

100% 100% 100% 100%
 100% 100% 100% 100%
 ohne Ba 50:50

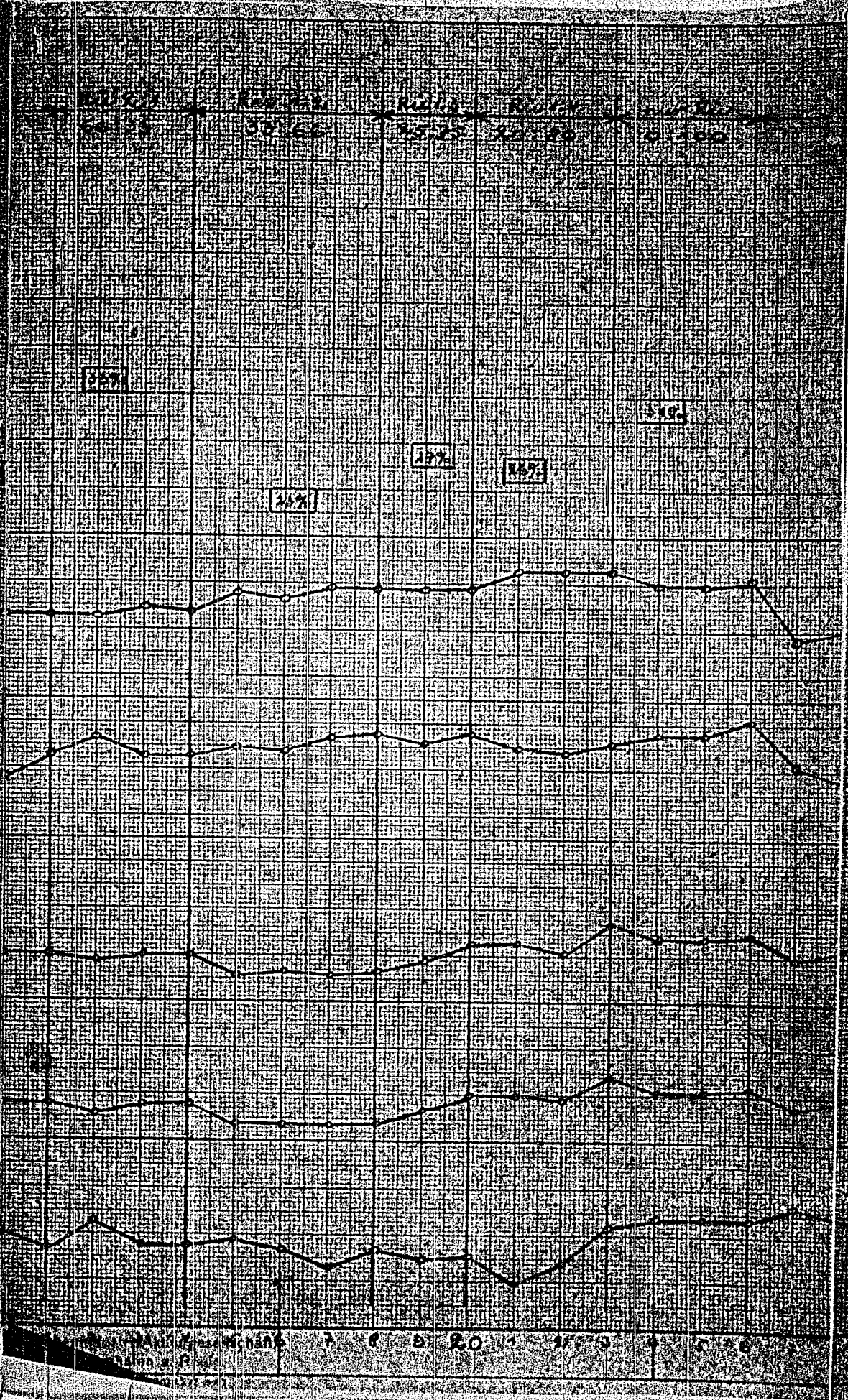
Abb. 1



100% 100% 100% 100%
 100% 100% 100% 100%
 ohne Ba 50:50
 Versuchstage

7

1



157
158
159
160

7

230

20.11.59
10.59

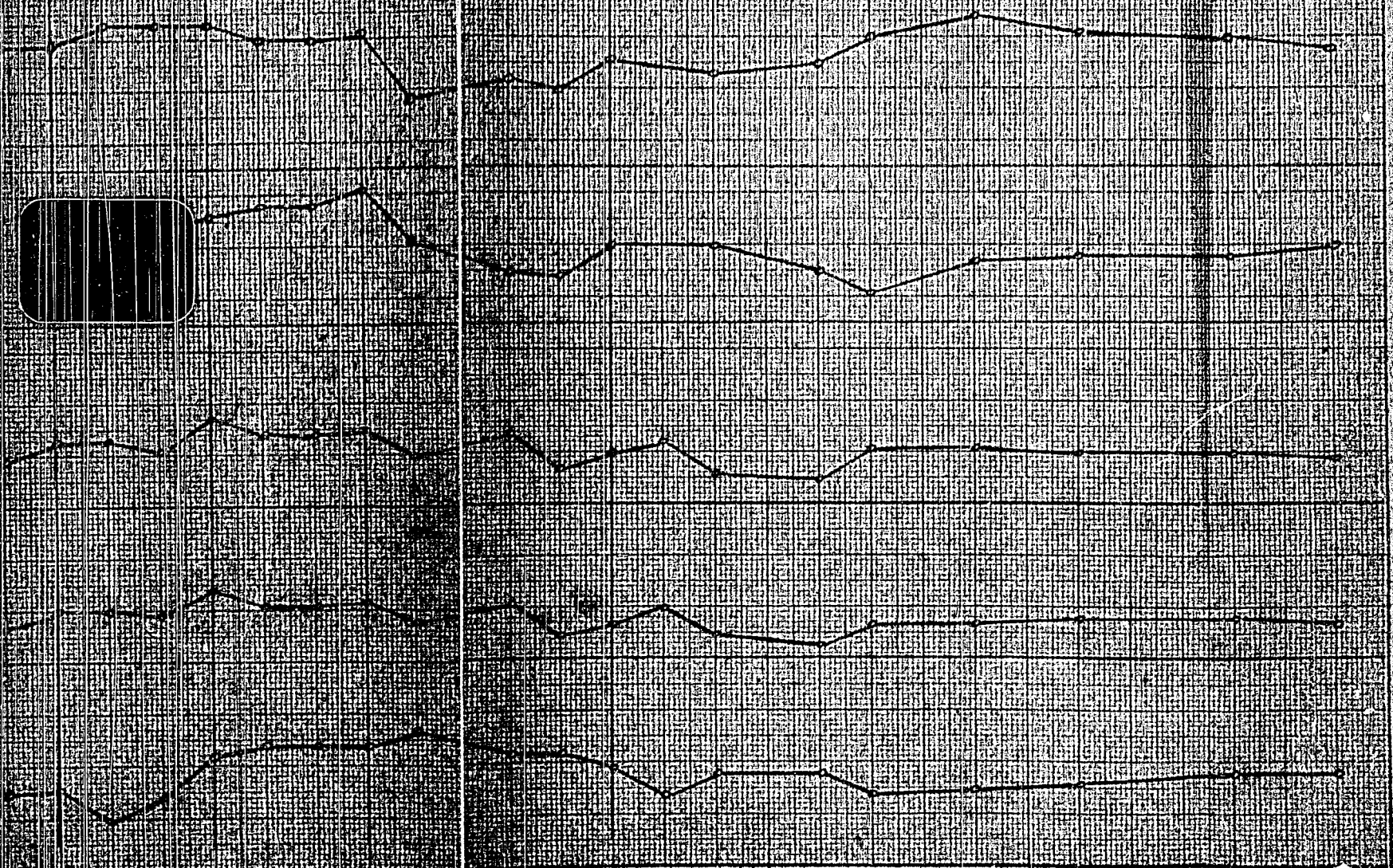
Abb. 2

126

126

126

126

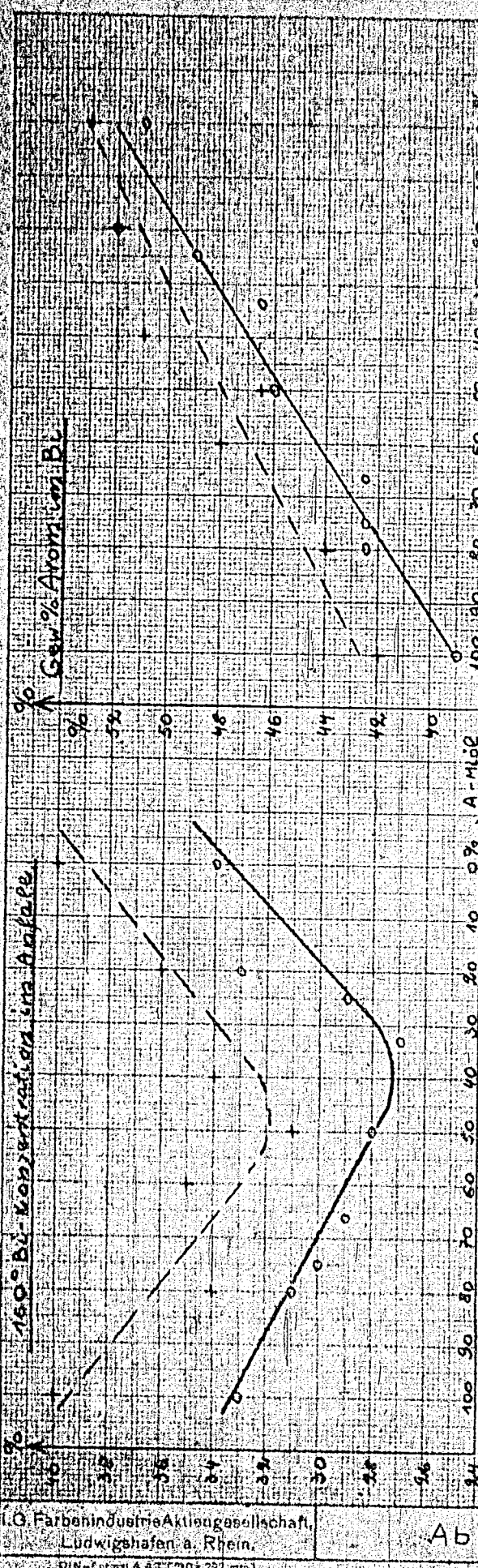


0 1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 12 13 14 15 16 17 18 19 20
 21 22 23 24 25 26 27 28 29 30 31 32 33 34 35 36 37 38 39 40 41 42 43 44 45 46 47 48 49 50
 51 52 53 54 55 56 57 58 59 60 61 62 63 64 65 66 67 68 69 70 71 72 73 74 75 76 77 78 79 80
 81 82 83 84 85 86 87 88 89 90 91 92 93 94 95 96 97 98 99 100
 101 102 103 104 105 106 107 108 109 110 111 112 113 114 115 116 117 118 119 120
 121 122 123 124 125 126 127 128 129 130 131 132 133 134 135 136 137 138 139 140 141 142 143 144 145 146 147 148 149 150
 151 152 153 154 155 156 157 158 159 160 161 162 163 164 165 166 167 168 169 170 171 172 173 174 175 176 177 178 179 180
 181 182 183 184 185 186 187 188 189 190 191 192 193 194 195 196 197 198 199 200
 201 202 203 204 205 206 207 208 209 210 211 212 213 214 215 216 217 218 219 220 221 222 223 224 225 226 227 228 229 230
 231 232 233 234 235 236 237 238 239 240 241 242 243 244 245 246 247 248 249 250 251 252 253 254 255 256 257 258 259 260
 261 262 263 264 265 266 267 268 269 270 271 272 273 274 275 276 277 278 279 280 281 282 283 284 285 286 287 288 289 290
 291 292 293 294 295 296 297 298 299 300
 301 302 303 304 305 306 307 308 309 310 311 312 313 314 315 316 317 318 319 320 321 322 323 324 325 326 327 328 329 330
 331 332 333 334 335 336 337 338 339 340 341 342 343 344 345 346 347 348 349 350 351 352 353 354 355 356 357 358 359 360
 361 362 363 364 365 366 367 368 369 370 371 372 373 374 375 376 377 378 379 380 381 382 383 384 385 386 387 388 389 390
 391 392 393 394 395 396 397 398 399 400
 401 402 403 404 405 406 407 408 409 410 411 412 413 414 415 416 417 418 419 420 421 422 423 424 425 426 427 428 429 430
 431 432 433 434 435 436 437 438 439 440 441 442 443 444 445 446 447 448 449 450 451 452 453 454 455 456 457 458 459 460
 461 462 463 464 465 466 467 468 469 470 471 472 473 474 475 476 477 478 479 480 481 482 483 484 485 486 487 488 489 490
 491 492 493 494 495 496 497 498 499 500
 501 502 503 504 505 506 507 508 509 510 511 512 513 514 515 516 517 518 519 520 521 522 523 524 525 526 527 528 529 530
 531 532 533 534 535 536 537 538 539 540 541 542 543 544 545 546 547 548 549 550 551 552 553 554 555 556 557 558 559 560
 561 562 563 564 565 566 567 568 569 570 571 572 573 574 575 576 577 578 579 580 581 582 583 584 585 586 587 588 589 590
 591 592 593 594 595 596 597 598 599 600
 601 602 603 604 605 606 607 608 609 610 611 612 613 614 615 616 617 618 619 620 621 622 623 624 625 626 627 628 629 630
 631 632 633 634 635 636 637 638 639 640 641 642 643 644 645 646 647 648 649 650 651 652 653 654 655 656 657 658 659 660
 661 662 663 664 665 666 667 668 669 670 671 672 673 674 675 676 677 678 679 680 681 682 683 684 685 686 687 688 689 690
 691 692 693 694 695 696 697 698 699 700
 701 702 703 704 705 706 707 708 709 710 711 712 713 714 715 716 717 718 719 720 721 722 723 724 725 726 727 728 729 730
 731 732 733 734 735 736 737 738 739 740 741 742 743 744 745 746 747 748 749 750 751 752 753 754 755 756 757 758 759 760
 761 762 763 764 765 766 767 768 769 770 771 772 773 774 775 776 777 778 779 780 781 782 783 784 785 786 787 788 789 790
 791 792 793 794 795 796 797 798 799 800
 801 802 803 804 805 806 807 808 809 810 811 812 813 814 815 816 817 818 819 820 821 822 823 824 825 826 827 828 829 830
 831 832 833 834 835 836 837 838 839 840 841 842 843 844 845 846 847 848 849 850 851 852 853 854 855 856 857 858 859 860
 861 862 863 864 865 866 867 868 869 870 871 872 873 874 875 876 877 878 879 880 881 882 883 884 885 886 887 888 889 890
 891 892 893 894 895 896 897 898 899 900
 901 902 903 904 905 906 907 908 909 910 911 912 913 914 915 916 917 918 919 920 921 922 923 924 925 926 927 928 929 930
 931 932 933 934 935 936 937 938 939 940 941 942 943 944 945 946 947 948 949 950 951 952 953 954 955 956 957 958 959 960
 961 962 963 964 965 966 967 968 969 970 971 972 973 974 975 976 977 978 979 980 981 982 983 984 985 986 987 988 989 990
 991 992 993 994 995 996 997 998 999 1000

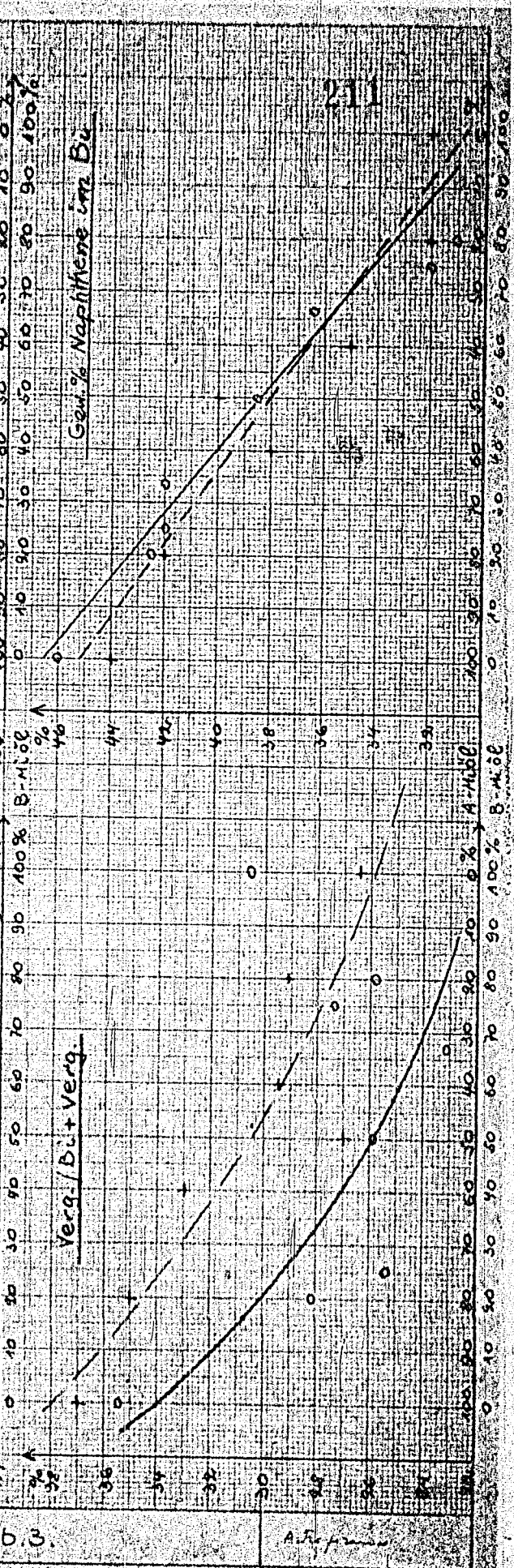
Betriebsstage

Kat 8682 / Kat 8757 / 12.6.88

160° Bz Konzentration im Anfaße



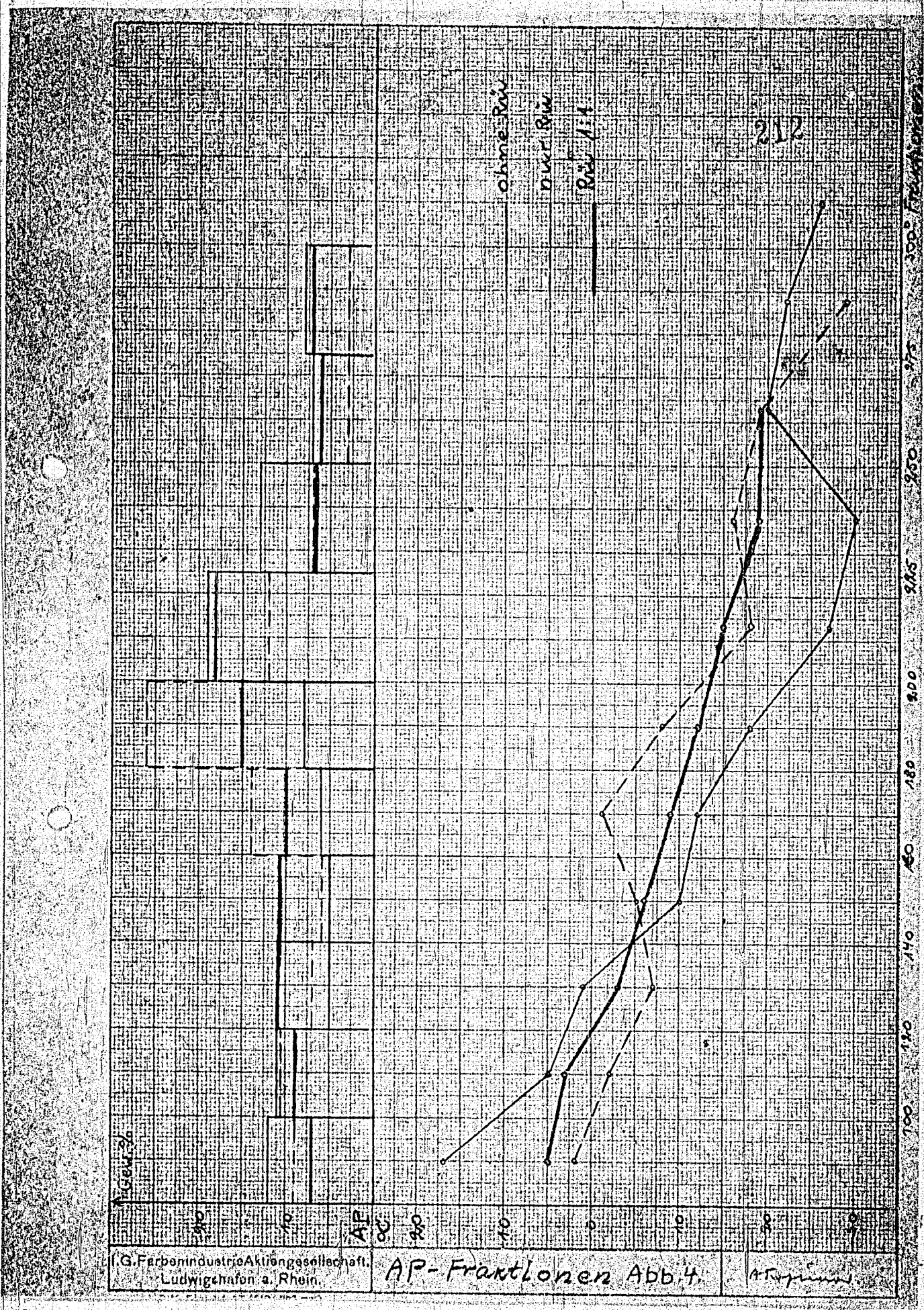
Verg. Bz + Verg.



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

Abb. 3.

A. R. P. ...

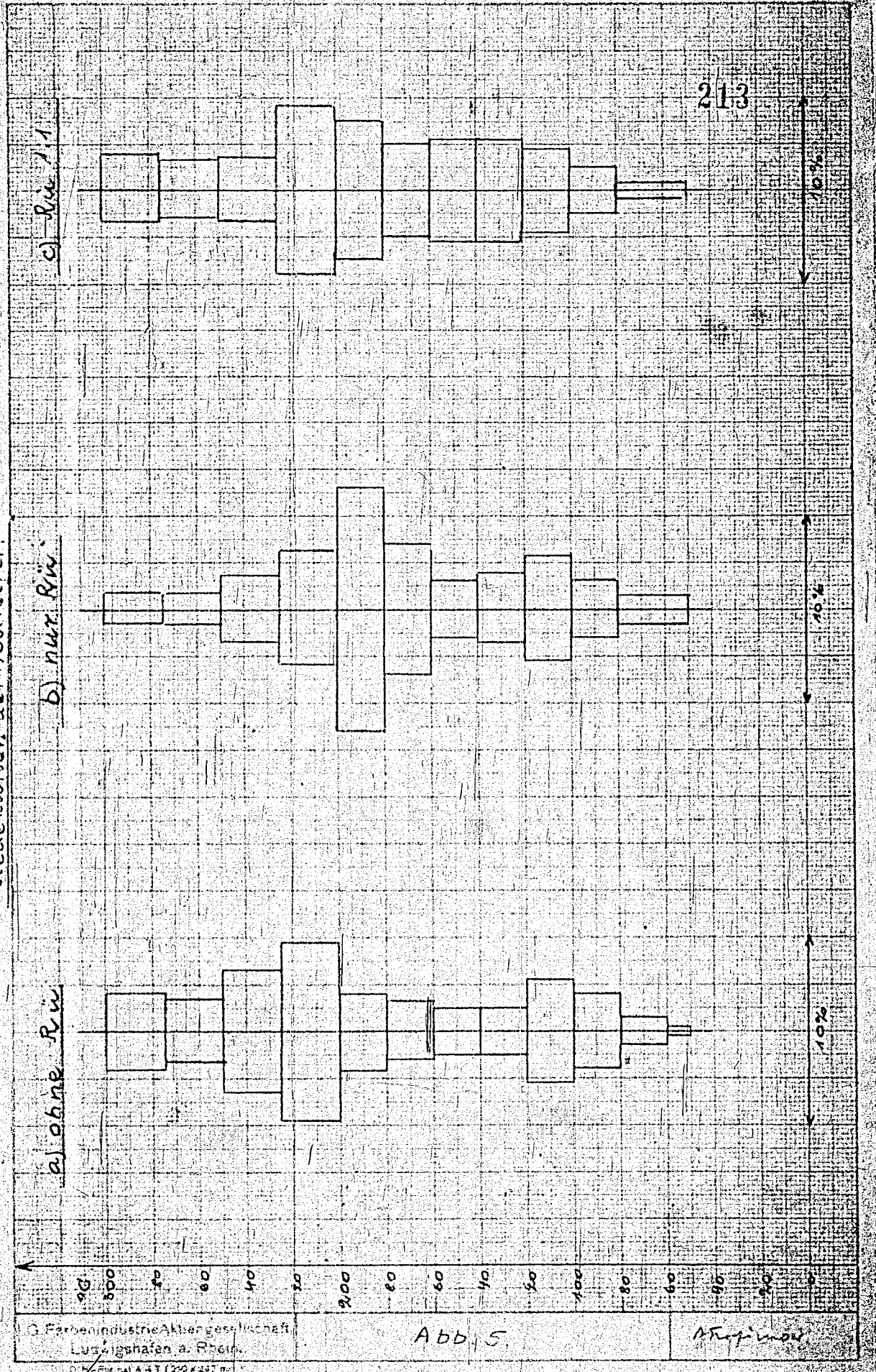


G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein.

AP-Fraktionen Abb. 4.

A. K. ...

Siedekurven der Abstrainer



Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein.

Abb. 15

A. Engelmann

TITLE PAGE

46. Die Abhängigkeit der Klopf Eigenschaften von
Benzinen und Benzinfraktionen vom Ausgangsprodukt.
The dependence of knocking properties of
gasolines and gasoline fractions on the
starting material.

Frame Nos. 214 - 222

Fünf Mittelöle aus verschiedenen Ausgangsprodukten wurden unter den üblichen Benzinierungsbedingungen bei 200 bzw. 250 at mit Kontakt 6434 benzinert. Es sollte festgestellt werden, welche Klopfqualitäten die Benzine der verschiedenen Produkte im Vergleich zu Bruchsaler Gasöl ergeben und wie weit sich nach dem Anilinpunkt des Ausgangsproduktes Rückschlüsse auf die Klopf Eigenschaften der erhaltenen Benzine ziehen lassen.

Die nach fallendem Anilinpunkt geordneten Produkte waren (siehe auch Tabelle 1):

- | | | | |
|----|---|----------|-------------------|
| 1. | P 1203, Bruchsaler Gasöl, | 180-330, | Anilinpunkt 67,5° |
| 2. | P 1338, Reitbrook-Gasöl, | 180-330, | " 55,5° |
| 3. | P 1506/6434-B-Mittelöl aus Braunkohlenteer A + B-Mittelöl | 180-330, | " 50,0° |
| 4. | P 1494/8376, Steinkohleverflüssigungsmittelöl aus Großver- auch Ka 804, vorhydriert in Ka 501 v. 15.10.41 | 175, | " 43,5° |
| 5. | P 1502, 5058/7846-Abstreifer Leuna | 150, | " 46,5° |

Ohne auf die Benzinierbarkeit der Produkte selbst einzugehen, läßt sich über die daraus erhaltenen Benzine, die in Tabelle 2 angeführt sind, im Vergleich mit P 1203 folgendes sagen:

Die Vergasung liegt bei allen Produkten in der bei Kontakt 6434 zu erwartenden Höhe (für eine Spalttemperatur von 19,5 mV = 382° etwa 19-21 %); die höhere Vergasung bei P 1506 entspricht ungefähr der höheren Spalttemperatur.

Die von Bruchsal-, Reitbrooköl und Braunkohleabstreifer (1203, 1338 und 1502) vorhandenen Werte für Gesamtbutan im Gas und i-Butan im Gesamt-Butan entsprechen den üblichen Werten, die mit P 1203 und Kat. 6434 erhalten werden.

Die nach der Siedekurve (ca. 60 % bis 100° siedende Anteile) unmittelbar mit dem P 1203-Benzin vergleichbaren Oktanzahlen der Benzine aus Braunkohlenteer- und Steinkohleverflüssigung ergeben die Reihenfolge: Bruchsaler Gasöl " 70,2
Braunkohlenteerverfl. " " 72,5
Steinkohleverflüssigung " " 75,0.

Nach Umschätzung der Oktanzahlen der untersiedegerechten Benzine von Reitbrook-Gasöl und Braunkohleabstreifer 150°, Leuna, dürften sich diese Benzine in die Reihenfolge so einschieben, daß Braunkohleabstreifer und Reitbrooköl zwischen Braunkohlenteer- und Steinkohleverflüssigung kämen. Die Restbenzin-Oktanzahlen der Benzine (bis 155°) lassen sich für eine Bewertung nicht gut verwenden, da sie zu verschiedene Siedekurven besitzen.

Ein viel klareres Bild geben die Oktanzahlkurven der 20°-Fraktionen dieser Benzine (Diagramm I). Aus diesem Diagramm ist zu entnehmen, daß Benzin aus Steinkohleverflüssigung in allen Fraktionen die höchsten Oktanzahlen besitzt. Daran schließt sich unerwarteterweise die OZ.-Kurve von Reitbrooköl, das nur in niederen Fraktionen von der OZ.-Kurve der Braunkohleverflüssigung überschritten wird. Die höheren Fraktionen, die vor allem die charakteristischen Abweichungen der Produkte voneinander zeigen, sind in den O.Z. eindeutig den

folgenden Benzinen überlegen. Hieran schließt sich die Kurve der Benzinfraktionen von Braunkohleabstreifer Leuna, die nur in dem Siedebereich 130-160° von jener der Braunkohlenteerbenzine übertrifft wird. Diese Erscheinung läßt sich mit dem Aromatengehalt dieses Benzins (Diagramm II) erklären, der in dem gleichen Intervall (130-160°) ein Maximum erreicht. In den übrigen Punkten liegen die Oktanzahlen der Benzinfraktionen von Braunkohleabstreifer eindeutig über jenen von Braunkohlenteermittelöl. Die tiefste Kurve, die von keiner anderen unterschritten wird, ist die Oktanzahlkurve von Bruchsal-Benzin.

Es ergibt sich somit, nach steigender Oktanzahlgröße der Benzinfraktionen geordnet, die Reihenfolge:

| | |
|----------------------------------|----------------|
| | O. Z. 160-180° |
| P 1203 Bruchsalöl | 32 |
| (P 1506) Braunkohlenteermittelöl | 41,5 |
| (P 1502) Braunkohleverflüssigung | 43,5 |
| P 1338 Reitbrooköl | 52,0 |
| (P 1494) Steinkohleverflüssigung | 55,7 |

Danach ist die anfangs erwähnte Reihenfolge, geordnet nach den Anilinpunkten der Ausgangsprodukte, im wesentlichen als ungeeignet anzusehen. Vor allem läßt sich daraus nicht auf die hervorragende Qualität von Reitbrooköl schließen.

Es ergibt sich, daß die bekannte Erscheinung, daß die Güte der Hydrierbenzine im allgemeinen mit dem zunehmenden H₂-Gehalt des Rohstoffes abnimmt, zwar für A- und S-Mittelöle aus Erdöl, Teeren und Kohle zutrifft, nicht aber für vorhydrierte Produkte. Diese stellen bei der zweistufigen Benzinierung Zwischenprodukte dar, deren H₂-Gehalt von der Art der Vorhydrierung abhängt.

Die Höhe der Aufhydrierung in der Vorhydrierstufe hat zwar einen gewissen Einfluß auf die Klopfestigkeit des Benzins der 6434-Stufe, tritt aber weit zurück gegenüber jenem, den die Zusammensetzung des Rohstoffes ausübt. So wird das Verflüssigungsprodukt aus Steinkohle mit Tonerde- γ -Kontakt (8376), der besonders stark aufhydriert, das Braunkohlenteermittelöl mit 6434 und die Braunkohleverflüssigung mit 5058/7846 vorhydriert.

Die Reihenfolge der Oktanzahlkurven (mit Ausnahme von Reitbrooköl) entspricht im wesentlichen einer Ordnung der unvorbehandelten Ausgangsprodukte nach ihrem Wasserstoffgehalt bzw. nach dem Gehalt an ringförmigen Strukturelementen.

Deutung der Oktanzahlen nach der Zusammensetzung der Benzine.

In Diagramm II sind die Procente der Paraffine, Naphthene und Aromaten der 20-Benzinfraktionen aufgetragen. Die Prozentzahlen für Ungesättigte bewegen sich bei allen Produkten und Fraktionen zwischen 0,5 - 2,5 und sind deshalb weggelassen.

Interessant ist, daß Benzin aus Steinkohleverflüssigung (P 1494/8376) mit der höchsten Oktanzahlkurve die niederste Aromatenkurve besitzt; keine Fraktion enthält mehr als 9 Gew.-% Aromaten. Die hohen Oktanzahlen lassen sich in diesem Falle auf den hohen Gehalt an Naphthenen zurückführen.

Das nach Oktanzahlqualität folgende Benzin aus Reitbrooköl (P 1338) besitzt ebenfalls keine die hohen Oktanzahlen erklärenden Aromatenmengen (bis 15 % in den höheren Fraktionen). Da auch der Naphthengehalt den übrigen Produkten gegenüber gering ist, muß seine Klopfestigkeit auf einen hohen Gehalt an verzweigten Paraffinen zurückgeführt werden, was leider nicht auf einfache laboratoriums-mäßig brauchbare Weise geprüft werden kann.

Die guten Oktanzahlen von Benzin aus Braunkohleverflüssigung (P 1502) sind ebenfalls, wie bei Steinkohleverflüssigung, mit dem höheren Naphthengehalt zu erklären, obwohl auch, wie bei Reitbrooköl, die Aromaten einen gewissen Einfluß ausüben mögen.

Bei diesen erwähnten Produkten war keine wesentliche Aromatenwirkung zu beobachten. Bei Benzin aus Braunkohlenteermittelöl (P 1506) zeigt sich nun eine gewisse Ausnahme. Wie schon erwähnt, enthält dieses Benzin (zum Teil vermutlich infolge der etwas höheren Arbeitstemperatur) mehr Aromaten, besonders in dem Siedebereich 130-160°, als die übrigen Benzine. Dadurch ist vor allem der Knick in der Oktanzahlkurve in dem gleichen Intervall zu erklären. Es läge noch nahe, den Gesamtverlauf der Oktanzahlkurve auf den höheren Aromatengehalt zurückzuführen und zu vermuten, daß bei gleichem Aromatengehalt dieses Benzin in allen seinen Fraktionen nicht besser wäre als das aus Brauchsalöl (P 1203). Diese Ansicht wird jedoch durch die Restbenzinoktanzahlen widerlegt. Hier scheint neben den Naphthenen noch eine gewisse Verzweigung der Paraffine die besseren Klopfeligenschaften als bei P 1203 zu bewirken. Ob und wie weit dafür die Vorhydrierung mit 6434 verantwortlich zu machen ist, muß zunächst dahingestellt bleiben.

In Diagramm II sind Oktanzahl, Restbenzinoktanzahl, Prozente Paraffine, Naphthene und Aromaten der Fraktion 140-160° aller Benzine in Abhängigkeit vom Anilinpunkt des Ausgangsproduktes aufgetragen.

Die Fraktion 140-160° wurde als besonders typisch herausgegriffen, da einerseits - im Gegensatz zu den niederen Fraktionen - die Unterschiede in den Eigenschaften bedeutend stärker sind, andererseits aber noch keine Vortäuschung schlechterer Werte durch Reste von eventuell unveränderten Anfangsfraktionen des Einspritzproduktes zu befürchten ist.

In Diagramm III findet sich die Tatsache bestätigt, daß die Oktanzahlreihenfolge nicht mit der Anilinpunktreihenfolge der Produkte übereinstimmt, ferner zeigt sich, daß die Restbenzinoktanzahlen die durch die Grundoktanzahlen gegebene Ordnung beibehalten. Einen Unterschied bringt diese Betrachtung jedoch in die oben erwähnte Reihenfolge: Benzin aus Braunkohlenteermittelöl besitzt in Fraktion 140-160° eine (oben durch den Aromatengehalt erklärte) höhere Grundoktanzahl als Braunkohleverflüssigungs-Benzin und eine, allerdings nur um 0,7 höhere Restbenzinoktanzahl.

Tabelle 1.

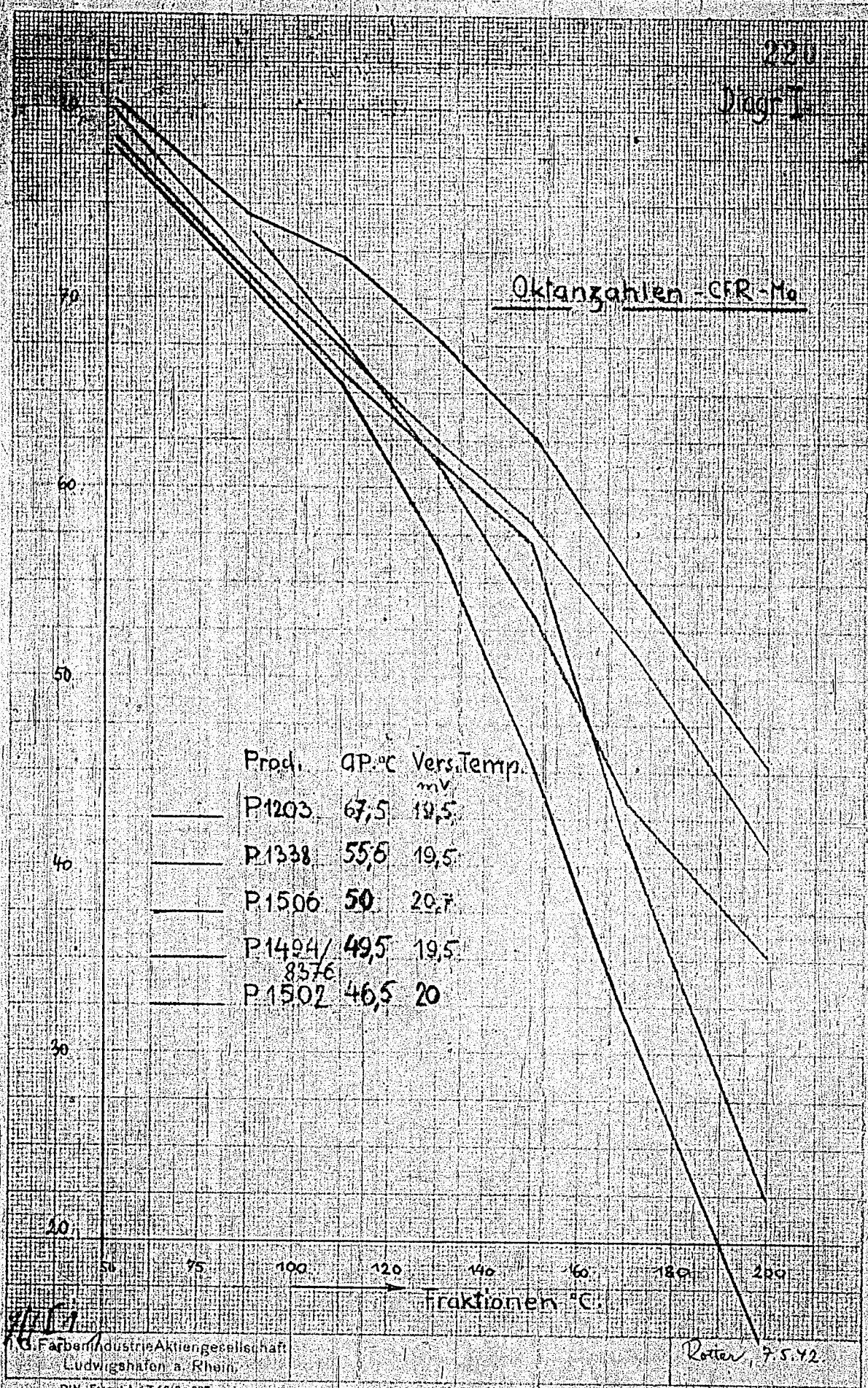
| Produkt | Gruppe | Erdöl | Erdöl | Braunkohle | Steinkohle | Braunkohle |
|----------------|-------------|---------------------|---------------------|--|---|----------------------------------|
| | | P 1203 180-330° | P 1338 180-330° | P 1506/ 6434/ E-Mittelöl | P 1494/ 8376 >175° | P 1502 >150° |
| | Bezeichnung | Bruchsaler Gasöl | Reitbrook- Gasöl | aus Braun- kohlenteer a+s-M'Ol, Magdeburg | Steinkohle- verflüssig. v. Ka 804, vorhydr. in Ka 501 | 5058/7846 Abstreifer Leuna |
| | | v. 3.11.41 | v. 25.2.42 | v. 8.1.42 | v. 15.10.41 | v. 8.1.42 |
| Spez. Gew./20° | | 0,809 | 0,846 | 0,832 | 0,878 | 0,848 |
| Anilinpunkt | | 67,5 | 55,5 | 50,0 | 49,5 | 46,5 |
| Stickstoff % | | 0,012 | 0,007 | 0,009 | 0,004 | 0,008 |
| " mg/ltr. | | -- | 12,6 | 48,0 | -- | 3,1. |
| Phenole | | -- | -- | 1,43 | >0,02 | 0,9 |
| Siedebeginn | | 163 | 187 | 188 | 203 | 174 |
| -- 200° | | 18 | 5 | 9 | -- | 23 |
| -- 225° | | 32 | 20 | 42 | 25 | 45 |
| -- 250° | | 49 | 39 | 63 | 50 | 65 |
| -- 275° | | 69 | 64 | 82 | 76 | 82 |
| -- 300° | | 88 | 85 | 92 | 92 | 92 |
| -- 325° | | 99 | 96 | -- | 99 | -- |
| Siede l | | 325 | 330 | 318 | 325 | 318 |

Tabelle 2.

| Produkt. | 1203 | 1338 | 1506 | 1494/8376 | 1502 |
|----------------------------|-----------|------------|---------------|---------------------|-----------|
| A.P. | 67,5 | 55,5 | 50 | 49,5 | 46,5 |
| Spez. Gew. | 0,809 | 0,846 | 0,832 | 0,878 | 0,848 |
| SB / 9D | 163/325 | 187/330 | 188/318 | 203/325 | 174/318 |
| N Mo/In | - /0,012 | 12,6/0,007 | 48/0,009 | - /0,004 | 3,1/0,008 |
| Kontakt | 6434 | 6434 | 6434 | 6434 | 6434 |
| Druck | 200 | 250 | 250 | 250 | 200 |
| Temperatur | 19,5/382 | 19,5/382 | 21/408 | 19,5/382 | 20/392 |
| Ofen / Ofenblatt | 2/4367 | 6/4548 | 2/4480 | 7/4353 | 4/4481 |
| Spez. Gew. d. Anfalls | 0,733 | 0,755 | 0,754 | 0,745 | 0,766 |
| Bi-Konzentr. bis °C) | 47/148 | 46/160 | 43/159 | 59/145 | 48/159 |
| Leistung | 0,87 | 0,86 | 0,58 | 0,80 | 0,70 |
| % V/Bi + V } C4- } frei | 19,5 | 15,4 ? | 24,1 | 19,2 | 21,2 |
| C4 im Gas/1.C4l. C4 | ca. 70/70 | 78/64 | -/- | -/- | 76/77 |
| Benzin: Spez. Gew. | 0,704 | 0,718 | 0,718 | 0,731 | 0,738 |
| A.P. I/II | 58/63 | 53/61 | 51/60 | 51/53 | 47/56 |
| % - 70 | 21 | 6 | 12 | 11 | 3 |
| % - 100 | 60 | 49 (1) | 56 | 61 | 43 (1) |
| Paraffine | 70 | 63 | 59 | 42 | 48 |
| Naphthene | 23 | 27 | 29 | 54 | 40 |
| Aromaten | 6 | 10 | 11 | 3 | 11 |
| Ungesättigte | 1 | 1 | 1 | 1 | 1 |
| O.Z. Mot./0,12 | 69,2/89,8 | 71,4/87,8 | 72,5/90,0 | 75,0/93,5 | 68,8/90 |
| Restbenzin % - 100° | 66 | 50 | 58 | (68 | --- |
| Na/Par. | 27/72 | 31/69 | 34/66 | 56/42 | --- |
| O.Z. Mot./0,12 | 64,5/87,5 | 67/87,4 | 67/86,7 | ca. 73/90 | --- |
| Fraktion: 75-100° | | | | | |
| A.P. I/II | 55/59 | 53/60 | 49/57 | 47/50 | 47/54 |
| Aromaten | 6 | 8 | 10 | 4 | 9 |
| O.Z. Mo/0,12 | 71/--- | 72/--- | ca. 71,0/90,5 | 74,7/90,0 | 73,5/92,5 |
| Restbi. " " " | -/- | 70,8/ | 69,8/ | --- | 71,4/90,5 |
| Fraktion: 140-160° | | | | | |
| A.P. I/II | 56/65 | 49/63 | 40/62 | 48/55 | 44/58 |
| Aromaten | 12 | 16 | 26 | 9 | 16 |
| O.Z. Mo/0,12 | 45,5/--- | 58,4/--- | 57/77,5 | 62,4/81,5 | 53,2/78,0 |
| Restbi " " " | 29,0/--- | 48,0/--- | 45,2/--- | geschätzt 56/--- | 44,5/69,7 |

220
Diagr. I

Oktan Zahlen - CFR - Mo

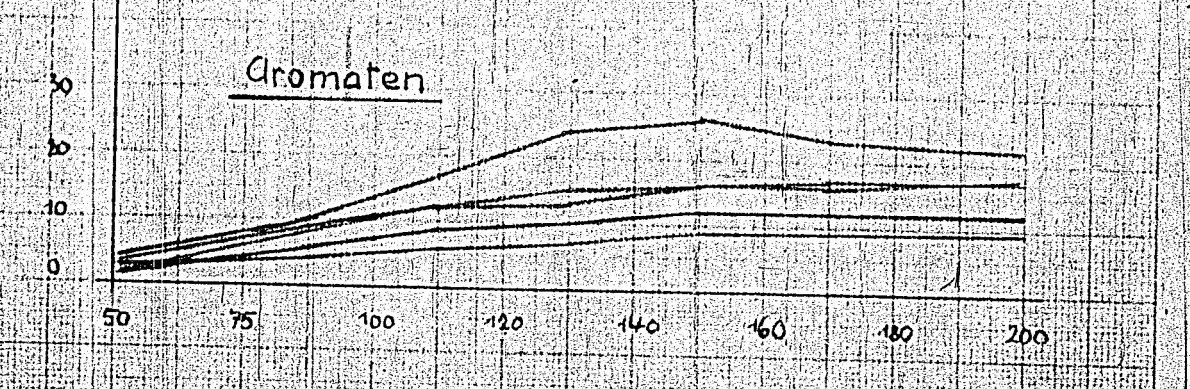
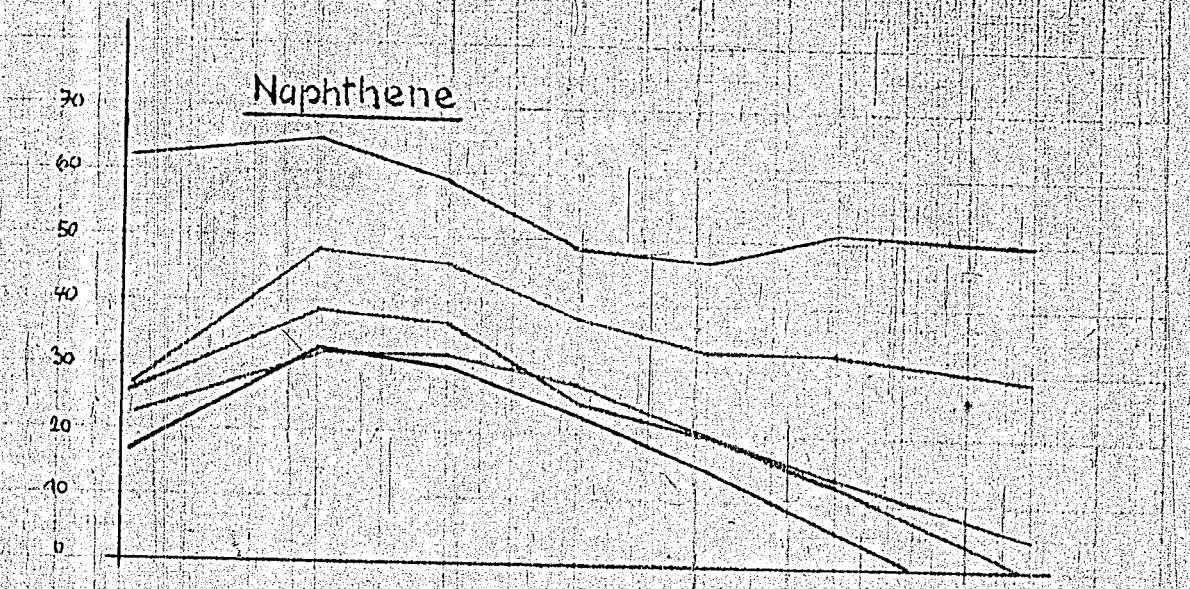
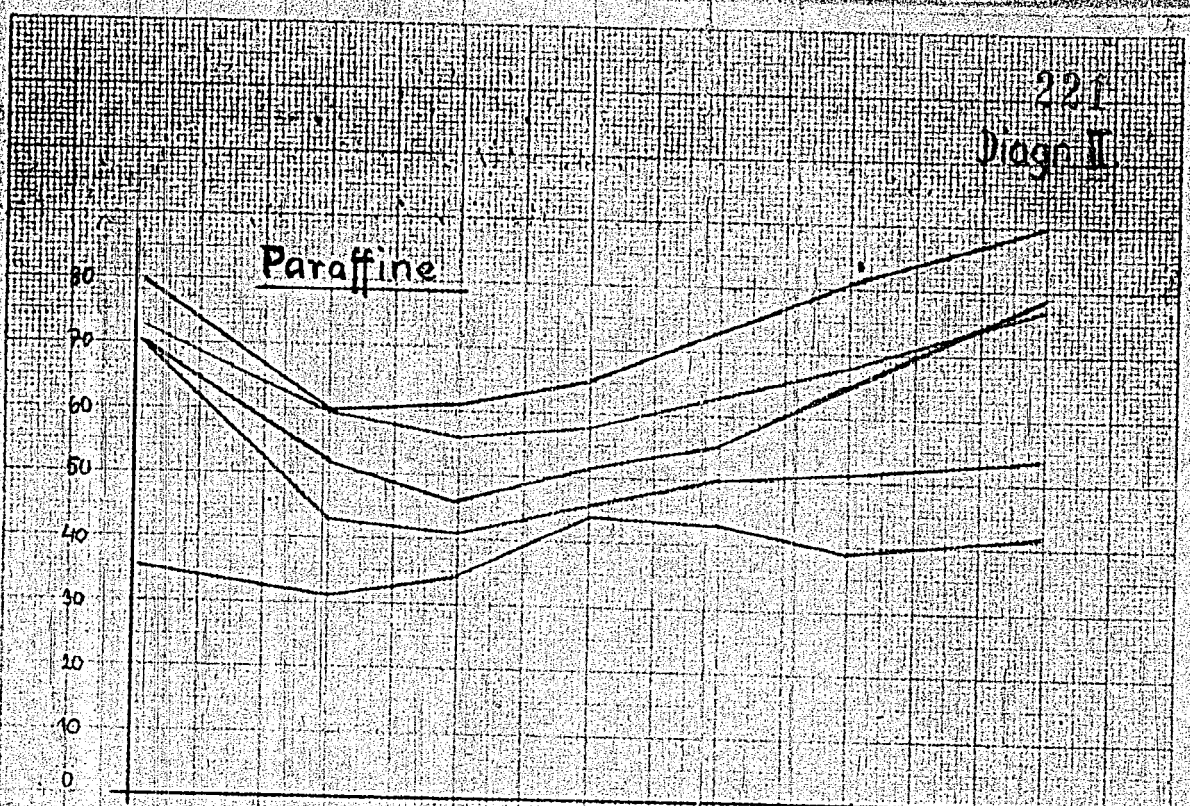


9.11.42
G. Farben Industrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein.

Rotten, 7.5.42

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

221
Diagn. I



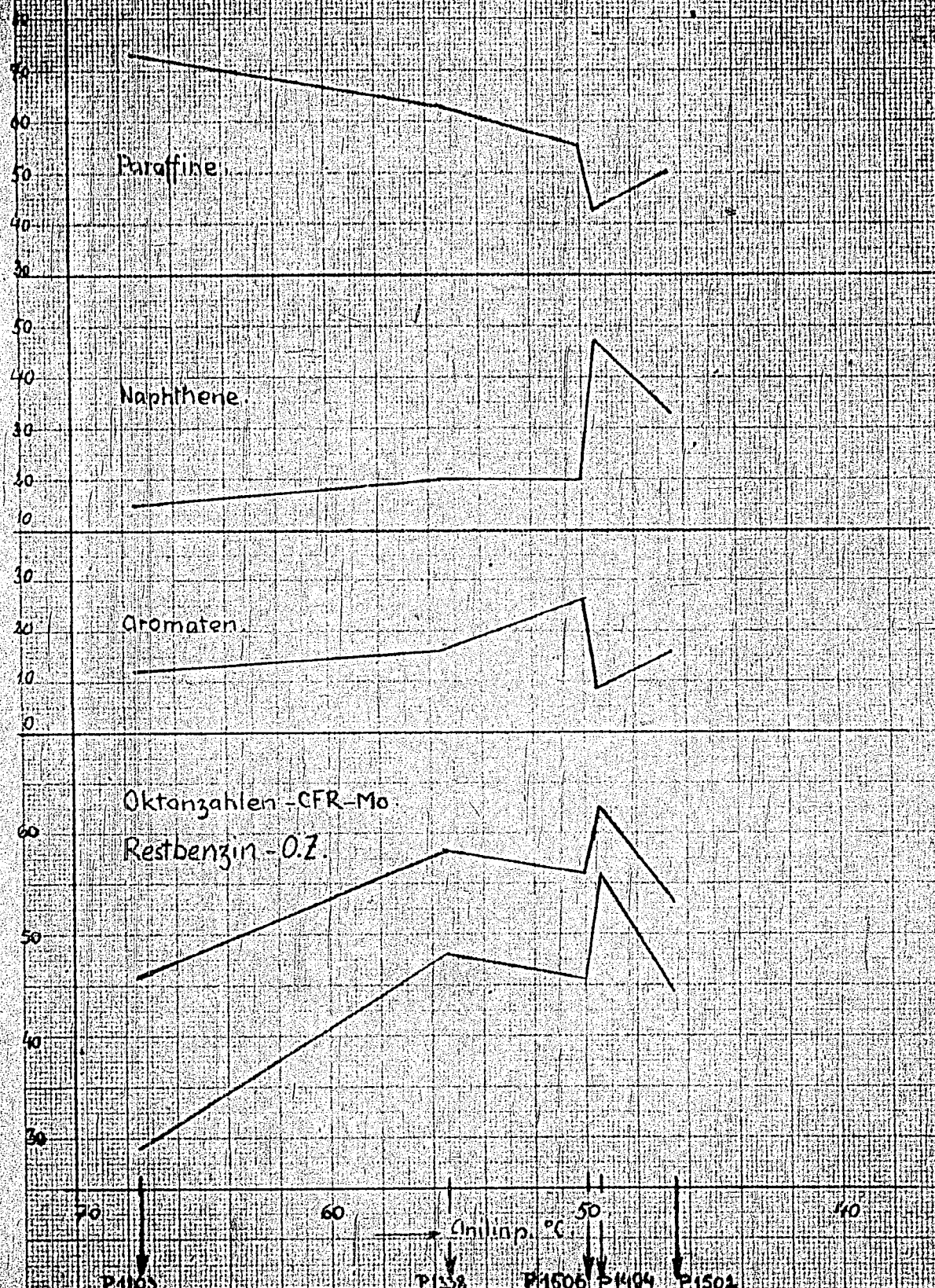
221
Kaiserliche Industrie-Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rhein.
DIN-Formel A 2 T (210 x 297 mm)

Ritter,
7.5.12.

222

Fraktionen 140-160°

Stage II



1.10.1952
 Rheinische Industrie-Aktiengesellschaft
 Ludwigshafen a. Rhein.

Rotter, 0.5.52.

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

TITLE PAGE

47. Das Verhalten von sauren und basischen Bestandteilen des Steinkohleverflüssigungsmittelöls bei der Vorhydrierung mit Tonerdekontakten.
The behavior of acid and basic components of bituminous coal liquefaction middle oil during the prehydrogenation with alumina catalysts.

Frame Nos. 223 - 227

Hochdruckversuche
Luf 558

20

*1. W. W. W. G.
Messung
Luf 558*

223

22. April 1942 Gth/Ki

Das Verhalten von sauren und basischen Bestandteilen des Steinkohleverflüssigungsmittelöls bei der Vorhydrierung mit Tonerdekontakten.

47

Zusammenfassung

- 1.) Steinkohleverflüssigungsmittelöl Scholven (P 1271), 180-325°C, wurde mit NaOH und 1/10 H₂SO₄ in saure Bestandteile, basische Bestandteile und Restöl sortiert. Das Restöl enthält immer noch fast 40 % des Gesamtstickstoffs des P 1271.
- 2.) Aus dem P 1271 werden bei der Vorhydrierung über Kontakt 8376 9 % Benzin -150°C erhalten. Aus dem Restöl wird kein Benzin bis 150°C erhalten.
- 3.) Die sauren (sauerstoffreichen) Öle gehen bei der Vorhydrierung zu 64 % in Benzin -150°C über. Das Benzin ist in allen seinen Eigenschaften praktisch identisch mit dem Vorhydrier-Benzin aus P 1271.
- 4.) Das basische (stickstoffreiche) Öl geht bei der Vorhydrierung zu ca 40 % in Benzin bis 150°C über. Das Benzin enthält etwas mehr Paraffine, vor allem aber viel mehr Aromaten als das P 1271-Vorhydrierbenzin. Überhaupt scheint der hohe Stickstoffgehalt des Öles die Hydrierreaktion hintanzuhalten, wie der recht tiefe Mittelöl-Anilinpunkt (25°C) ausweist.
- 5.) Von dem Vorhydrierbenzin bei der Verarbeitung des P 1271 stammen ca 90 % aus der Reduktion der saueren Öle, ca 10 % aus der Reduktion von basischen Verbindungen.
- 6.) Es muß angenommen werden, daß extrem hohe Phenol- bzw. Amingehalte (gegen 100 %) im Ausgangsprodukt den Kontakt 8376 irreversibel schädigen. Für Klarstellung dieser Annahme waren im vorliegenden Versuch nicht genügend Mengen geeigneter Produkte vorhanden. Sauerstoff- und Stickstoffgehalte, wie sie in Steinkohleverflüssigungsmittelölen etc. vorliegen, sind nicht erkennbar kontaktschädigend.

gez. Günther

Gemeinsam mit:

| | |
|---------------|--------------|
| Dr. Peters | Dr. Dehn |
| Dr. Grassl | Dr. Fürst |
| Dr. Lotter | Dr. Lajus |
| D.C. Trofimow | Dr. Wittmann |

W. W. W. G.

A) Zweck und Art der Versuche.

Bei der Vorhydrierung von P 1271 (= Steinkohleverflüssigungsmittelöl Scholven) mit Tonerde-Mo-(bzw. W)-Ni-Kontakt enthält der Anfall je nach der unteren Siedegrenze des P 1271 5-15 % bis 150°C siedende Anteile. Dieses Benzin besteht zu ca 95 % aus Ringkohlenwasserstoffen. Hydriert man das Mittelöl auf AP 45°C oder höher, so sind die Ringkohlenwasserstoffe wieder zu über 90 % Naphthene. Diese Tatsachen ließen die Vermutung nahe, daß praktisch dieses ganze Benzin durch Reduktion von O- und N-haltigen Verbindungen des Steinkohleverflüssigungsmittelöls entstanden ist, und daß im Verhältnis zu diesem Vorgang die Benzinbildung durch Spaltung von C-C-Bindungen vernachlässigbar gering ist. Zur Prüfung dieser Frage wurden eine größere Menge Steinkohleverflüssigungsmittelöl mittels Natronlauge und Schwefelsäure in 1) saures Öl, 2) basisches Öl und 3) Restöl zerlegt und mit diesen 3 Komponenten Vorhydrierungsversuche durchgeführt.

B) Zerlegung des Steinkohleverflüssigungsmittelöls.

60 l Steinkohleverflüssigungsmittelöl (P 1271) wurden von Dr. Lajus mittels Natronlauge in saure Öle und den von sauren Ölen befreiten Anteil zerlegt. Dieser wurde dann von Dr. Peters im Gegenstrom mit 10 %iger (= ca 7 % / l) Schwefelsäure in einen basischen Anteil und einen Rest zerlegt, der aber immer noch beträchtliche Mengen N-haltiger, vermutlich schwächer basischer Verbindungen enthält. Der basische Anteil wurde "Basen aus P 1271", der Rest "P 1271 entphenoliert und basenfrei" genannt. Ein Schema der Aufarbeitung von P 1271 in saure Öle, Basen und Rest ist auf Bild I dargestellt.

C) Vorhydrierungsversuche.

Die Vorhydrierungsversuche wurden in einem 100 ccm-Ofen (erhalten durch Einbau eines Verdrängers in einen 200 ccm-Ofen) durchgeführt (Ofen 20 vom 3.2. - 6.3.1942, Blatt 4496). Die Bedingungen waren:

Kontakt 100 ccm 8376, Du.Probe vom Einbau Ka 501 = 63 g
Druck 250 at
Temperatur 22,5 MV = 434°C
Durchsatz 0,8 kg Öl/1 Kont./h
Gas : Öl 3,0 cbm/kg
Zusätze 0,4 % OS₂ zum Öl
Fahrweise gerader Durchgang.

Als Ausgangsprodukt wurden verwendet:

| Datum von | bis | Betriebstag von | bis | Ausgangsprodukt |
|-----------|-------|-----------------|-----|-------------------------------------|
| 3.2. | 5.2. | 1 | 3 | P 1271 |
| 6.2. | 10.2. | 4 | 8 | P 1271 entphenoliert u. "basenfrei" |
| 11.2. | 15.2. | 9 | 13 | Phenole aus P 1271 |
| 16.2. | 22.2. | 14 | 20 | P 1271 entphenoliert u. "basenfrei" |
| 23.2. | 24.2. | 21 | 22 | Basen aus P 1271 |
| 25.2. | 1.3. | 23 | 27 | P 1271 entphenoliert u. "basenfrei" |
| 2.3. | 3.3. | 28 | 29 | P 1271 entphenoliert |
| 4.3. | 6.3. | 30 | 32 | P 1271 |

Die Ergebnisse der Versuche befinden sich auf der Tabelle.

D) Diskussion der Versuchsergebnisse.

Spalte 1 zeigt, daß aus dem zum vorliegenden Versuch verwendeten P 1271 nur 9 % Benzin erhalten wurden. Dieses Benzin enthält zudem nur sehr wenig bis 100°C siedende Bestandteile und hat infolgedessen eine relativ schlechte Motor-OZ (66). Aus früheren Versuchen sind die in Spalte 2 stehenden Zahlen (mehr Benzin, besseres Siedeverhalten und besserer OZ.) bekannt. Sie stammen von der Verarbeitung eines P 1271, das mehr niedrigsiedende Mittelölanteile (180-200°C) enthält als das zum vorliegenden Versuch verwendete P 1271.

Spalte 3 mit dem entphenolierten und basenfreien Öl als Ausgangsprodukt zeigt, daß die auf Grund der Eigenschaften des Vorhydrierbenzins ausgesprochenen Vermutungen richtig sind. Aus diesem von sauerstoffhaltigen (sauren) Verbindungen praktisch ganz und von stickstoffhaltigen (basischen) Verbindungen weitgehend freien Öl wurde bei der Vorhydrierung kein Benzin -150°C erhalten. Das Mittelöl wurde dabei etwa ebenso aufhydriert wie bei Verarbeitung des ursprünglichen P 1271.

Spalte 4 zeigt die Ergebnisse bei Verarbeitung der sauren Öle (im Hochdruck meist kurz als "Phenole" bezeichnet) allein. Die Phenole gehen bei der Hydrierung zu 64 % in Benzin -150°C über. Das Benzin ist weitgehend identisch mit dem aus P 1271 gewonnenen Benzin sowohl hinsichtlich Siedekurve als auch Zusammensetzung und OZ. Das Vorhydrierbenzin aus P 1271 dürfte zu ca 90 % aus solchem sauren Öl entstanden sein. Das aus dem sauren Öl entstandene Mittelöl hat Anilinpunkt 49 und dürfte im wesentlichen aus höher alkylierten Cyclohexan, evtl. auch aus Dekalin-Homologen bestehen.

Spalte 5 zeigt im Vergleich zu Spalte 3, daß nach 5-tägiger Verarbeitung des sauren Öles der Kontakt nicht mehr so gut hydriert wie vorher. In weiteren 6 Tagen konnte auch keine Erholung des Kontaktes festgestellt werden. Dies ist evtl. von Bedeutung für die Verarbeitung sehr phenolreicher Mittelöle, wie z.B. a-Mittelöl aus Brüker Toer.

In Spalte 6 sind die Ergebnisse bei Verarbeitung des basischen Öles aus P 1271 angeführt. Nur 40 % der Basen gehen dabei in Benzin über. Das Benzin ist in Siedekurve und Klopizahl ähnlich wie das aus sauren Ölen entstandene Benzin. Es hat jedoch eine wesentlich andere Zusammensetzung: etwas mehr Paraffine (evtl. aus N-Heterocyclen entstanden), vor allem aber wesentlich mehr Aromaten. Überhaupt sieht es so aus, als ob der Kontakt 8376 in seiner Hydrieraktivität fühlbar stickstoffempfindlich ist; denn bei Verarbeitung der Basen (mit 9 % N-Gehalt) hat das Mittelöl nur AP 25°C. Das Benzin beträgt wahrscheinlich mengenmäßig nur ca. 10 % des gesamten dabei entstehenden Benzins.

Spalte 7 zeigt im Vergleich zu Spalte 5, daß der Kontakt nach der durch die sauren Öle bedingten Schädigung durch die Verarbeitung der basischen Öle nicht weiter geschädigt wurde.

Spalte 8 zeigt nochmal (im Vergleich zu Spalte 1), wie groß der Anteil der sauren Öle als Ausgangsprodukt für die Benzinbildung bei der Vorhydrierung ist.

Zum Schluß wurde der Kontakt nochmal wie am Anfang mit P 1271 geprüft. Die Hydrieraktivität hat etwas abgenommen (Spalte 9 gegen Spalte 1). Auch die Benzinbildung ist (wohl noch innerhalb der Fallgrenze) etwas geringer geworden.

gez. Günther