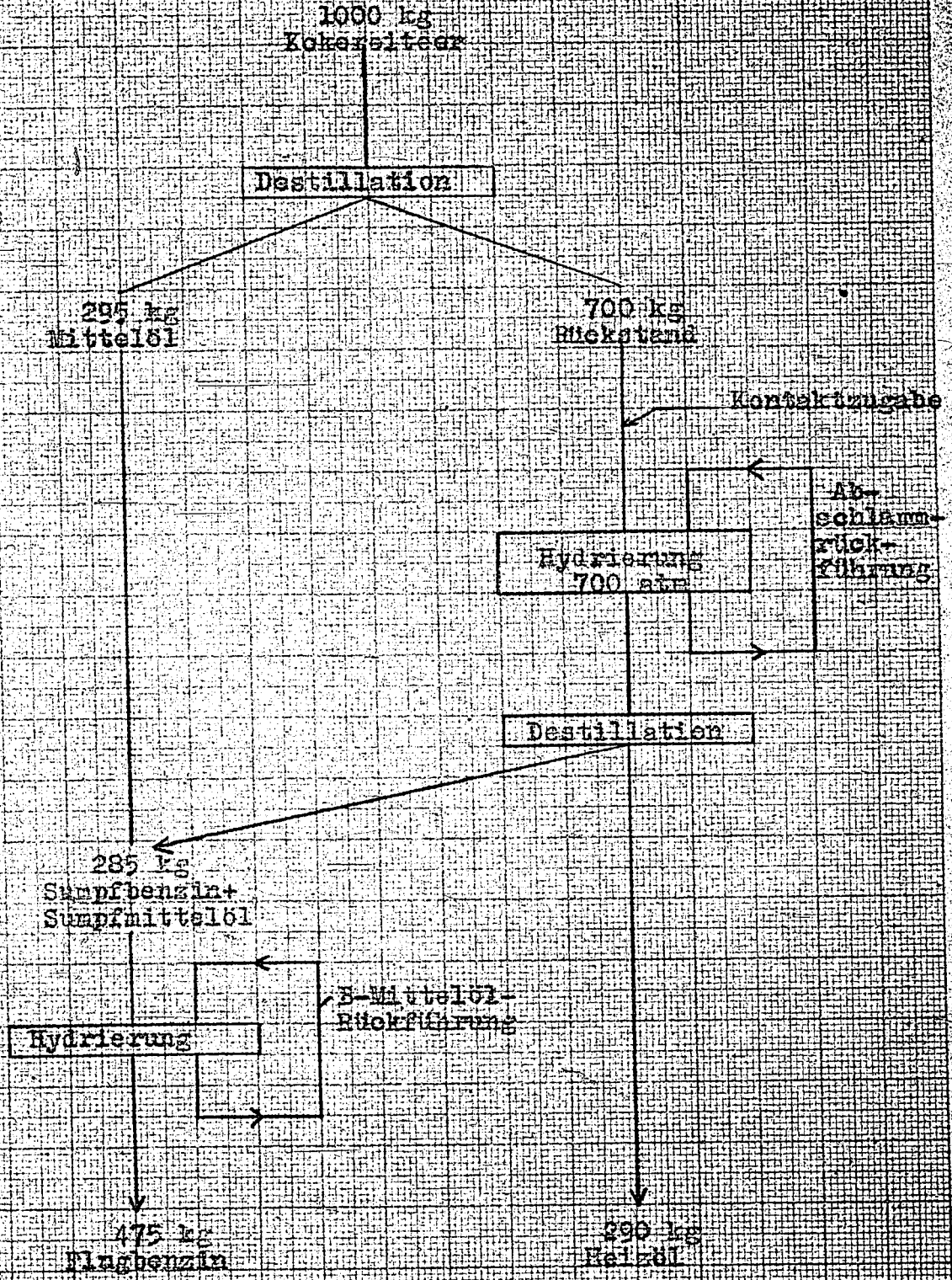


Fließschema für die Hydrierung von Kokersteer  
auf Benzol und Kerosin  
(geschätzt)



Wasserstoffverbrauch: ca. 1150 cbm/t Teer

Fließschema für die Hydrierung von Kokereisteer

auf Benzol und Heizöl.

(geschätzt)

1000 kg  
Kokereisteer

Destillation

295 kg  
Mittelöl

700 kg  
Rückstand

Kontaktzugabe

Hydrierung  
700 atm

Ab-  
schlamm-  
rück-  
führung

Destillation

135 kg  
Sumpfbenzin+  
Sumpfmittelöl

Hydrierung

B-Mittelöl-  
Rückführung

350 kg  
Flughbenzin

440 kg  
Heizöl

Wasserstoffverbrauch ca. 1000 cbm/3 Tonn.

763

Zurück an  
Vorzimmer Dr. Dr. Pfler

Besprechung

Geheimlich

mit Herrn Dr. Wille vom Reichsamt

am 11. März 1942 in Lu 558.

Es ist beabsichtigt, 23 000 000 Jato Kohle zu verschwelen, Der Teer von ca. 6 000 000 Jato Kohle soll aufgearbeitet werden auf Heizöl, Phenole, Elektrodenkoks und dergl. Der Teer der restlichen 17 000 000 Jato Kohle soll der Hydrierung zugeführt werden.

Für die Verschwelung sollen 7 verschiedene Verfahren zur Anwendung kommen.

- B.T.-Verfahren
- Krupp-Lurgi-Verfahren
- Otto-Verfahren
- Didier-Verfahren
- Koppers-Verfahren
- Lurgi-Verfahren
- Kollergas-Verfahren

Für den Vergleich von Steinkohlehydrierung und Steinkohlenschwelteer-Hydrierung gab ich folgende Grundsahlen an:

<u>Flieger-Benzin</u>	<u>Auto-Benzin</u>	<u>Fliegerbenzin + Heizöl</u>
je 1 to Fliegerbi- werden be- nötigt:	je 1 to Autobi werden benötigt:	je 0,47 to Fliegerbi + 0,53 to Heizöl werden benötigt:
2,15 to Hydr.Kohle	1,95 to Hydr.Kohle	1,70 to Hydrierkohle
2,6 to Koks zur H <sub>2</sub> Erzeugung	2,3 to Koks zur H <sub>2</sub> - Erzeugung	1,9 to Koks zur H <sub>2</sub> - Erzeugung
ca 1,6 to Kohle für Energie	1,4 to Kohle für Energie	-
<hr/>	<hr/>	<hr/>
6,35 to Gesamtkohle- Verbrauch	5,55 to Gesamtkohle- Verbrauch	- to Gesamtkohle- Verbrauch

109341

20

Flieger-Benzin	Auto-Benzin	Fliegerbenzin + Heizöl
Fliegerbenzin-Qualität wie Schoöven u. Gelsenberg Oktanzahl 75 nach Motor-Methode	Qualität wie von Schöven früher hergestellt Oktanzahl 74 nach Research-Methode	Qualität von Heizöl wie beim Großversuch Lu und vom OKM gemustert

Für die Verarbeitung von Steinkohlenteer liegen noch zu wenig Unterlagen vor, sodaß hierfür keine sicheren Versuchszahlen und Qualitätszahlen angegeben werden können.

Es wurde dann über das Versuchsprogramm für die zunächst in Aussicht genommenen Schwelanlagen gesprochen. Im Saargebiet ist eine Anlage vorgesehen, in der Waldschacht-Kohle nach dem B.F.- oder Krupp-Verfahren verschwelt werden soll, Größe 1 000 000 to. In Kattowitz ist eine Anlage vorgesehen, bei der Oheim-Nußkohle nach dem Verfahren von Didier, Otto oder Koppers verarbeitet werden soll, Größe 1 000 000 to. Eine zweite Anlage in Oberschlesien soll gewaschene Myslowitzer Kohle, gleichfalls nach dem Verfahren Didier, Otto oder Koppers verschwelen, Größe 500 000 to.

Schwelteeer aus Oheim-Kohle nach dem B.F.-Verfahren und Otto-Verfahren sind bereits in Ludwigshafen eingetroffen. Herr Dr. Wille bat dringend um Angabe der Versuchsergebnisse, die mit dem Steinkohlenschwelteeer erzielt worden sind, welche Ludwigshafen in früheren Jahren von Krupp, der Schlesag, Karsten-Zentrum oder anderen erhalten hat.

Herr Dr. Pier wies darauf hin, daß vor Aufstellung eines umfangreichen Versuchsprogrammes es nötig wäre, kleinere Proben Teer zunächst analytisch zu untersuchen, bevor der Teer in großen Mengen für kontinuierliche Hydrierversuche erzeugt wird. Gleichzeitig soll auch eine Probe der Kohle, aus der Teer erschwelt worden ist, sowie die Schwelbilanz mitgeteilt werden. Soweit der Teer fraktioniert kondensiert aufgefangen wird, sollen die Fraktionen einzeln nach Ludwigshafen geschickt werden.

gez. Becker

19

Verarbeitung von Erdöl-Druckdestillat über festangeordneten Kontakt (7878) und 6434 auf 87er-Kraftstoff.

Zusammenfassung.

- 1.) Zistersdorfer Rohöl (P 1598) wurde in Benzin und Mittel- + Schweröl getrennt und das benzinfreie Öl druckdestilliert.
- 2.) Das Druckdestillat wurde in Mittelöl bis 325°C und Schweröl über 325°C getrennt. Das Schweröl wurde bei 250 at über Kontakt 7878 (= 7846 geschwefelt) mit Durchsatz 0,8 und Rückführung der über 325°C siedenden Anteile verarbeitet. Die Neuleistung betrug 0,36 - 325°C bei 7,5 % Vergasung auf Neuleistung + V. Der Kontakt 7878 arbeitete außerordentlich konstant. Der Anfall bis 325°C enthielt 17 % Benzin - 150°C.
- 3.) Aus dem Anfall vom festangeordneten Kontakt konnte ein gutes Dieselloil (Cetanzahl 53) hergestellt werden. Die Anteile über 325°C dürfen dabei allerdings nicht oder nur zum Teil zurückgeführt werden.
- 4.) Die Anteile bis 325°C aus dem Druckdestillat ließen sich nicht ohne Abklingen über 6434 verarbeiten.
- 5.) Das 7878-B-Mittelöl ließ sich mit Leistung 0,92 und 21 % Vergasung ohne Abklingen über 6434 auf 87er-Kraftstoff verarbeiten.
- 6.) Die Mischung aus 60 Teilen 7878-B-Mittelöl und 40 Teilen Druckdestillat-a-Mittelöl ließ sich nicht ohne Abklingen über 6434 verarbeiten. Für das Druckdestillat-a-Mittelöl ist also eine chemische oder Druck-Raffination erforderlich.
- 7.) Eine gesonderte chemische oder Druck-Raffination des Druckdestillat-a-Mittelöls kann erspart werden, wenn man das gesamte (mittelöhlhaltige) Druckdestillat über 7878 verarbeitet. Die Neuleistung geht dabei allerdings von 0,36 auf 0,20 zurück, die Vergasung entsprechend hoch.

8.) Der Arbeitsgang der beschriebenen Versuche wurde in einem Fließ-Schema dargestellt. In das Fließ-Schema wurde auch die erforderliche (nicht durchgeführte) chemische oder Druck-Raffination des Druckdestillat-a-Mittelöls aufgenommen.

Eine Kurve des Versuchsverlaufs der Schwerölsplattung liegt bei.

9.) Insgesamt wurden aus 100 kg Rohöl erhalten:

60 kg Benzin - 150° (87er-Kraftstoff)

19 kg a-Benzin - 200°

17,5 kg Gas

3,5 kg Druckdestillations-Abschlamm.

gez. Günther

Gemeinsam mit

Dr. Peters	Dr. Rank
" Graßl	" v. Hartmann
" Rotter	" Fürst
Trofimow	" Schiffmann
	" Dehn
	" Meier.

Die Spaltung blieb vom 5.-20. Betriebstag konstant. Dann wurde auf mittellöhlhaltiges Druckdestillat umgestellt. Der Anfall enthielt daraufhin 60% - 325°C bzw. 77% - 350°C. Die Neuleistung ging aber auf 0,20 / 325°C bzw. 0,25 / 350°C zurück.

Am 25. Betriebstag wurde wieder auf Schweröl allein umgestellt. Bis zum 30. Betriebstag wurden dann wieder etwa die schon vorher mit Schweröl erhaltenen Werte erhalten.

Am 30. Tag wurde der Versuch abgebrochen. Der ausgebaute Kontakt war etwa ebensofest wie Frischkontakt. Wesentliche Mengen Kontaktstaub waren nicht entstanden.

Im Laufe des Versuches wurde aus dem Anfall auch ein gutes Dieselöl hergestellt. Es hatte bei einem Siedebereich von 180-350°C die Cetanzahl 53. Der Stockpunkt des paraffinhaltigen (1) Öls lag bei -8°C. Nach Entparaffinierung würde er wesentlich tiefer liegen.

Der Versuchsverlauf der „Schwerölspaltung“ ist auf Kurvenblatt I dargestellt.

#### B: Benzinierung des A-Mittelöls.

Das A-Mittelöl (Tabelle II, Spalte 1) hatte bei 97% - 325°C einen Siede-Endpunkt von 339°C. Es sah rot aus und bildete mit Schwefelsäure große Mengen Säureharz. Es ließ sich nicht mit guter Leistung über 6434 verarbeiten (Ofenblatt 3918). Für einen neuen Versuch wurde zuerst ein redestilliertes Produkt mit E.P. 324°C eingesetzt (Tabelle II, Spalte 2), später ein Produkt, das sogar auf E.P. 310°C abgeschnitten war (Tabelle II, Spalte 3). Die Produkte wurden im Ofen 8 (50 ccm 6434, Blatt 3941) benzinert. Bei 250 at, Durchsatz 1,5 kg/Ltr./h, 0,75% CS<sub>2</sub>-Zusatz zum Öl und 2,7 cbm Gas/kg Öl mußte die Temperatur in den ersten beiden Tagen von 382 auf 417°C erhöht werden. Bei 417°C wurde mit dem Produkt mit E.P. 310°C anfänglich Leistung 0,79 erhalten. Innerhalb von 5 weiteren Tagen ließ aber die Spaltung schon wirklich nach. Am 7. Tage wurde mit Leistung 0,62 und 21% Vergasung ein typgerechter 87er-Kraftstoff erhalten.

Beschreibung der Versuche.

A: Schwerölsplaltung.

Die Eigenschaften des uns von Dr. Rank übergebenen Produk-  
tes (P 1398 Druckdestillat v. 13.3.41) befinden sich auf Tabel-  
le I, Spalte 1.

Das Produkt wurde zerlegt in 32 % Mittelöl - 325°C  
(Tabelle II, Spalte 1) und 68 % Schweröl über 325°C (Tabelle I,  
Spalte 2).

Das Schweröl wurde unter folgenden Bedingungen verarbei-  
tet:

Apparatur: 200 ccm-Ofen 18, Ofenblatt 3901

Betriebsdauer: 20.3. - 20.4.41

Kontakt: 200 ccm = 178 g Kontakt 7878 = 7846 geschwe-  
felt

Druck : 250 at

Temperatur: gestaffelt 442-476°C, später 450-476°C

Durchsatz : 0,6, später 0,8 kg/Ltr./h

Gas : 3,0 cbm/kg Öl

Zusatz : 0,4 % CS<sub>2</sub> zum Öl

Rückführung: zuerst ohne, später 2:1 bzw. 3:2

Nach anfänglichen Spitzenwerten wurde der Kontakt in  
seiner Spaltaktivität sehr bald konstant. Ab 7. Betriebstag  
wurden die über 325°C siedenden Anteile des Anfalls zurückge-  
führt. Der Anfall war dünnflüssig, enthielt aber geringe Mengen  
Festes, anscheinend Paraffin. Er hatte ein spezifisches Gewicht  
von 0,836/20° und enthielt 48 % - 325°C bzw. 68 % - 350°C.  
Dies entspricht bei Durchsatz 0,8 Neuleistungen von 0,36/325°  
bzw. 0,39/350°C. Der Gesamtanfall hat AP. 77°C, das Mittelöl  
- 325°C, AP. 60 - 62°C. Die Vergasung auf eingesetztes Schwer-  
öl betrug im Mittel 4 %, auf Neubildung - 325° + Vergasung be-  
zogen 7,5 %.



Verarbeitung von Erdöl-Druckdestillat über festangeordneten Kontakt (7878) und 6434.

I. Art der Versuche.

Auf Grund der im Bericht 18296 I (Gth, 1.3.41) beschriebenen Versuche und ihrer Ergebnisse wurde folgender Versuch durchgeführt:

Zistersdorfer Rohöl (P 1398) wurde zerlegt in 19 Teile Benzin (-200°) und 81 Teile Mittel- + Schweröl. Das benzinfreie Öl (81 Teile) wurde druckdestilliert. Es fielen an: 0,5 Teile Gas, 3,5 Teile Abschläm, 77 Teile Druckdestillat (nach Dr. Rank, vgl. Zus.-St. 18 296 I, Gth, 1.3.41). Benzinbildung war bei der Druckdestillation praktisch nicht eingetreten. Das von Dr. Rank der Kleinapparatur übergebene Produkt hatte einen Siedebeginn von 229°C. Es wurde zerlegt in A-Mittelöl - 325°C (32 %) und Schweröl über 325°C (68 %). Das Schweröl wurde über festangeordneten Kontakt 7878 (= 7846 geschwefelt) mit guter Leistung zu Benzin + Mittelöl gespalten. Das Benzin + Mittelöl vom festangeordneten Kontakt wurde zerlegt in 17 % Benzin - 150°C und 83 % B-Mittelöl 150-325°C.

Die Mischung A + B-Mittelöl sollte nun über 6434 gespalten werden. Es wurde erst je ein Versuch mit A- bzw. B-Mittelöl allein durchgeführt. Hierbei zeigte sich, daß das B-Mittelöl mit guter Leistung über 6434 zu benzinieren ist. Das A-Mittelöl ließ sich auch nach sauber durchgeführter Redestillation nicht ohne rasches Abklingen über 6434 verarbeiten. Auch die Mischung 40 Teile A- + 60 Teile B-Mittelöl konnte nicht mit guter Leistung über 6434 verarbeitet werden. Das A-Mittelöl mußte also vor der Benzinierung noch chemisch oder druckraffiniert werden.

Auf Grund des Versuches ist mit Bestimmtheit zu sagen, daß sich das bei 325°C abgeschnittene A-Mittelöl aus Zistersdorfer-Öl-Druckdestillat nicht ohne starkes Abklingen über 6434 verarbeiten läßt.

C: Benzinierung des Mittelöls vom festangeordneten Kontakt.

Die Eigenschaften des Anfalls - 325°C vom festangeordneten Kontakt befinden sich auf Tabelle II, Spalte 4. Das Produkt wurde zerlegt in 17 % Benzin - 150°C, 78 % Mittelöl 150-325°C und 5 % Rückstand. Der Rückstand wurde nicht weiter berücksichtigt (er hätte eigentlich bei sauberer Destillation bei der Schwerölsplaltung mit rückgeführt werden müssen, was an den Ergebnissen der Schwerölsplaltung praktisch nichts geändert hatte). Das Mittelöl (Tabelle II, Spalte 5) wurde im Ofen 4 (50 ccm 6434, Ofenblatt 3959) benzinert. Als Bedingungen wurden gewählt:

Druck : 250 at  
Temperatur: 382 °C  
Durchsatz : 1,5 kg/Ltr./h  
Gas : Öl : 2,7 cbm/kg  
Zusatz zum Öl: 0,75 % CS<sub>2</sub> .

Im Anfall befanden sich 78 % Benzin - 150°C; daraufhin wurde der Durchsatz auf 2,0 erhöht und die Temperatur auf 376°C gesenkt. Im ganzen lief der Versuch 9 Tage ohne Abklingen. Die Ergebnisse der Untersuchung vom 8. und 9. Tage enthält die Tabelle III. Wie sich nachträglich herausstellte, war die Temperatur mit 376°C doch etwas zu niedrig gewählt. Es wurde zwar immer noch eine sehr gute Leistung (0,92 bei 51 % Konzentration) erhalten, aber das Benzin war etwas untersiedegerecht (42 % - 100°C), was wohl auch die nicht ganz genügende O.Z. bedingte. Die Vergasung betrug 21 %.

Als Ergebnisse dieser Benzinierung steht fest: Das B-Mittelöl vom festangeordneten Kontakt läßt sich bei niedriger Temperatur mit guter Leistung ohne Abklingen benzinieren. In Mischung mit dem Benzin von festangeordnetem Kontakt wird ein 87er-Kraftstoff mit etwas niedriger Grund-O.Z., aber sehr guter Bleiempfindlichkeit erhalten.

D: Benzinierung des B-Mittelöls vom festangeordneten Kontakt in Mischung mit dem A-Mittelöl aus dem Druckdestillat.

Anschließend an die Benzinierung des B-Mittelöls allein wurde noch ein 24-Stunden-Versuch mit einer Mischung 60 Teile B-Mittelöl + 40 Teile A-Mittelöl durchgeführt. Die Temperatur wurde sofort von 376 auf 395°C erhöht. Das spezifische Gewicht des Abstreifers sank innerhalb von 24 Stunden von 0,747 über 0,775 auf 0,800, die Benzinkonzentration von 51 auf 23 %.

Es ist danach anzunehmen, daß sich, ebenso wie das A-Mittelöl allein, auch diese Mischung nicht ohne Abklingen mit guter Leistung wird verarbeiten lassen. In den Verarbeitungsgang muß also noch eine chemische bzw., Druck-Raffination für das A-Mittelöl eingeschoben werden. Vermutlich wird (in Anbetracht der Eigenschaften des A-Mittelöls) die Druckraffination besonders hinsichtlich der Ausbeute günstigere Ergebnisse geben als die chemische Raffination.

E: Vorschläge für weitere Arbeiten:

Die Versuche zeigen, daß die Verarbeitung von Erdöl-Rohöl durch folgenden Arbeitsgang sicher zum Ziele führt (vgl. Fließ-Schema):

- 1.) Druckdestillation des benzinfreien Rohöls
- 2.) Spaltung des Druck-Destillation-Schweröls >325° über Kontakt 7878 (= 7846 geschwefelt) auf Benzin + Mittelöl.
- 3.) Raffination des B1 + M1 - 325° aus dem Druckdestillat.
- 4.) Gemeinsame Verarbeitung der Mittelöle aus 2.) und 3.) über 6434.

Folgende Fragen müßten nötigenfalls noch durch Versuche geklärt werden:

- 1.) Gehört das Zistersdorfer A-Mittelöl zu der Gruppe von Erdöl-A-Mittelölen, die sich direkt über 6434 gut verarbeiten lassen oder nicht? (Wahrscheinlich nicht, da N-Gehalt ca. 0,030 %).

- 2.) Läßt sich das Mittelöl aus einem Rohöl-Druckdestillat ebensogut benzinieren wie das entsprechende A-Mittelöl aus dem unbehandelten Rohöl ?
- 3.) Ist die oben unter 3) genannte Raffination günstiger als chemische oder als Druckraffination auszuführen ?
- 4a ) Sind die Kosten des gesamten Verfahrens, wie ursprünglich ~~geschätzt~~ , tatsächlich höher, wenn man die unter 3.) genannte gesonderte Raffination überhaupt einspart, indem man (unter Verzicht auf einen Teil der Neuleistung) das Dr.-Destillat über 7878 verarbeitet ?
- b) Läßt sich bei 4a) evtl. noch durch geänderte Fahrbedingungen (höherer Durchsatz über 7878) die Neuleistung steigern ?

Tabelle I.

P 1398-Druckdestillat und Schweröl daraus.

Spalte	1	2
Produkt	P 1398 - Druckdestillat filtriert, vom 13.3.41	Schweröl über 325°C aus P 1398 Druck- destillat v. 13.3.41
Spez. Gewicht	0,877/50°C	0,889/50°C
Siedebeginn	229°C	316°C
Gew. % - 250	4,0	—
275	12,0	—
300	21,0	—
325	32,0	1,4
350	43,5	20,7
% Wasser	0,0	0,0
% Festes	0,009	0,19
% Asche im Ganzen	Spur	0,04
% s-Asphalt im Ganzen	0,3	0,4
Kolonnendestillation	32 % - 325	—
	68 % > 325	—

Tabelle II.

Mittelöle bei der Verarbeitung von P 1398 - Druckdestillat.

Spalte	1	2	3	4	5	6
Produkt	P 1398-Druck- destillat A-Mittelöl -325°C vom 18.3.41 (Köstelmeier)	P 1398-Druck- destillat A-Mittelöl -325°C vom 4.4.41 (Lab. Dr. Fürst)	P 1398-Druck- destillat A-Mittelöl -325°C red. 8.4.41 (Köstelmeier)	P 1398-Druck- destillat 7878 Anfall -325 v. Ofen 18 v. 20.3.-9.4.41	P 1398-Druck- destillat -7878-B-Mittel- öl 150-325 v. Ofen 18 v. 20.3.-9.4.41	
Spez. Gewicht	0,856	0,848	0,857	0,816	0,836	
Anilinpunkt	56,0	56	55,0	--	55,5	
N-Gehalt	(1529):0,030	--	--	--	-- 0,005	
Jodzahl	15,7	--	--	--	--	
Siedebeginn °C	272	203	221	73	147	
"    200	--	--	--	34	20	
"    225	4	6	--	45	36	
"    250	30	33	27	57	56	
"    275	64	66	65	72	76	
"    300	90	89	93	86	92	
"    325	97	--	--	95	--	
Siedeende °C	339/99	324/98,5	310/99	340/99	322/99	
Sonstiges	--	--	--	17 % - 150	--	

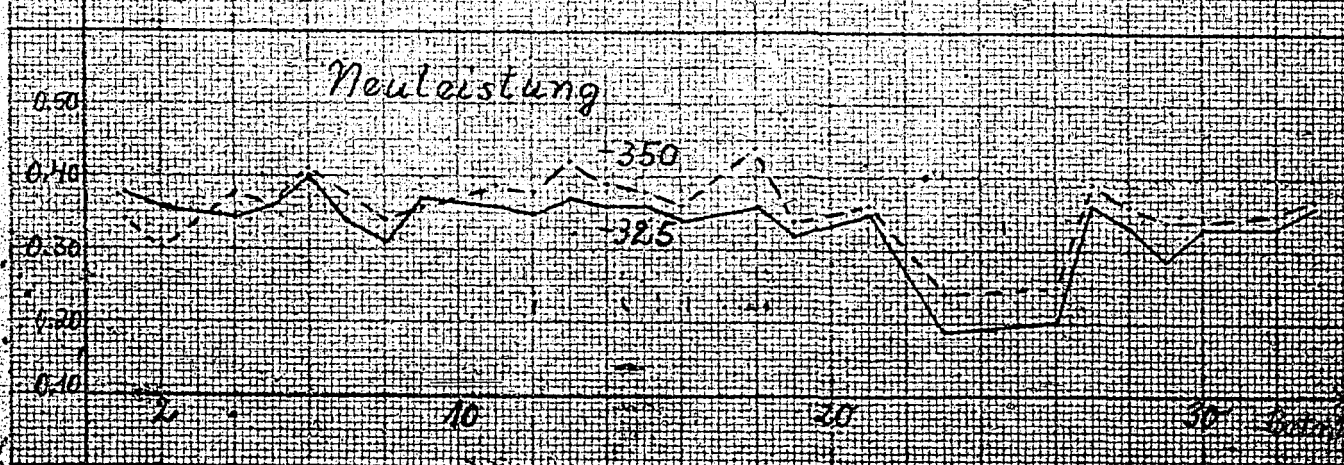
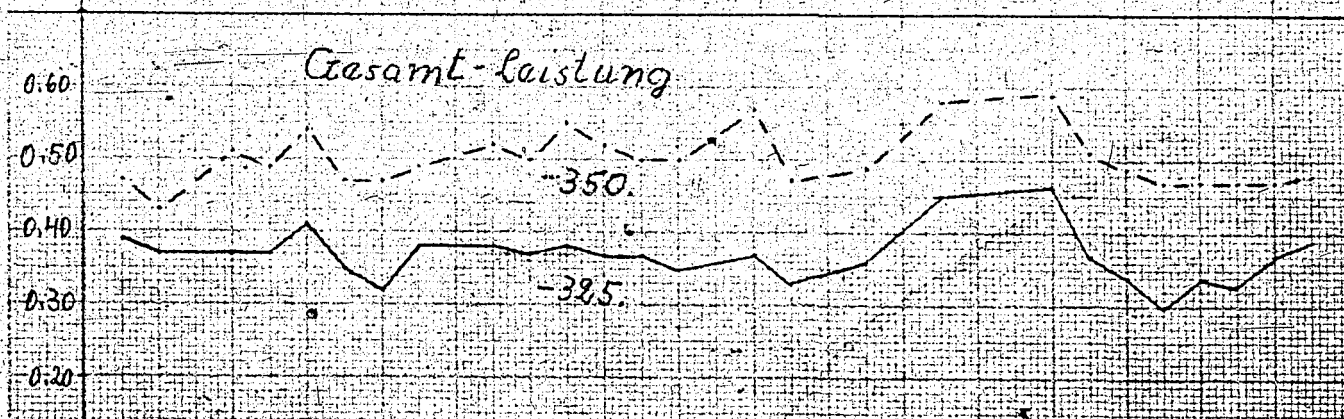
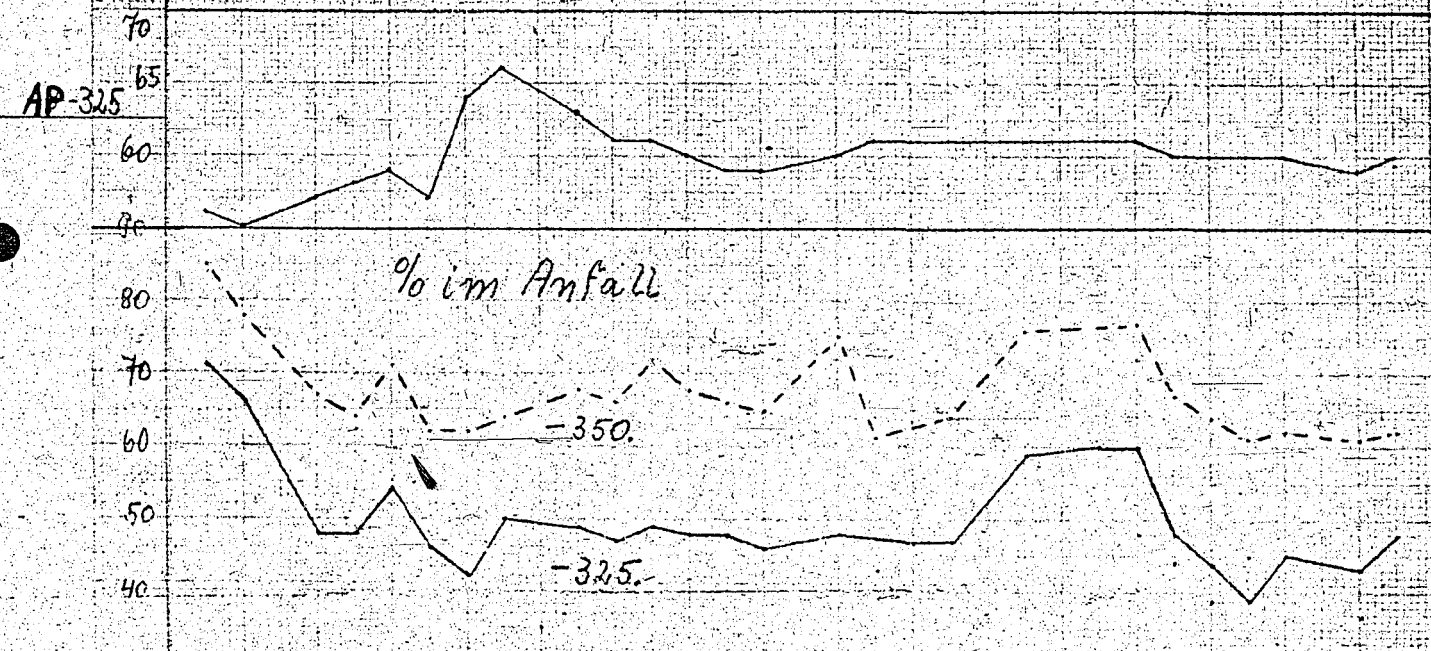
Tabelle III.

Verarbeitung von P. 1398-Druckdestillat-Schweröl auf  
87er-Kraftstoff.

Einspritz-Produkt	P 1398-Druck- destillat Schweröl 350	P 1398-7878- B-Mittelöl 150-325	
Spez. Gewicht	0,889 / 50°C	0,836 / 20°C	---
Anilinpunkt °C	---	56	---
Siedegrenzen °C	über 315°C	150 - 325	---
N-Gehalt (%)	---	ca. 0,005	---
Kontakt	7878	6434	Mischung
Druck	250	250	20 Teile 7878-
Temperatur	450 - 476	376	Benzin
Durchsatz	0,8	2,0	80 Teile 6434-
Gas : Öl	3,0	2,5	in
Spez. Gewicht Abstreifer	0,836	0,747	---
Benzinkonzentration/150°	ca. 7	51	---
Leistung	---	0,92	---
% Vergasung / E + V	---	21	---
Benzin spez. Gewicht	0,712	0,730	0,728
==== Anilinpunkt I/II	52/59	49/59	49/59
Siedebeginn	46	59	54
1/4 - 70	14	4	8
1/2 - 100	56	12	44
3/4 - 150	97	96	96
Endpunkt	150/97	152/98	152/98
Dampfdruck	---	---	0,24
Zusammensetzung			
Paraffine	57	55	56
Naphthene	34	32	31
Aromaten	8	13	12
Ungesättigte	1	0	1
O.2. Mot.	65	70,5	68
Mot. + 0,12 Blei	---	---	88
Jodzahl	23 <sub>0</sub>	---	0,7
Mittelöl spez. Gewicht	856	800	---
==== Anilinpunkt	56	53	---
Ofen/Datum 1941	18 / April	4 / 26.4.	---
Betriebsstunden	1 - 500	200	---
Ofenblatt	3901	3959	---

Verarbgtg von P1398-Dr. Dest. über Festung Kont. 78.78  
 150 at.

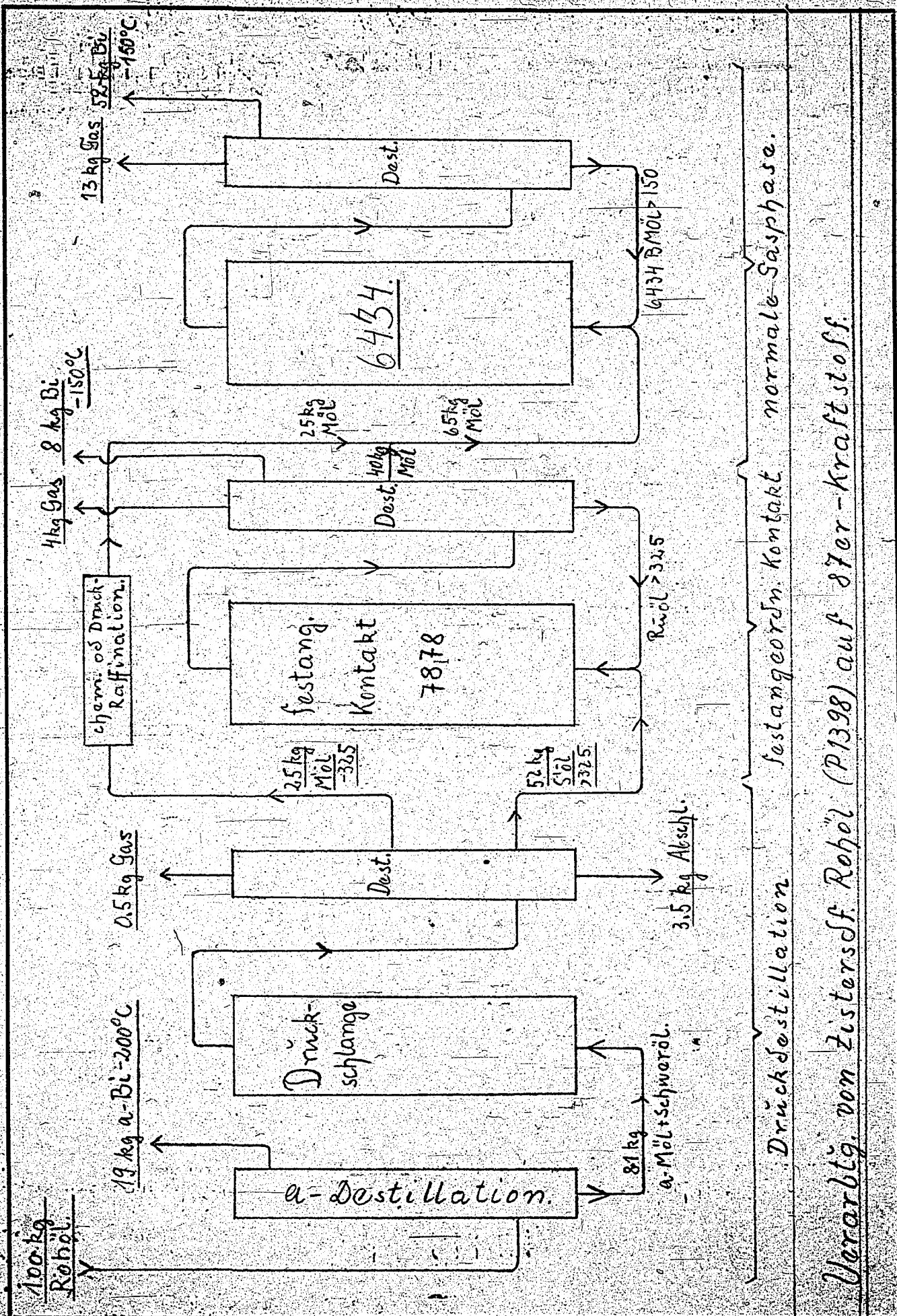
Prod.	Schwarzöl		Schweröl + M.öl	Schwarzöl
Ges.-Dw	0,6	0,8		
Frisch-Dw	0,6	0,8	0,53	0,48
T <sub>E</sub>	442		450	
T <sub>A</sub>	476			
R <sub>in</sub>	ohne	2:1	3:2	2:1



18808



# Fließ-Schema.



Verarb. v. Zisterosol (P1398) auf 87er-Kraftstoff.

Zurück an  
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

Verarbeitung von Böhleener Teer bei 250 atm  
in 10 Ltr.-Ofen.

In einem kurzen Versuch wurde Topprückstand über 325° aus Böhleener Teer (P 1238 v. 12.11.38) bei 250 atm mit Crude-Molybdän-Kontakt hydriert. Der Rückstand enthielt 4,4 % Asphalt und nur 0,05 % Benzolfestes. Der Versuch, dessen Ergebnisse nachstehend aufgeführt sind, verlief störungsfrei.

Bilanz-Nr.	1	2
Kontakt a. Frischöl %	0,4	0,4
Frischöl : Abstreifer-schweröl	57 : 43	57 : 43
Frischöl : Abschläm	1 : 0,5	1 : 0,5
Temperatur Vorheizger °C	476	461
" Ofen °C	476	480
Frischöldurchsatz	0,69	0,82
Gas cbm/kg Frischöl	3,0	3,1
Bi + Hi-Leistung neu	0,51	0,64
Vergasung a. Neuleistung % + Verg.	14,2	11,4
Asphaltabbau %	100	100

Der Teer ergab mit verhältnismäßig geringer Kontaktmenge eine ausgezeichnete Leistung und einen restlosen Abbau des Asphaltes. Die Steigerung der Ofentemperatur von 476 auf 480° führt zu einer Erhöhung der Leistung um 25 %, die Vergasung auf Neubildung + Vergasung wurde dadurch gesenkt. Mit 480° schien die oberste Grenze der Fahrbarkeit in 10 Ltr.-Ofen erreicht zu sein.

	10 Ltr.-Ofen	Böhlen
Kontakt %	0,4	unter 0,2
Vorheizger °C	469	448 - 458
Ofen °C	478	476 - 488
Leistung	0,61	0,35
Vergasung %	12,8	13 - 14

2/10 Th

Zu der wesentlich höheren Leistung des 10 Ltr.-Ofens haben beigetragen die höhere Kontaktmenge, die höhere Vorheiztemperatur und das etwas höhere Abschneiden des Ölgewinns (in Böhlen wurde auf 315 - 325° destilliert). Möglicherweise waren die in Böhlen verarbeiteten Teere auch etwas schlechter als die hier geprüfte Probe.

Das Benzol - 2000 lag mit dem Klopffwert 50,5 Res. in der Gegend der Erdölumpfbenzine und weit unter dem der Benzine aus der Verarbeitung von Brüxer Teer (72), von denen es sich durch seinen geringen Gehalt an Naphthenen, Aromaten und Ungesättigten unterschied. Der Einfluß des Rohstoffes war auch am Mittelöl zu erkennen, das wasserstoffreicher war und nur 0,6 % Phenole enthielt, sowie am geringen spezifischen Gewicht der Abstreiferschwerölfractionen.

Einer überschlägigen Rechnung nach wurden in einem einmaligen Durchgang durch den Ofen rd. 40 % des gesamten eingehenden Paraffins zerstört.

Die Versuche wurden durchgeführt  
von Dr. Krönig

gemeinsam mit Dr. v. Hartsmann  
Dr. Rank  
Dr. Scheiner

gez. Hupfer

" Leonhardt

Rückstandsaufarbeitung: Dr. Gies

Untersuchungen: Dr. Schiffmann  
Dr. Meier  
Dr. v. Pünser  
Dr. Lemme.

Versuchsverlauf.

Versuchsordnung.

Normales 10 Ltr.-Ofensystem

s. Versuchsbericht v. 5.2.43

Schlange 10 x 23 x 1200 H 8, 930 ccm Inhalt, Anfahrtag 20.6.39

Ofeninhalt: 7,8 Ltr.

Abscheider im Bleibad stehend mit Förderschnecke.

Ofen 411 vom 29.8.39 - 5.9.39.

Versuchsbericht.

29.8.39

Im Anschluß an Versuche mit Mischungen des P 1235 mit Erdölen (P 1338 bzw. P 1393) wird umgestellt auf P 1238 allein. Einfüllmischung: P 1238 v. 12.11.38 get. - 325°. Frischöl : Abschläm = 1 : 0,5, Frischöl : Abstreifer S'01 = 57 : 43. Kontakt: 0,5 % 5475 1) Oh 12 30%ig im Abstreiferschweröl auf Teer zum Brei gegeben. Durchsatz 5,2 kg/h Frischöl. Gas 2,5 obm je kg Frischöl, Druck 250 atm, Ofen- und Vorheizertemperatur maximal 25,0 mV 2). Abscheider 0,7 mV tiefer. Abschlämprozent 1-5. Demnach evtl. Durchsatz ändern. Rückstandsaufarbeitung: Abschläm geschwelt, Schwelöl mit Abstreifer zusammen destilliert auf Benzin -200°, Mittelöl 200-325° und Rückstand 325°.

30.8.

Die Abschlämrückführung wird auf 1 : 0,4 zurückgenommen. Der Abschläm fällt in gleichmäßiger Menge an, der Ofen schien danach sehr ruhig zu liegen.

Die Kontaktmenge wird auf 0,4 % vermindert.

Der Abschläm hat ein sehr gutes Aussehen.

31.8.

Die Abschlämrückführung wird wieder auf 1 : 0,5 vorgenommen.

Die Abschlämprozent liegen nun sehr unruhig. Das Fahren des dünnen Teeres erforderte eine reichlichere Abschlämrückführung, als das Fahren in Mischung mit Erdölen.

1.9.

Silenz 1

2.9.

Der Frischöldurchsatz von 5,2 kg erscheint sehr niedrig. Um ihn erhöhen zu können, muß die Ofentemperatur vorgenommen werden. Sie wird erhöht auf 25,2 mV, obgleich damit die optimale Temperatur überschritten wird. Der Durchsatz kann infolge der Temperaturerhöhung auf 5,4 kg vorgenommen werden.

1) Grude-Molybdän.

2) Klemmentemperatur 40°.

3.9. Der Durchsatz wird stufenweise weiter auf 6,0 kg vorgenommen.  
Die Abschlammprocente bleiben niedrig und die Farbe ist gut.

4.9. Der Durchsatz wird weiter auf 6,2 kg erhöht.  
Die Abschlammprocente sind negativ.

5.9. Bilanz 2

Die Temperatur von 25,2 mV scheint für diesen Rohstoff die allerhöchste Grenze zu sein, da sich der Ofen bei dieser Temperatur nur schwierig fahren lässt, während er bei 25,0 mV liegt.

Anschließend umgestellt auf neuen Versuch.

Tabellenverzeichnis:

**Tabelle 1 a - b Bilanzen**

- 2 **Untersuchung des Frischöls**
- 3 " " **Benzins**
- 4 " " **Mittelöls**
- 5 " " **Schweröls**
- 6 " **der Abschlämme**
- 7 **Benzinfraktionen**
- 8 **Elementaranalysen**
- 9 **Elementarbilanz**
- 10 **Verteilung des als KW vergastem C**
- 11 **Abwasseranalysen**
- 12 **Organisch gebundener Schwefel in Abgasen**
- 13 **Schwefelanalyse des Abschlamms**
- 14 **Paraffinbestimmungen**
- 15 **Siebenanalyse des Abschlamms**

Tabelle 1 a Bilanzen.

Bilanz-Nr.	1	2
Tag 1939	1,9	5,9
Schicht	a b e	a b e
Frishöl	P 1239 get. - 325	
Kontakt	v. 12.11.38	
% 5475 Gh. 12 30%ig	0,4	
Hückführung		
Frishöl : Abstreiferschweröl	57 : 43	
" : Abschläm	1 : 0,5	
Bedingungen		
Druck atm	250	
Vorheizertemperatur °C	476	461
Ofentemperatur °C	476	480
Abscheidertemperatur °C	464	468
Duro.satz kg Frishöl/Ltz./h	0,69	0,82
Gas cbm/kg Frishöl	3,03	3,13
Umdrehungszahl des Ofenrührers	38	
<u>Ergebnisse 1)</u>		
Rohbilanz aus/ein %	100,1	99,7
Ausbeute auf R. Fr.-Öl + H <sub>2</sub> -Verbrauch %	100,0	98,2
Prakt. Ölgewinn-(B1 + M1) Leistung	0,54	0,68
" " " Neuleistung	0,51	0,64
" " auf R. Fr.-Öl %	80,3	83,8
derin B1 -200° %	24,6	21,2
Schwerölüberschuß auf R. Fr.-Öl %	6,1	3,2
Vergasung auf prakt. Ölgew. + Verg. %	13,6	10,9
" " Neubildung " " %	14,2	11,4
Vergastes C auf C. V. Fr.-Öl %	12,9	10,4
davon als CO %	5,8	6,4
" " CO <sub>2</sub> %	0,2	1,1
Asphaltabbau %	100,0	100,0
Neuschläm auf Frishöl %	2,7	2,8
Wassersneubildung auf Frishöl %	2,7	2,9

800

1) gerechnet auf butanfreies Benzin.

Bilanzen

Tabelle 1 b Analysen des Anfalls.

Bilanz	1	2
<u>Abstreifer + Schwelöl</u>		
Spez. Gewicht/20°	0,894	0,895
Wasser %	0,4	0,6
- 200° %	13,6	11,8
200 - 325° %	35,6	39,4
<u>Abschlamm</u>		
Spez. Gewicht/50°	0,940	0,922
Festes %	13,0	11,6
Aesche im Festen %	44,4	46,6
200 - 325° %	16,1	19,5
n-Asphalt %	0,5	0,2



Tabelle 2. Untersuchung des Frischöls zu Bilanz 2

Spez. Gewicht/50°		0,950
Gew. Engler 260-325	%	4,1
R	"	100,0
Vakuumkurve bei mm		17
178-225°	%	14,5
Spez. Gew./40	%	0,934
225 - 275	%	42,3
Spez. Gew./60°		0,911
275 - 325	%	67,0
Spez. Gew./90°		0,900
R	%	100,0
Benzolfestes	%	0,05
Asche i. G.	%	0,02
s-Asphalt		4,4
- 325°	%	4,1

Tabelle 3 Benzinuntersuchung  
zu Bilanz 2

Benzin - 200° + Benzin + Butan

90 : 5 : 5

Spez. Gew./20°	0,750
Phenole %	1,5
A.P. °C	44,5
<u>entphenoliert</u>	mit 5% Dr.-Lösung + Schwefel, 2 x 1% H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 96%ig, dann NaOH, über NaOH destilliert
Raff. Verl. %	1,0
Wasch " %	1,0
Red. " %	5,1
Spez. Gew./20°	0,742
A.P. I °C	48,0
" Ia "	49,7
" II "	66,0
Dampfdruck	0,598
Cu-Streifen	corridiert
"-Schale	0,19 g Harz
Porz. Schale mg	2,4
Dr.-Test	negativ
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	2 - 3
ASTM	35-40
	50
	60
	70
	80
	90
	100
	110
	120
	130
	140
	150
	160
	170
	180
	190
	200
	210
	218
	R

Fraktion 80-100°

Spez. Gew./20° 0,681

A.P. °C 53,0

Fraktion 110-140°

Spez. Gew./20° 0,724

A.P. °C 48,2

Fraktion 150-180°

Spez. Gew./20° 0,768

A.P. °C 46,0

Fraktion 180-210°

Spez. Gew./20° 0,786

A.P. °C 45,5

Zusammensetzung

Paraffine % 71,0

Naphthene % 10,5

Aromaten % 15,5

unges. KW % 3,0

Klopffwert Res. 50,5

Tabelle 4 Mittelöluntersuchung  
zu Bilanz 2

Produkt >200° + Schwelöl		98,6 : 1,4
Spez. Gew./20°		0,921
<u>Mittelöl - 525°</u>	%	39,8
Spez. Gew./20		0,889
A.P.	°C	41,0
Phenole	%	0,6
unges. KW	%	8,5
Gew. Engler 235-250°		24,7
	275°	51,2
	300°	79,7
	325°	94,5
	355°	97,5
	R	100,0
Fraktion 240-240°		
Spez. Gew./20°		0,875
A.P.	°C	38,1
280-310°		
Spez. Gew./20°		0,897
A.P.	°C	44,1

Tabelle 5 Schweröluntersuchung  
zu Bilanz 2

Schweröl >325°		60,2 %
Spez. Gew./50°		0,925
Vakuumkurve bei mm		17
200-225°	%	40,1
Spez. Gew./40°		0,922
-275°	%	88,4
Spez. Gew./60°		0,912
-325°		97,7
Spez. Gew./90°		0,913
R	%	100,0

**Tabelle 6 Untersuchung der Abschlammele  
zu Bilanz 2**

Abschlammele

Spez. Gew./50°		0,922
Gew. Engler		
195-325°	%	19,5
R	%	100,0

Mittelöl -325° (22,1%)

Spez. Gew./20°		0,885
Phenole	%	0,1
unges. KW	%	8,0
A.P.	°C	38,8

Gew. Engler

194-225°		7,6
250°		23,7
275°		51,0
300°		79,7
325°		95,1
332°		97,5
R		100,0

Fraktion 210-230°

Spez. Gew./20°		0,841
A.P.	°C	37,7

Fraktion 240-270°

Spez. Gew./20°		0,874
A.P.	°C	36,8

Fraktion 280-310°

Spez. Gew./20°		0,901
A.P.	°C	41,3

Schweröl >325° (77,9%)

Vakuumkurve bei mm

192-225°	%	27,3
Spez. Gew./40°		0,928
225-275°	%	74,2
Spez. Gew./60°		0,924
275-325°	%	89,4
Spez. Gew./90°		0,929
R	%	100,0

Tabelle 7 Benzinfraktionen.

Benzin - 200°

+ Pentan + Butan (1221 : 62 : 67) raff.

Fraktion	I	II	III	IV	V
Temperatur	-79°	79-124°	124-154°	154-180°	> 180
Gew. %	20,0	19,9	20,1	19,8	20,1
Spez. Gew.	0,644/10	0,716/20	0,754/20	0,777/20	0,803/20
A.P. I °C	--	+ 50,0	+ 46,5	+ 46,8	+ 47,5
" II "	--	+ 62,5	+ 65,2	+ 68,0	+ 71,6
anges. KW %	--	4,0	4,0	3,0	5,5
Klopfwerts:					
Res.	80,0	54,5	43,0	39,5	20,5
Motor	78,0	52,5	45,5	38,0	30,0

Tabelle 8 Elementaranalysen.

Produkt	Frisch- öl P 1238	Benzin -200	Mittel- öl 200-325°	S'öl aus Ab- streifer + Schwal- öl >325°	S'öl aus Abstrai- fer >325°	Abschlamm- öl	Festes aus Abschlamm
Asche %							44,75
C "	84,36	85,15	87,45	88,27	88,47	88,13	49,91
H "	10,67	14,27	11,81	10,33	10,78	10,58	1,91
O "	3,36	0,38	0,37	0,68	0,38	0,63	0
N "	0,24	0,15	0,20	0,26	0,12	0,22	0,83
S fl. "							4,09
S ges. "	1,36	0,048	0,17	0,46	0,25	0,24	9,87
H disp. "	12,00	16,68	13,38	11,47	12,10	11,83	—

Tabelle 9

Elementar-Bilanz  
zu Bilanz 2

	C g/h	H g/h	O g/h	N g/h	S g/h
<u>Ein:</u>					
Frisch	5405	684	215	15,4	87,1
Kontakt	16	1	5	0,2	4,2
Eingangs-Gas	35	169	11	—	—
<b>Gesamteingang</b>	<b>5456</b>	<b>854</b>	<b>231</b>	<b>15,6</b>	<b>91,3</b>
<u>Aus:</u>					
Benzin	1150	195	5	2,1	0,7
Mittelöl	3055	412	13	3,7	5,9
Schweröl	442	39	3	0,6	3,5
Abschlammöl	140	17	1	0,4	0,4
Abschlammfestes	10	1	—	0,2	2,1
Abwasser	1	20	180	78	7,8
Gas im Prod. gelöst	50	10	—	—	—
Ofengas	444	122	27	—	34,7
Abstreifergas	152	37	2	0,5	34,2
Abschlammgas	12	3	—	0,3	2,0
<b>Gesamtausgang</b>	<b>5456</b>	<b>854</b>	<b>231</b>	<b>15,6</b>	<b>91,3</b>
<b>% Aus / Ein der unkorrigierten Bilanz</b>	<b>100,6</b>		<b>95,0</b>	<b>131,5</b>	<b>99,4</b>
<p>Korrekturen: C-Bilanz: Eingangsposten  O- " : Abwasser  H- " : Ausgang H<sub>2</sub>O und Mittelöl  S- " : Abstreifergas.</p>					

Tabelle 10 Verteilung des als KW vergastem C 1)  
zu Bilanz 2

als C 1 - KW	%	31,5
" C 2 - "	"	15,7
" C 3 - "	"	31,3
" C 4 - "	"	21,5
Ungesättigte von C <sub>2</sub>	%	4,1
" " C <sub>3</sub>	"	7,3
" " C <sub>4</sub>	"	11,4
" " C <sub>1-C<sub>4</sub></sub>	"	5,4

1) berechnet auf butanfreies Ben in

Tabelle 11 Abwasseranalysen

Bilanz	1	2
CO <sub>2</sub> g/kg	8,56	10,8
NH <sub>3</sub>	—	51,5
H <sub>2</sub> S	—	31,8
Cl	0,135	0,18



Tabelle 12

Organisch gebundener Schwefel in Abgasen  
zu Bilanz 2

	mg S/m <sup>3</sup>
Ofengas	31,05
Abschlammgas	14,67
Produktgas	verunglückt

Tabelle 13

Abschlammschwelung

Bilanz-Nr.	Labor	Betrieb	
	2	1	2
Teer	84,3 %	80,0	75,0
Koks	11,7 %	16,0	22,0
H <sub>2</sub> O	1,0 %	) 4,0	3,0
Gas und Verlust	3,0 %		
Schwelöl a. Öl in Abschlamm	95,6	91,8	85,0

Tabelle 14

Paraffinbestimmungen zu Bilanz 2

Frischöl	18,2 %
Abstreifer + Schwelöl	15,0 %
Abschlammöl	16,5 %

Tabelle 15

Siebanalyse vom Abschlamm zu Bilanz 2

Rückstand auf 4900er Sieb	%	0,9
" " 10000er "	%	1,8
" " 12000er "	%	0,9
" " 16900er "	%	1,8
Durchgang durch "	%	94,6
	%	100,0

807

(21)

Besprechung in Pölitz am 25. 11. 42  
betr. Teerkammern mit Brüxer Teer.

Zurück an  
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

In Pölitz fahren zwei Kammern (K 11, K 12) mit Brüxer Teer (angestoppter EGK + Zinkteer). K 12 ist seit Mitte August mit Unterbrechungen in Betrieb. K 11 wurde am 8. 11. von Erdöl auf Brüxer Teer umgestellt. Diese Kammer fiel am 19. 11. 42 wegen Verkokung des Heißabscheiders aus.

Die Leistung ist sehr schlecht (Leistung 0,2) wegen der niedrigen Temperaturlage. Der Grund hierfür ist die Verschlechterung des Wärmeüberganges in den Regeneratoren. In Abbildung 1 ist das Schalt-schema der Kammer wiedergegeben. Das auf Tabelle 2 aufgeschriebene Temperaturbild der Kammer zeigt die Lage der Temperaturen an der K 12 am 18. 8., also in der Anfangszeit, und am 25. 11. 42, nachdem die K-Werte der Regeneratoren abgefallen waren.

Tabelle 2.

Temperaturlage der Kammer am Anfang der Betriebsperiode und heute

	18.8.42 K 12 10 Std.	25.11.42 K 12 10 Std.
Eingang Reg. 3	4,1 mV	3,7 mV
" " 2	13,2 "	7,3 "
" " 1	17,8 "	8,7 "
Ausgang " 1	22,2 "	15,4 "
E144	22,2 "	21,5 "
Ofen 2	102	22,6 "
	104	22,7 "
	106	22,7 "
	108	22,8 "
	110	22,9 "
	112	23,0 "
E 244	23,4 "	22,4 "
Ofen 2	24,1 "	23,1 "
	konstant	steigend bis 23,2
E 344	23,6 mV	22,7 mV
Ofen 3	24,1 "	23,1 "
	konstant	steigend bis 23,2 mV
E 444	23,2 mV	22,4 mV
Ofen 4	23,7 "	22,9 "
	steigend bis 23,8	fallend bis 22,8 mV
Abscheider Ausg.		
oben	22,6 mV	21,4 mV
unten	22,6 "	21,5 "

20. 8. 42

Man sieht daraus, dass zur Zeit alle 3 Regeneratoren schlecht sind. Ausgang Reg. 1 nur 14,5 mV gegenüber 22,2 mV anfänglich. Infolgedessen muss der Vorheizer jetzt die weitere Aufheizung übernehmen. Trotzdem er ganz ausgefahren ist, wird jedoch nur eine Temperatur von 21,5 mV (bei 144) erreicht. Diese Temperatur reicht nicht, um in den Ofen ausreichende Temperaturen zu erzielen.

Ofen 1	fährt mit einer durchschnittlichen Temperatur von	21,7 mV
" 2	" " " " " "	23,2 "
" 3	" " " " " "	23,2 "
" 4	" " " " " "	22,9 "

Dabei ist die Belastung der Kammern zur Zeit ausserordentlich gering. Es wird kein Kaltgas zugegeben, wie aus den auf Tabelle 3 wiedergegebenen Betriebsbedingungen hervorgeht.

Tabelle 3.  
Betriebsbedingungen der Kammer.

	18. 6. 42	25. 11. 42
Einspritzung über Reg. direkt in Vorheizer 2. Gasse	10 cbm 6 "	8 cbm 3,5 "
d/50	16 cbm	11,5 cbm
Benzolunlösliches Asphalt	ca. 1,01 ca. 2%	ca. 1,01 ca. 0,8-2
Vakuumrückstand > 325°	9-11%	19%
Verhältnis Frischprodukt : Schwerölrückführung 1)	12%	14%
Durchs. an Frischprodukt Kaltabschlammrückführung	70:30 0,32	60:40 0,2
Kaltabschlamm : Frischöl	7,5 cbm 0,67:1	8 cbm 1,15:1
Eingangsgas über Regen. direkt in Vorheizer zweite Gasse	26000 cbm 4000 "	26 000 cbm 4 000 "
Kaltgas	30000 cbm	30 000 cbm
Verhältnis Gas:Frischöl m <sup>3</sup> /kg	0	0
Druck atm Eingang	2,6	4,3
Ausgang	527	623
Kontaktbreiungabe ltr/h	610	600
Kontakt bezogen auf Frischöl	550	500
Crude-Eisenkontakt	1,5 %	1,5 %
Schwefel	0,5 %	0,5 %
Abschlammfall d/100°	ca. 10,2 cbm 1,10	ca. 9,6 cbm 1,10
% Festes im Öl-325°	ca. 20 14-16%	ca. 20 12 %
Asphalt im Öl	0,4-0,6	0,9-1,1
Vakuumrückstand > 325°	10-12	1-6
Abschlammfarbe	olivgrün	olivgrün

1) Da die Abstreifer der Kohle- und Teerkammern gemeinsam destilliert werden, stammt das Schweröl zum grössten Teil aus der Steinkohle.

Fortsetzung der Tabelle 3:

	18. 8. 42	25.11.42
Auftreiferanfall o. Wasser	18,5 cbm	13,1 cbm
dg	0,965	0,965
% 3250	ca. 45%	ca. 41-45
Ne abschlamm ltr/n	500-600	400
bez. a. Frischtee	ca. 6%	6%
Gesamtleistung	10,3	unter 0,2
Vergasung	15%	17%

Wie aus dem Asphaltabbau hervorgeht, sind die Hydrierbedingungen sehr gut, sodass die Kontaktzugabe verringert werden könnte.

Der Feststoffgehalt (Benzolunlösliches) in der Einspritzung ist mit 1-2% verhältnismässig hoch. Es kommen nach der Tagesanalyse sogar Werte von 2-5% vor. Nachdem sowohl der Kaltabschlamm als auch der Kontaktbrei nicht über die Regeneration gefahren werden, ist möglicherweise das Abklingen der Regeneratoren hieraus, d.h. auf polymerisierende Stoffe oder den Aschegehalt, zurückzuführen. Es ist daher für Brück zu prüfen, ob sich der Teer filtrieren lässt und ob damit die in Ludwigshafen beobachteten Schwierigkeiten durch die Eisenaufnahme des Teeres verhindert werden können. Die Analysen der Krusten im Regenerator und Vorheizer der K 11 werden gleichfalls einen Hinweis hierfür geben. Der Wärmeübergang in den Regeneratoren sinkt innerhalb 4 Wochen ab.

Regenerator 1 von 180 auf 80 in 21 Tagen,  
2-3 " 150 " 50 " 28 "

und zwar nacheinander, indem zuerst der K-Wert im kalten Regenerator, dann Regenerator 2 und jetzt auch Regenerator 3 abfällt. An der Druckdifferenz ist ein leichtes Ansteigen in den Regenerator und Vorheizer zu bemerken. Die Besichtigung des Vorheizerausbaues der K 11 zeigte ausser dem Schwefeleisenbelag geringe Ansätze von 2-3 mm von Koksabsetzungen (kalte Gasse - heisse Gasse) und verkrustete Feststoffe. Untersuchungen der Ansätze werden durchgeführt. Die K 11 war 6 Wochen mit Brücker Teer in Betrieb. Demgegenüber hatte ein früherer Ausbau des Vorheizers von K 12 nach vierwöchentlichem Betrieb ausser dünnen FeS-Krusten von 1 mm keine Ansätze gezeigt. Die Regeneratoren waren noch nicht ausgebaut. Die Ofen waren sauber, der Heissabscheider verkrustet. Dies wird von H. Schmidt auf den Stromausfall zurückgeführt. Damals konnte die Kammer nicht mehr entschlammt werden. Der Heissumlauf war bei beiden Kammern gleich zu Anfang ausgefallen. Bemerkenswert am Ausbau der K 11 ist noch der Coronenansatz im Kühler. Der Vorschlag von Herrn Dipl. Ing. Schappert, den Kaltabschlamm für sich in einigen Haarnadeln vorzuheizen, lässt sich nicht durchführen, da Verkrustungen befürchtet werden. Solche wurden bei der Verarbeitung von Erdöl (am 17.7.42) an Übertemperaturen im Vorheizer beobachtet.

Die Prüfung von Herrn Dipl. Ing. Berke hatte ergeben, dass die Schaltung von 1 Gas- und 2 Produkt-Regeneratoren wärmetechnisch ungünstiger ist als von 3 Produktregeneratoren. Da jedoch diese Berechnungen nicht mit Berücksichtigung des starken Abfalls der K-Werte gemacht wurden, wird für den Ausbau der K 11 doch 1 Gasregenerator

1) Es wird empfohlen, den 2. Zusatz...  
und n... im Vorheizer zuzusetzen.

vorgesehen. Auf diese Weise bleibt jedenfalls 1 Regenerator von 3  
sauber und auf Wärmeleistung  
konstanter

Zusammenfassung.

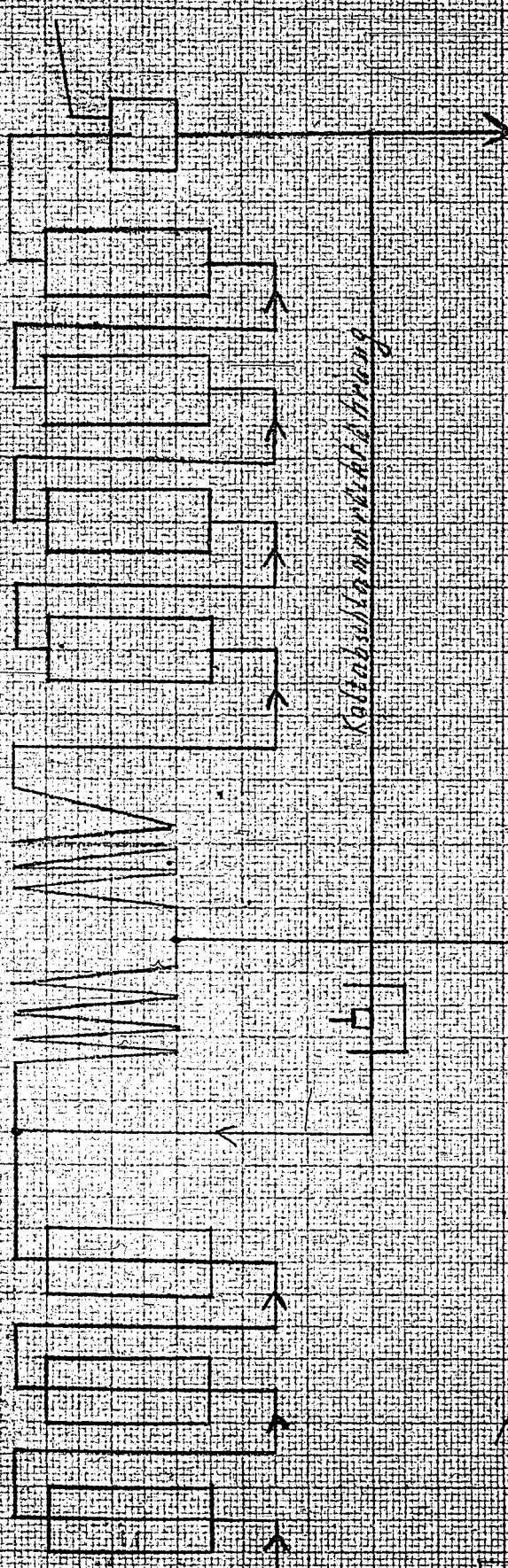
Da sich die Filtrierung des Teeres in Pölitz nicht durchführen  
lässt, ist zu hoffen, dass mit der Verarbeitung des jeweils frisch  
ankommenden Teeres bei der Verwendung von 1 Gasregenerator und 2  
e Ofen Produktregeneratoren besser auf Temperatur kommen und somit wenig-  
stens eine Gesamtleistung von 0,3 - 0,35 längere Zeit gehalten wer-  
den kann. Darüber hinaus wird sich die Leistung wegen des hohen Mittel-  
gehaltes nicht steigern lassen.

Für Brax sind hinsichtlich Heissabscheider-Verkokungen und des  
Ausfalls der Heissumlaufpumpen geringere Schwierigkeiten zu be-  
furchten, da der Abschlam dickere, d.h. mehr Vakuumrückstand und  
Asphalt enthalten wird.

gez. Becker.

Abb. 4.

Schaltplan der Kap.



Kaltabstimmungsvorrichtung

Erde

Erde



Zurück an  
Vorzimmer Dir. Dr. Pler

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

### Zusammenfassung

- 1.) Steinkohleverflüssigungsmittelöl Scholven (P 1271), 180-325°C, wurde mit NaOH und  $\frac{1}{10}$  H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> in saure Bestandteile, basische Bestandteile und Restöl zerlegt. 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 54 % in Benzin -150°C über. Das Benzin ist in allen seinen Eigenschaften praktisch identisch mit dem Vorhydrier-Benzin aus P 1271. 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 genügende 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. Rotter	Dr. Lajus
D.C. Trofimow	Dr. Wittmann

*done*

A) Zweck und Art der Versuche.

Bei der Vorhydrierung von P 1271 (= Steinkohleverflüssigungsmittelöl Scholven) mit Fonerde-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 liegen 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 Fragen 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 2 / 1) 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 % OS <sub>2</sub> 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 besseren Siedeverhaltens 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 solch 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 Bräker Teer.

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 Klopffzahl 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. Das bei der Verarbeitung von P 1271 aus Basen entstehende Vorhydrierbenzin 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 Feldergrenze) etwas geringer geworden.

gez. Günther

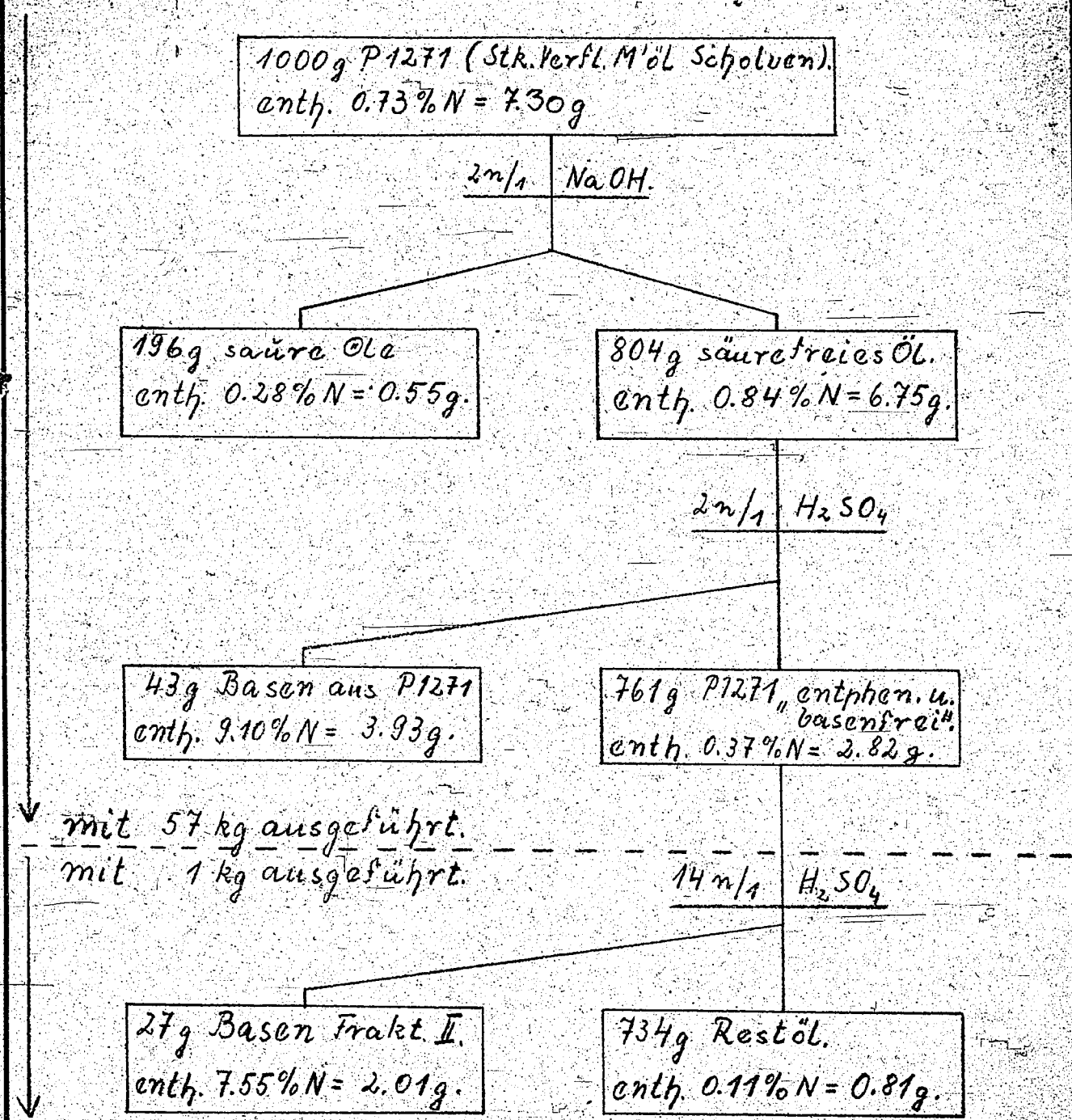
Tabelle.

Vorhydrierung verschiedener Öle aus P 1271.

Spalte	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Betriebstag	1 - 3.	-	4 - 8	9 - 13	14 - 20	21 - 22	23 - 27	28 - 29	30 - 32
Ausgangsprodukt	P 1271	P 1271	P 1271 entphen. und basenfrei	saure Öle aus P 1271	P 1271 entphen. und basenfrei	Basen aus P 2171	P 1271 entphen. und basenfrei	P 1271 entphen.	P 1271
Spez. Gewicht Anfall	0,848	0,856	0,870	0,804	0,880	0,824	0,878	0,882	0,866
Anilinpunkt	46	42	48	44	39	28	40	39	42
Benzin $-150^{\circ}\text{C}$ : % i. Anfall	9	14	0	64	0	40	0	1	7
spez. Gewicht	0,775	0,770	-	0,774	-	0,780	-	-	-
Anilinpunkt I/II	39/42	37/41	-	40/42	-	30/45	-	-	-
Siedebeginn	95	85	-	95	-	94	-	-	-
% - $100^{\circ}\text{C}$	6	34	-	6	-	6	-	-	-
% - $110^{\circ}\text{C}$	45	57	-	47	-	42	-	-	-
% - $120^{\circ}\text{C}$	72	81	-	71	-	68	-	-	-
% - $150^{\circ}\text{C}$	96	98	-	94	-	95	-	-	-
Siedende	159/98	156/99	-	161/98	-	160/98	-	-	-
% Paraffine	6	3	-	6	-	15	-	-	-
% Naphtene	91	93	-	92	-	67	-	-	-
% Aromaten	3	4	-	2	-	18	-	-	-
% Ungesättigte	0	0	-	0	-	0	-	-	-
OZ Motor	67,0	71,0	-	66,5	-	66,5	-	-	-
Motor + 0,09 % Pb	85,0	-	-	84,5	-	84,0	-	-	-
Motor + 0,12 % Pb	86,0	-	-	86,0	-	85,5	-	-	-
Jodzahl	-	0,5	-	0,4	-	5,5	-	-	-
Mittelöl $>150^{\circ}\text{C}$ : % i. Anfall	91	86	100	36	100	60	100	99	93
Anilinpunkt	48	44	48	49	39	25	40	39	42
% Ausgangsprodukt im P 1271	100,0	100,0	0,0	19,6	0,0	4,3	0,0	8,0	7,0
gibt bei P 1271 .... % B1 -150	9,0	14,0	0,0	12,5	0,0	1,7	0,0	0,8	7,0
Bemerkungen	Das verwendete P 1271 ist etwas arm an tiefsiedenden Mittelölanteilen. Deshalb wird nur wenig Benzin erhalten u. dies mit ziemlich schlechter Oktanzahl		Ergebnisse mit einem anderen P 1271 (Ähnliche Zahlen wurden als Kalkulationsunterlagen benutzt)			Kontakt ist durch die Periode 9-13. Betriebstag deutlich geschädigt (Vgl. Spalte 3).		siehe Spalte 1 u. 2	

C10

Aufarbeitung von Steinkohl-Verfl.-M'öl in saure Verbindungen  
Basen und Restöl.



817

Vapor Phase (2)

Hochdruckversuche  
Lu 558.

16. April 1943. Do/Le.

Zurück an  
Vorzimmer Dir. Dr. Pier  
Betr. Vortrag Frankfurt.

Methylcyclopentan aus Benzol bzw. Cyclohexan.

(Vgl. Zusammenstellung 182121 v.17.2.41-Do-No)

Zur Herstellung von Methylcyclopentan wurden Benzol, Cyclohexan und Mischungen beider über 1 Ltr. K 5058 bei 250 atm H<sub>2</sub>-Druck bei 390 - 408° C gefahren. Der Durchsatz war 1 kg/Ltr. Stde., die Gasmenge 2,5 cbm/kg, es wurden 0,5 % CS<sub>2</sub> zugesetzt.<sup>2)</sup>

Die Berechnung des Gleichgewichts<sup>1)</sup> ergibt, wie die Abb. 1 zeigt, mit zunehmender Temperatur zwar eine zunehmende Methylcyclopentanbildung, die aber in dem Arbeitsbereich des 5058 noch nicht vollständig ist. Um reines Methylcyclopentan zu erhalten, muss also eine Trennung auch dann erfolgen, wenn das Gleichgewicht sich schon völlig eingestellt hat. Das Anfallprodukt wurde daher kontinuierlich in einer 4 m Raschigringkolonne in Vorlauf und Methylcyclopentan S.P. 72° und Cyclohexan S.P. 80° zerlegt.

Die erhaltenen Versuchsergebnisse enthält die Anlage, die wichtigsten Daten sind in der folgenden Tabelle zusammengestellt:

Ausgangsmaterial	Cyclohexan	Benzol
Temperatur °C	408	408
Durchsatz kg/l. Stde.	1,0	1,0
Gesamtdruck atm	250	250
Produktpartialdruck	27	27
Verweilzeit Sek.	140	140
<u>Zusammensetzung des Endprodukts<sup>2)</sup></u>		
% Spaltprodukte C <sub>1</sub> -C <sub>5</sub>	8	9
% Hexane	10	6
% Methylcyclopentan	69	63
% Cyclohexan	13	16
% Benzol	-	6
<u>Selektivität der Isomerisierung</u>		
% Methylcyclopentan auf umgewandelten Sechsering	79	81
<u>Isomerisierungsgrad</u>		
% Methylcyclopentan auf Methylcyclopentan + Cyclohexan	84	80
dito berechnet <sup>1)</sup>	88 ± 7	88 ± 7

1) Nach Glasebrook u. Lovell J. Amer. Chem. Soc. 61, 1717-20, 1939 und Moore u. Parks ebenda 61, 2561, 1939; die Berechnung wurde grösstenteils von H. Dr. v. Müffling durchgeführt.

2) Einschliesslich der Rückführung.

3) Kat. Isomerisierung von Cyclohexan an MoS<sub>2</sub> vgl. auch F. Ando C. 1940, I, 2624.

21821

Man sieht aus diesen Zahlen, dass unter den gewählten Bedingungen sich das Cyclohexan - Methylcyclopentan-Gleichgewicht praktisch einstellt, sowohl wenn man vom Cyclohexan als auch vom Benzol ausgeht. Ausserdem entstehen je etwa 10 % Hexane und niedrigere Kohlenwasserstoffe.

Durch diese isomerisierende Behandlung über K 5058 wird das Überladeverhalten des Cyclohexans verbessert. Es seien folgende Werte aus der Überladekurve (vgl. T.Pr. S 1030 Vers.No.146-149) angeführt:

	$p_{me}$ in atm bei $\varepsilon = 6,5$ u. $130^{\circ}$ Lufttemp.	
	$\lambda = 0,8$	$\lambda = 1,1$
Cyclohexan	17,5	9,5
Isomerisierungsprodukt	19,0	11,5
Zum Vergleich $C_3$	18,5	11,0

Das Isomerisierungsprodukt hat also, obwohl es aromatenfrei ist, mindestens die gleiche Überladekurve wie  $C_3$ , seine Oktanzahl ist nach Mot.Meth. 76 und mit 0,12 Pb 94.

Aus Xylol wird unter den gleichen Bedingungen ein Isomerisierungsprodukt erhalten, das etwa gleiche Teile Dimethylcyclopentane und Methylcyclohexan (oder Äthylcyclopentan) enthält. Die Ringverengung ist hier gleichzeitig mit der Abspaltung einer Methylgruppe verknüpft. Ob sich diese Abspaltung unter mildereren Bedingungen vermeiden lässt, müsste noch geprüft werden. Das erhaltene Isomerisierungsprodukt hat die OZ. Mot.Meth. 71,5 und mit 0,12 Pb 87,5.

Tetralin wird schon bei  $360^{\circ}$  in hohem Masse umgesetzt, jedoch waren die Reaktionsprodukte sehr vielfältig. Genauere Angaben über den Anteil einzelner Kohlenwasserstoffe am Endprodukt können nicht gemacht werden ausser der Feststellung, dass praktisch alle Aromaten aufhydriert sind. Bei  $408^{\circ}$  ist die Spaltung aber schon so stark, dass etwa 25 % Anteile  $-100^{\circ}$  entstehen. Das Benzin  $-170^{\circ}$  (mit 50 %  $-100^{\circ}$ ) hat die für 5058 recht gute OZ. von 71,5 Res.Meth. bzw. 69,5 Mot.Meth. und 89 Mot.Meth. + 0,12 Pb.

gez. Donath  
gez. Reitz.

Gemeinsam mit  
H. Lajus  
Nonnenmacher.

Anlage 1.

Ausgangsmaterial	Cyclohexan - Benzol <sup>4)</sup>		Zum Vergleich Cyclohexan Methylcyclopentan	
Datum Ofen 316	12.-13.1.41	16.1.41		
Temperatur	390 <sup>5)</sup> 408°	360 <sup>5)</sup> 408°		
Durchsatz	1,0	1,0		
% Rückführung	~ 50 %	~ 10 %		
% Vergasung/Durchsatz	3 %	4 %		
Im Anfall % Destillat (Methylcyclopentan + Vorlauf)	45 bis max. 90 %	ca. 65%		
<u>Destillat</u>				
Spez. Gewicht	ca. 0,73	0,741	0,778	0,747
n.D.	ca. 1,405	1,410	1,4270	1,4101
AP I/II	ca. 40/40	33/40	+28	-
% Aromaten	0	7		
Siedebeginn	67°	63°		
50 % P.	72°	70°	S.P. 80°	S.P. 72°
Ep.	77°	74°		
Im Destillat (Feinzerlegung)				
% Methylcyclopentan	62)	65)		
% Vorlauf (Hexane)	30)	18)		
% Rückstand (Cyclohexan)	8	17)		
O.Z. Res./Mot./Mot.+0,12 Pb	83/76/94	87,5/76/95		
<u>Rückstand</u>				
Spez. Gewicht	0,753	0,762		
n.D.	1,416	1,419		
AP. I/II	34/35	32/36		
% Aromaten	-	5		
S.B.	73	75		
50 % P.	75	79		
Ep.	86	ca. 150°		
% Methylcyclopentan geschätzt	ca. 80	ca. 65		
% Methylcyclopentan auf Methylcyclopentan + Cyclohexan im Anfall	84	80		

- 1) Hiervon ca. 65 % n-Hexan
- 2) " " 55 % "
- 3) " " 40 % Benzol
- 4) Mit 10 % Cyclohexanzusatz zur Erniedrigung des Stockpunktes von etwa 30° bei 250 atm.
- 5) Ofeneingang.

lapor φ (3)

Aromatisierung von Steinkohleverflüssigungsmittelöl  
bei 600 atm.

Die anliegende Tabelle enthält bis jetzt vorliegende typische Werte von Versuchen mit 1-2 und 40 Ltr. Kontakt mit Steinkohleverflüssigungsmittelöl. Es zeigte sich, wie bei der 250 atm Aromatisierung, daß Leistung und Vergasung dem Aromatengehalt des Benzins entgegengesetzt verlaufen.

Es gelingt, Benzine mit 39-44 Gew.% Aromaten mit einer Leistung von 0,4 und darüber und 16-20% Vergasung (Anfangswerte 16%, die Vergasung steigt anscheinend im Laufe der Versuche) bei 600 atm mit Kontakten auf Basis Bleicherde zu erhalten.

Benzine mit etwa 58 Gew.% Aromaten wurden mit Bleicherde-Kontakt bei  $H_2$ -Drucken unter 430 atm bzw. mit über 60 Gew.% Aromaten mit Katalysatoren auf Basis des synthetischen Aluminiumsilikats bei 550 atm  $H_2$ -Druck erhalten. Hierbei war die Leistung 0,27 - 0,34 und die Vergasung 19,5 % bei Terrana und 24 % bei Aluminium-Silikat-Kontakt.

Die Benzine mit 42-46 Gew.% Aromaten + Olefine (38-42 Vol.%) lagen in ihrer Überladekurve (vgl. Z'stellung Do - Rtz v. 12.3.41 No. 18 348i) im Minimum um 1 atm unter  $C_3$ . Dies ist auf Grund der Restbenzin-Oktanzahlen von rund 70 gegenüber 76 bei  $C_2$  zu erwarten. Für die neuerdings erhaltenen Benzine mit über 50 Gew.% Aromaten liegen Überladekurven noch nicht vor. Auf Grund der Restbenzin O.Z. von rund 70 (tiefster Wert 67,5) ist eine Überladekurve wie bei  $CV_2b$  oder etwas besser zu erwarten.

Über das Abklingen der Kontakte kann bisher nach Laufzeiten von maximal 800 Std. (= 33 Tage) nichts endgültiges ausgesagt werden. Ein leichtes Nachlassen der Aktivität (Notwendigkeit einer Temperatur-Steigerung) war in allen Fällen festzustellen. Immerhin erscheint es auf Grund der Versuche wahrscheinlich, daß man Betriebszeiten von 1/2 Jahr erreicht.

18407

Zusammenfassend ist auf Grund der bisherigen Aromatisierungsversuche in 1-2 und 40 Ltr-Öfen beim Arbeiten auf 50 Vol.% Aromaten ein Vorteil der 700 atm Aromatisierung hinsichtlich Leistung nicht festzustellen. Die Vergasung liegt mit 19,5 % wenig tiefer als bei 300 atm mit 22 %. Gegenüber 7019 hat das Restbenzin eine bessere Oktanzahl (ca. 69 gegen 64), jedoch dürfte bei Anwendung eines Bleicherde-Trägers auch bei 300 atm die Restbenzin O.Z. besser werden. Mit dem Welheim-Kontakt konnten bei Steinkohleverflüssigungsmittelöl bisher 50 Vol.% Aromaten nicht erreicht werden.

gez. Donath

" Reitz



Kontaktzusammensetzung.

Kontaktbezeichnung	Welheim-Kontakt	7977	7984	8025	7019
Zusammensetzung	Bleich- erde	Bleich- erde	Bleich- erde	Al-Sili- kat	A-Kohle
	2,2% Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5 Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	10 Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	5 Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	15 Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
	5,6% ZnO	5 ZnO	5 ZnO	5 ZnO	5 V <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
	0,5% MoO <sub>3</sub>	1 MgWO <sub>4</sub>	1 MgWO <sub>4</sub>	0,3 MoO <sub>3</sub>	
	5% P				
Schüttgewicht kg/Ltr.	0,6	0,7	0,7	0,7	0,65

Aromatisierung von Steinkohlenverflüssigungs-Mittelöl.

	600	600	600	450	520	600	300	Zum Vergleich Pechmittelöl 600 v <sup>m</sup>
	Welheim-Kon-	K. 7977		K. 7 9 8 4		K. 8025	K. 7019	
Gesamtdruck								
Kontakt	560	560	520	350	430	550	230	706 b
H <sub>2</sub> -Druck	2 Ltr.	1 Ltr.	40 Ltr.			1 Ltr.		Produkt Welheim
Ofengröße	506	204	340	660	800	154		
Betriebsstunden								(25,5) <sup>2)</sup>
Temperatur MV	25,5	27	25,6	26,4	26,7	26,5	26,5	(1,0) <sup>2)</sup>
Durchsatz	1,1	1,0	0,95	0,95	0,95	1,0	1,0	3
cbm Gas/kg Einspritzung	3	3	3	2,5	3,0	3	3	
% Frischöl	50	50	50	40	40	50	~40	(-45°) <sup>2)</sup>
A.P. Frischöl	-20°	-17°	-27°	-27°	-27°	-19°	-20°	
Benzin								(~0,4) <sup>2)</sup>
Leistung	0,44	0,42	0,35	0,27	0,3	0,34	~0,25-0,3	(17-19?) <sup>2)</sup>
Vergasung / Bi + Vergasung	20,5	15,5 <sup>1)</sup>	16,5 <sup>1)</sup>	19,5	19,5	24	22	0,802
Spez. Gew.	0,776	0,795	0,774	0,800	0,802	0,808	0,803	1,5/48
A.P. I/II	14,5/50,5	7,5/50	13/49,5	-5,5/47,5	-9,5/47	-10/50,5	-7/48	43
S.B.	39	49	42	66	44	52	50	8
% - 70°	9	4	10	3	4	2	4	41
% - 100°	35	29	42	34	36	24	32	88
% - 150°	85	79	89	87	89	81	87	169
Endpunkt	165	188	165	171	170	174	165	47
Gew.% Aromaten korrigiert	38,5	40	39	58	61	64	55	(44)
(nach A.P., nicht korrigiert)	(34)	(40,5)	(35)	(51)	(54)	(57,5)	(55)	4,3
Jodzahl	5,6	8,0	4,8	5,4	---	5,0	2-5	92,5
O.Z. Res.-Methode	90	91	88	95,5	---	95,5	89	76,5 <sup>3)</sup>
O.Z. Motor-Methode (Korr) <sup>x)</sup>	78	77,5	76	82,0	---	80	80 <sup>3)</sup>	90,5 <sup>3)</sup>
O.Z. " " + 0,12 Pb(korr)	89,5	89	89	88	---	90	92 <sup>3)</sup>	
Restbenzin								55
% - 100°	(41)	38	(48)			42	44	165
Endpunkt	(171)	181	(172)			172	165	69
O.Z. M.M.	(69)	68,5	(72)			67,5	64	86
" " " " 0,12 Pb	(89)	88	(90)			87	83	
b-Mittelöl								
Spez. Gewicht	0,910	0,904	0,943	0,954	0,952	0,935	0,875	
Anilinpunkt	-19	-17	-28	-38	-39	-32	-10	
S.B.	188	178	188	185	186	192	175	
% - 250°	83	79	74	79	73	76		
Endpunkt	300	317	330	330	308	321	290	
% Phenole	ca. 1	0,04	0,2				<0,02	
Ofen	308 111 5.3.	308 1 6.2.	703 26.2.	13.3.	18.3.	08 1-18.2.		

- 1) Anfangswerte, Vergasung stetig im Laufe der Versuche.
- 2) Nach Angabe Dr. K. Winkler.
- x) Korr. auf CFR-Motor.

3) Diese Oktanzahlen sind infolge anderer Eichkurve wahrscheinlich um 2 Punkte zu hoch im Vergleich mit den anderen.

Wapn φ (4)

Neuere Versuche zur Vorhydrierung von Steinkohle- und  
Braunkohleverflüssigung mit Mo-haltigen Kontakten  
im 1 Ltr.-Ofen.

Zusammenfassung.

Eine Reihe Mo-haltiger Kontakte wurden (z.T. in Kombination mit 5058 oder anderen W-haltigen Kontakten) für die Vorhydrierung von Mittelöl der Steinkohleverflüssigung Scholven sowie der Braunkohleverflüssigung Leuna geprüft. Über Vorhydrierungsbedingungen und Benzinierbarkeit der erhaltenen B-Mittelöle sowie die pro obm Vorhydrierungskontaktraum benötigten Metallmengen orientiert die folgende Tabelle.

Die besten Ergebnisse wurden bisher mit einem Tonerde-Mo-Ni-Kontakt erzielt, insbesondere wenn diesem 20 Vol.% 5058 vorgeschaltet wurden.

Sowohl Vorhydrierungsbenzin als auch 6434-Benzin sind in ihren Eigenschaften von den verwendeten Kontakten weitgehend unabhängig.

Bei den Molybdänkontakten wurde eine starke Druckabhängigkeit der Hydrierwirkung beobachtet, sodaß z.B. für die Verarbeitung von Braunkohle bei 190 atm  $H_2$ -Druck die Vorschaltung von 5058 in der Vorhydrierung erforderlich ist.

Um derartige verdünnte Vorhydrierungskontakte, später auch noch solche mit schwächerer Raffination- bzw. Hydrierwirkung leichter anwenden zu können, ist die Beschaffung von Wäschen für die Vorhydrierungsmittelöle mit verdünnter Schwefelsäure zur Herausnahme der Amine dringend zu empfehlen.

Kontakt bzw. Kontaktkombination	kg Metall je obm Kontakt- raum				Steinkohleverflüssigungs- mittelöl Schölven				Braunkohleverflüssigung (Benzin + Mittelöl) Leuna			
	W	Mo	Ni	Fe	Druck atm	Temp. °C	Durch- satz	Benzi- nier- barkeit	Druck atm	Temp. °C	Durch- satz	Benzi- nier- barkeit
50 % 7360 (akt. Ton, 6 Mo) + 50% 7745 (Fe, Ni, W, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	202	14	23	324	250	442	0,8	gut				
80 % 7360 + 20 % 5058	350	22	--	--	250	442	1,0	gut				
80 % 7424 (akt. Ton, 10 Mo) + 20 % 5058	355	37	--	--	250	434	1,0	gut	200	434	1,0	schlecht
7845 (akt. Ton, 10 Mo, 3 Ni)	--	56	20	--	250	434	1,0	sehr gut	200 190	434 434	1,0 0,7	gut sehr schlecht
20 % 5058 + 80 % 7846	388	45	16	--	230	434	1,0	sehr gut	190 190	434 434	0,7 1,0	sehr gut aus- rei- chend

826

I. Kontakt 7360 (aktive Tonerde, 6 MoO<sub>3</sub>)

+ Kontakt 7745 (56 FeS, 30 WS<sub>2</sub>, 4 NiS, 10 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)

(50 Vol.-% 7360 Schüttgewicht 0,78; dahinter 50 Vol.-% 7745 Schüttgewicht 1,82).

In einem 5-tägigen Versuch wurden aus Steinkohleverflüssigungsmittelöl Scholven mit der genannten Kontaktkombination bei 250 atm, 442° (23 mV) und Durchsatz 0,8 kg/Ltr. Kontakt und Stunde mit 1,8 % Vergasung 30 % Benzin bis 150° vom Anilinpunkt + 29° und 70 % Mittelöl über 150° vom A.P. + 38,5° erhalten. In ihren Eigenschaften unterscheiden sich Benzin und Mittelöl nicht wesentlich von den mit anderen Kontakten und Kontaktkombinationen erhaltenen (s. Tab. 1). Ein ähnlicher Versuch im 250-ccm-Ofen bei Dr. Peters erwies die gute Benzinierbarkeit des unter obigen Bedingungen erhaltenen Mittelöles 1).

1) Ber. 17 588i von Dr. Günther.

II. Kontakt 7360 + 5058 (80 Vol.-% 7360 Schüttgewicht 0,75; dahinter 20 Vol.-% 5058 Schüttgewicht 2,52).

Diese Kontaktkombination wurde in einem 85-tägigen Versuch mit Scholvener Verflüssigungsmittelöl geprüft. Die Ergebnisse der ersten 60 Versuchstage sind in einer früheren Zusammenstellung schon mitgeteilt. Danach leistet diese Kontaktkombination bei Durchsatz 1,0 etwa dasselbe, wie die vorhergenannte (7360 + 7745/50:50) bei Durchsatz 0,8 und sonst gleichen Bedingungen. Hierzu ist zu bemerken, daß sowohl die Mo- wie die W-Menge bei der Kombination mit 5058 höher ist.

Eine Erhöhung der Vorhydrierungstemperatur von 442° (23 mV) auf 459° (24 mV) brachte in der Benzinierungsstufe keine Verbesserung mehr. Die 150er Benzingleistung in der Vorhydrierungsstufe betrug 0,40 nunmehr bei relativ hoher Vergasung (11 % bezogen auf Benzin plus Vergasung). Gegenüber der Fahrweise bei 1 mV niedriger Temperatur ist eine geringe Verbesserung der Oktanzahl eingetreten, die auf eine Zunahme der leichten Anteile bis 100° zurückzuführen ist, so daß mit C.12 Pb der Wert 87 überschritten wird.

Anschließend wurde 16 Tage lang bei anfangs 459° und später 468° (24,5 mV) unter Rückführung des Mittelöls auf Benzin allein gefahren. Diese Fahrweise hatte, verglichen mit der 2-stufigen (Vorhydrierung + Benzinierung), folgendes Ergebnis:

1) Ber. 17 558i von Dr. Günther.

Fahrweise	einstufig/Kontakt 7360 + 5058 bei 24 - 24,5 mV		zweistufig Kontakt 7360 + 5058 bei 23 mV/ Kontakt 6434
Benzin	Benzin - 150°	Benzin - 180°	Vorhydrierungs- + 6434-Benzin - 150° 1)
Leistung	0,34	0,49	0,46
Vergasung %	16	11	17
Spez. Gew./20°C	0,735	0,758	0,740
Anilinpunkt I/II	+ 43,5/ + 53	+ 39 / + 52	+ 43/ + 53,5
<u>Zusammensetzung:</u>			
Paraffine	39	34,5	33
Naphtene	51	51	56
Aromaten	9	12,5	10
Ungesättigte	1	2	1
Jodzahl	1	---	---
<u>Oktananzahl:</u>			
Res.-Meth.	70,8	67,5	---
Motor-Meth.	70	68	75,5
" + 0,09% Pb	88,5	84	90,0
Siedebeginn °C	41	38	54
% - 70	12	8	7
% - 100	37	28	47
% - 150	85	70	94
Endpunkt °C/%	158/95,7	185/97,5	157/---

Hinsichtlich der Benzin-Leistung ist die einstufige Fahrweise demnach noch nicht mit der zweistufigen konkurrenzfähig, was auch durch die etwas niedrigere Vergasung bei der ersteren nicht wettgemacht wird.

1) Nach Bericht 17588 i von Dr. Günther

Die Benzine sind nicht siedegerecht. Hinsichtlich der O.Z. des Benzins scheint die zweistufige Fahrweise überlegen.

Der Versuch wurde schließlich wieder auf geradem Durchgang und niedrigere Temperatur ( $451^{\circ} = 23,5 \text{ mV}$ , dann  $442^{\circ} = 23,0 \text{ mV}$ ) umgestellt. Der Anilinpunkt des B-Mittelöls lag bei diesen Temperaturen  $1^{\circ}$  bzw.  $3^{\circ}$  tiefer als ursprünglich bei  $442^{\circ}$ , obwohl das Ausgangsmittelöl in dieser Fahrperiode sogar einen etwas höheren Anilinpunkt hatte als in der früheren ( $-7^{\circ}$  verglichen mit  $-13^{\circ}$ ). Ein geringes Nachlassen der Kontaktaktivität durch das Fahren bei höherer Temperatur bzw. durch die Zurücknahme der Temperatur ist hiernach anzunehmen. Das bei  $451^{\circ}$  erhaltene B-Mittelöl ließ sich (bei allerdings  $4^{\circ}$  höherer Benzinierungstemperatur) noch ebenso gut benzinieren wie zu Anfang des Vorhydrierungsversuches. (Die Benzinierbarkeit des bei  $442^{\circ}$  erhaltenen Produktes wurde nicht geprüft).

III. Kontakt 7424 (aktive Tonerde +  $10 \text{ MoO}_3$ ) + Kontakt 5058  
(80 Vol.-% 7424 Schüttgewicht 0,76; dahinter 20 Vol.-% 5058 Schüttgewicht 2,66).

Diese Kontaktkombination wurde in einem 70-tägigen Vorhydrierungsversuch zunächst mit Steinkohleverflüssigung, vom 48. bis 53. Betriebstag mit Braunkohleverflüssigung, danach wieder mit Steinkohleverflüssigung (zuletzt kurz mit 12 % Sumpfbenzinzusatz) geprüft.

a) Vorhydrierung von Steinkohleverflüssigungsmittelöl  
Schölvén.

Hierüber, sowie über die Benzinierbarkeit des erhaltenen B-Mittelöls, die bei Vorhydrierungsbedingungen  $434^{\circ}$  ( $22,5 \text{ mV}$ ),  $250 \text{ atm}$  und Durchsatz 1,0 befriedigend verlief, wurde schon



berichtet 1). Die Erhöhung der Mo-Menge von 6 auf 10 % im ersten Kontakt gestattet demnach eine Herabsetzung der Vorhydrierungstemperatur um ca. 8° (vgl. die voranstehende Kontaktkombination).

b) Vorhydrierung von Braunkohleverflüssigung Leuna  
(vgl. Tab. 2).

Nach der Umstellung auf Leunas Verflüssigung wurde der Druck von 250 atm zunächst beibehalten. Bei 434° und Durchsatz 1,1 hatte das Mittelöl des Anfalls einen Anilinpunkt von + 46,0°. Nach Zurücknahme des Druckes auf 180 atm und des Durchsatzes auf 1,0 ging der Anilinpunkt auf + 40,7° zurück. Über die Benzinierbarkeit dieses B-Mittelöls liegt kein sicheres Ergebnis vor, sie scheint aber schlechter als die des Steinkohleproduktes zu sein (vgl. die entsprechenden Beobachtungen bei dem folgenden Kontakt).

Nach erneuter Umstellung des VorhydrierungsOfens auf Steinkohleverflüssigung wurde bei 250 atm und 442° (23 mV) nur noch ein Mittelölanilinpunkt von + 28,7° erreicht, gegenüber + 33,6° bei 434° in der letzten Fahrperiode vor der Umstellung auf Braunkohle. Der Kontakt hat also bei 180 atm H<sub>2</sub>-Druck an Aktivität verloren; während er bei 250 atm nicht abklang.

1) Vgl. Bericht 17 5881 von Dr. Günther.

IV. Kontakt 7846 (aktive Tonerde, 10 % MoO<sub>3</sub>, 3 % NiO  
Schüttgewicht 0,83).

a) Vorhydrierung von Steinkohleverflüssigungsmittelöl Scholven  
(vgl. Tab. 1).

In einem 43-tägigen Versuch im 1 Ltr.-Ofen wurden sehr gute Ergebnisse erhalten. Die Fahrbedingungen waren während der ganzen Zeit dieselben, lediglich der Schwefelzusatz wurde nach dem 36. Betriebstage von 1 % auf 0,5 % CS<sub>2</sub> herabgesetzt. Der B-Mittelölanilinpunkt lag anfangs im Mittel bei + 37,5° und ging nach Einsatz einer neuen Charge des Einspritzöles, welche einen um 4° höheren Anilinpunkt hatte, auf + 41,5° herauf. Das B-Mittelöl ließ sich in beiden Fahrperioden mit sehr guter Leistung benziniieren (praktisch ebensogut wie über Kontakt 5058 vorhydriertes Produkt). Nach Herabsetzung des Schwefels ging der Anilinpunkt wieder auf + 38° zurück. Dieses Mittelöl wurde nicht benziniert. Ein möglichst hoher Schwefelspiegel scheint demnach für den Kontakt 7846 günstig zu sein.

b) Vorhydrierung von Braunkohleverflüssigung Leuna.

In einem Parallelversuch wurde Braunkohleverflüssigung Leuna (Benzin + Mittelöl) im 1 Ltr.-Ofen in einem 70-tägigen Versuch vorhydriert. (Einzelheiten über die verschiedentlich geänderten Versuchsbedingungen, Eigenschaften der verschiedenen Chargen des Ausgangsöles, die verarbeitet wurden, und Eigenschaften des Anfallproduktes während der einzelnen Fahrperioden siehe Tab. 2).

Fahrbedingungen: Der Ofen wurde bei  $425^{\circ}$  ( $22,0$  mV) und  $200$  atm mit Durchsatz  $1$  kg pro Ltr. Kontakt und Stunde,  $3$  cbm Gas pro kg Öl und  $0,5$  %  $CS_2$ -Zusatz angefahren <sup>1)</sup>. Später wurde nacheinander der Schwefel fortgelassen, die Temperatur auf  $434^{\circ}$  ( $22,5$  mV) erhöht, der Druck zur Angleichung an die Leunaer Verhältnisse auf  $190$  atm herabgesetzt und der Durchsatz vorübergehend auf  $0,72$  zurückgenommen. Zum Schluß wurde der Druck wieder auf  $200$  atm erhöht, um eine Aussage über eventuelles Kontaktabklingen machen zu können.

Vorhydrierungsanfall: Mit nur geringer Abhängigkeit von den Fahrbedingungen und mit einer durchschnittlichen Vergasung von nur  $1,3$  % bezogen auf den Gesamtanfall ( $5$  % bezogen auf Benzin + Vergasung) wurde ein Produkt von folgenden Eigenschaften erhalten

1) Über diese Fahrperiode wurde Leuna bereits ein vorläufiger Bericht brieflich mitgeteilt (Ber. 17 587i von Dr. Reitz).

	7846 - Abstreifer	5058-Abstreifer Leuna zum Vergleich
Spez. Gewicht/20°C	0,821 - 0,830	0,802 - 0,806
Anilinpunkt °C	+ 40,0 - 45,0	+ 47
Siedebeginn °C	71 - 85	39 - 53
% - 150°	21 - 27	30 - 36
Siedeende °C	310 - 323	298 - 300
Phenolgehalt %	< 0,02 (anfängl. 0,03)	1
Stickstoffgehalt %	0,004 - 0,019	0,02

Das 7846-Produkt ist also etwas weniger stark aufgespalten und weniger anhydriert als das 5058-Produkt. Nach Angaben von Leuna ist die derzeitige Raffinationswirkung dort erheblich besser als in der Tabelle angegeben, sodaß ein Unterschied in der Raffinationswirkung noch nicht sicher festgestellt ist.

Vorhydrierungsbenzin: Aus der 150er Benzinleistung von 0,21 - 0,27 errechnet sich unter Berücksichtigung des Sumpfbenzins im Ausgangsöl eine Neuleistung von 0,06 - 0,13.

Eigenschaften des Vorhydrierungsbenzins (Sammelbenzin von 9-15,10):

	Gesamt- benzin -150°	Gesamt- benzin -180°	Fraktion - 90°	5058-Benzin - 160° Leuna zum Vergleich
% des Gesamtanfalls	28	37	8,5	~ 30
Spez. Gewicht/20°C	0,743	0,763	0,706	0,742
Anilinpunkt I °C	+ 42,5	+ 41,8	+ 45,5	+ 45,6
" II °C	+ 50,8	+ 51,8	+ 50,0	+ 54,9
<u>Zusammensetzung:</u>				
% Paraffine	33	35	32	45,5
% Naphthene	58	54	63	45,5
% Aromaten	7,5	9,5	4	9
% Ungesättigte	1,5	1,5	1	--
Jodzahl	2,6	--	4,6	--
<u>Oktanzahl:</u>				
Res.-Meth.	64	58,5	72,5	--
Motor-Meth.	63,5	56,5	73	--
" " + 0,12%Pb	85	81	91,5	--
Siedebeginn °C	67	72	47	40
% - 70°	--	--	46	14
% - 100°	45	15	--	37
% - 150°	97	76	--	88
Endpunkt °C	152	187	96	168
Teste	gut	gut	gut	--

Benzinierbarkeit des B-Mittelöls (vgl. auch Tabelle 5).

Zusammenfassend läßt sich über die Benzinierbarkeit des 7846-B-Mittelöls folgendes feststellen: Ebensogut benzinierbar wie Leunaer 5058-B-Mittelöl ist das 7846-B-Mittelöl nur bei der Fahrweise 434° und 290 atm. Bei 10° tieferer Vorhydrierungstemperatur ist die Benzinierbarkeit nicht mehr ganz so gut, aber noch ausreichend.

Bei 190 atm Druck wird dagegen selbst bei der höheren Temperatur von 434° und geringerem Durchsatz (0,72 statt 1,0) noch kein mit ausreichender Leistung benzinierbares Mittelöl erhalten. Ein Kriterium für die Benzinierbarkeit des Mittelöls läßt sich aus seiner normalen Untersuchung (also etwa aus Anilinpunkt, Stickstoffgehalt usw.) nicht entnehmen. Möglicherweise sind feinere Unterschiede in der Art der Stickstoffverbindungen hierfür verantwortlich zu machen. Man hat also bei der Vorhydrierung von Braunkohleverflüssigung mit Kontakt 7846 unter den in Leuna üblichen Bedingungen von Druck und Durchsatz (187 atm H<sub>2</sub>-Partialdruck; 0,6 kg/Ltr. u. Std.) hinsichtlich der Benzinierbarkeit fast keine Reserven im Kontakt. Eine erhebliche Verbesserung in dieser Hinsicht bringt das Vorschalten von 20 Vol.-% 5058 vor den 7846, worüber im folgenden Abschnitt noch eingehend berichtet wird. Nach den Beobachtungen bei Steinkohleverflüssigung ist anzunehmen, daß ferner auch eine stärkere Schwefelung von Vorteil ist.

Die folgende Gegenüberstellung zeigt, daß in den Eigenschaften zwischen den unter gleichen Benzinierungsbedingungen erhaltenen stabilisierten 6434-Benzinen aus der 5058- und der 7846-Vorhydrierung praktisch kein Unterschied besteht:

Benzinierung von	7846-B-Mittelöl v. Ofen 410/IV >150°	5059-B-Mittelöl Leuna >150°
Anilinpunkt des Ausgangs- öles °C	+ 43,5	+ 55
Benzin: Spez. Gew. 20°C	0,725	0,717
Anilinpunkt °C	+ 48	+ 50
Siedebeginn °C	39	55
% - 70°	15	16
% - 100°	53	56
Endpunkt ° C/%	145 / 99	149 / 99
Dampfdruck atm	0,51	0,49
Oktangahl: Motor Meth.	73,5	74
Zusammensetzung:		
% Paraffine	51	51
% Naphthene	40	41
% Aromaten	8	7
% Ungesättigte	1	1
% Benzinkonzentration im 6434 Abstreifer	49	52
C <sub>1</sub> -C <sub>4</sub> -Vergasung/Benzin + Vergasung	21,5	19,7
Ofen/Datum (Dr. Peters)	13/28.11.40	7/11.-12.12.40

Über den Versuchsverlauf ist noch zu sagen, daß das Anfall-  
produkt in den Fahrperioden unter den verschiedenen Bedingungen  
sowie bei den verschiedenen Chargen des Ausgangsöles, die verwen-  
det werden mußten, jeweils in seinen Eigenschaften, insbesondere  
im Anilinpunkt konstant war. Am Schluß des Versuches wurden die

Bedingungen einer früheren, etwa 7 Wochen zurückliegende Fahrperiode nochmals eingestellt. Der Anilinpunkt des Anfalls lag dabei nur 1° tiefer als ursprünglich. Anzeichen für ein Kontaktabklingen liegen somit nicht vor.

V. Kontakt 7846 mit vorgeschaltetem Kontakt 5058

(20 Vol.-% 5058 Schüttgewicht 2,62 + 80 Vol.-% 7846 Schüttgewicht 0,83).

a) Vorhydrierung von Steinkohleverflüssigungsmittelöl Scholven.

Wenn auch für die Vorhydrierung von Steinkohleverflüssigung der Kontakt 7846 sich als vollständig ausreichend erwiesen hatte, so zeigt doch der Braunkohlever such, daß die Temperatur- und Druckreserven dieses Kontaktes geringer sind als die des 5058. Aus diesem Grunde wurde die obige Kombination noch eingehend geprüft. Da der Kontakt 5058 eine niedrigere Arbeitstemperatur hat als 7846, hat das Vorschalten des 5058 gegenüber dem Nachschalten bei den früheren Versuchen den Vorteil, daß man auch großtechnisch mit gestaffelter Temperatur fahren und zwischen 5058 und 7846 aufheizen kann. Entsprechend wurde bei dem hier durchgeführten 75-tägigen Versuch die Temperatur des Ofeneingangs niedriger gehalten als im übrigen Teil des Ofens ( $391^{\circ} = 20 \text{ mV}$  gegenüber  $434^{\circ} = 22,5 \text{ mV}$ ).



Versuchsverlauf: Über Ausgangsöl, Versuchsbedingungen und -verlauf orientiert Tabelle 3. Nicht in die Tabelle mit aufgenommen ist eine kurze Fahrperiode mit 15 bzw. 40 % Sumpfbenzinzusatz zwischen der 400. und 500. Betriebsstunde. Der Versuch lief befriedigend. Obwohl der Schwefelzusatz mit 0,5 %  $CS_2$  niedriger gehalten wurde als bei dem Versuch mit 7846 allein, wurde hier ein etwa  $5^\circ$  höherer B-Mittelölanilinpunkt erhalten. Die Benzinierbarkeit des B-Mittelöles war, auch nach Herabsetzung des Druckes von 250 auf 230 atm, welche eine Senkung des Anilinpunktes von  $+ 42,8^\circ$  auf  $38,5^\circ$  zur Folge hatte, sehr gut (vgl. Tab. 4). Die Hydrirwirkung der Kontaktkombination ist bei 230 atm etwa ebenshoch wie die des 7846 bei 250 atm, die gewünschte Erhöhung der Kontaktreserve wurde also erzielt. Eine weitere Herabsetzung des Druckes auf 200 atm senkte den Anilinpunkt erneut erheblich (auf  $+ 30,4^\circ$ ). Dieses Mittelöl wurde nicht benzinert. Nach Umstellung auf 250 atm war die Aufhydrierung des Mittelöles nicht mehr ganz so gut wie ursprünglich; mit einer neuen Charge des Ausgangsöles, das einen wesentlich tieferen Anilinpunkt hatte, wurde aber immer noch ein B-Mittelölanilinpunkt von  $+ 38^\circ$  erreicht. Soweit man aus den stark streuenden Stickstoffbestimmungen Schlüsse ziehen kann, ist die Stickstoffraffination des frischen Kontaktes besser als nach längerer Betriebszeit.

Der Aromatengehalt des Vorhydrierungsbenzins war mit über 20 Gew.% bemerkenswert hoch, während mit 7846 allein nur etwa 10 % erhalten wurden. Demzufolge waren auch die Oktanzahlen besser als bei 7846 allein.

b) Verhydrierung von Braunkohleverflüssigung Leuna.

Der voranstehend beschriebene Versuch wurde nach 65 Betriebs-  
tagen auf Leunaser Verflüssigung, zunächst bei 190 atm und Durch-  
satz 0,7, dann bei 190 atm, Durchsatz 1,0, ohne Schwefelzusatz  
umgestellt. Es wurden in diesen beiden Fahrperioden B-Mittelöl-  
anilinpunkte von + 49,7° bzw. 44,5° erhalten, die mit den Zahlen  
+ 42,3 - 44,5° bzw. + 39,5 - 40,8° des 7846-Versuches zu ver-  
gleichen sind. Die durch Vorschalten des Kontaktes 5058 erreichte  
Erhöhung des Anilinpunktes ist also von ähnlicher Größe wie bei  
Steinkohleverflüssigung. Die Verbesserung der Benzinierbarkeit  
durch den 5058 ist beträchtlich. Während sich bei 7846 das  
190 atm-Produkt selbst bei Durchsatz 0,7 noch sehr schlecht  
benzinieren ließ, ist bei 5058 + 7846 und 190 atm die Benzinier-  
barkeit des bei Durchsatz 0,7 erhaltenen Produktes als sehr gut,  
bei Durchsatz 1,0, als ausreichend zu bezeichnen.

Vergleicht man die Ergebnisse mit den Molybdänkontakten  
bei Steinkohle- und bei Braunkohleverflüssigung, so fällt auf,  
daß der gleiche Kontakt, der Steinkohleprodukt bei 230 atm be-  
friedigend verarbeitet, für Braunkohleprodukt bei 190 atm noch  
nicht ausreicht. Bei dem bisherigen Wolframkontakt läßt sich  
umgekehrt Braunkohleprodukt leichter (z.B. schon bei tieferer  
Temperatur) verarbeiten. Dieser Unterschied erklärt sich aus der  
großen Druckabhängigkeit der Hydrierwirkung bei den Molybdänkon-  
takten (vgl. Kurvenblatt 1, auf dem die B-Mittelölanilinpunkte  
gegen den Wasserstoffdruck aufgetragen sind). Infolge des  
niedrigeren Arbeitsdruckes ist im Falle der Braunkohle bei  
Kontakten mit ungenügenden Reserven der katalytischen Wirksam-  
keit unter Umständen ihre Raffinationswirkung nicht mehr aus-  
reichend. Bei Kontakt 7846 lag die Grenze ausreichender

Wirksamkeit relativ scharf zwischen 190 und 200 atm.

Allgemein gilt für die Vorhydrierung mit Mo-Kontakten, daß die Vergasung in der Vorhydrierungsstufe gering (im Mittel bei Steinkohle 6,5 %, bei Braunkohle 4,7 % auf Vorhydrierungsbenzin + Vergasung) und in der 6434-Stufe normal ist, daß in beiden Gasphasestufen zusammen normale 150er Benzinleistungen von 0,45 - 0,55 erhalten werden, und daß die Endbenzine sich in Eigenschaften und Qualität praktisch nicht von denen unterscheiden, die bei 5058-Vorhydrierung erhalten werden.

gez. Reitz

Gemeinsam mit

Dr. Donath  
" Oettinger  
" Nonnenmacher  
" Fromherz  
" v. Müffling  
" Fürst  
" Dehn  
" Meier  
" Peters  
" Günther.

Tabelle 1.

## Vorhydrierung von Steinkohleverflüssigung.

Ofen		315		315		315		315
Datum 1940		6.-10.9.		15.-9.-		7.-17.10.		18.-24.10.
Betriebsstunden		1 - 130		100-600		600-800		860-1030
Kontakt		7360 + 7745		7846		7846		7846
		(50:50 Vol.%)						
Druck atm		250		250		250		250
Temperatur mV		442		434		434		434
Durchsatz kg/ Ltr./Std.		0,8		1,0		1,0		1,0
Gas cbm/kg Öl		3,1		3,0		3,0		3,0
S-Zusatz ( $\frac{1}{2}$ P 471)		1,0		1,0		1,0		0,9
Vergasung/ Anfall + Verg.		1,8		1,6		--		--
% Benzin im Anf.		30		22		26		26
<b>Benzin:</b>								
Spez. Gew./20°	Aus-	0,784	Aus-	0,782	Aus-	0,778		0,779
Anilinpunkt I	gangs-	+ 29,2	gangs-	+ 33	gangs-	+ 35		+ 33
" II	material	+ 45,4	material	+ 44	material	46		--
Siedebeginn °C	P 1271	86	P 1271	89	P 1271	90		93
% - 100°	red.	6	red.	6	red.	7		3
% - 120°	v.	45	v.	56	v.	47		46
% - 150°	23.8.	90	13.9.	94	1.10.	90		89
Endpunkt °C		157		156		157		162
O. 2. Res.-Meth.		68,5		66,5				65
Mot. "		64,5		65,5				65
" " + 0,09Pb		81		82,5				81,5
<b>B-Mittelöl:</b>								
Spez. Gew./20°		0,968	0,870	0,956	0,876	0,946	0,869	0,872
Anilinpunkt °C		-13	+ 38,5	-10,5	+ 37,5	-6,8	+ 41,5	+ 38
Siedebeginn °C		182	190	145	173	128	191	186
% - 200°		6	6	17	15	21	4	14
% - 250°		46	74	53	65	63	73	68
Endpunkt °C		323	301	322	306	323	306	306
Phenole %		17,1	≤ 0,02	--	≤ 0,02	--	0,02	--
Stickstoff %		--	-8,884	--	-8,886	--	-8,893	-8,897
<u>Benzinierbarkeit</u> <u>des B-Mittelöls</u>		(gut nach		sehr gut		sehr gut		--
Ofen/Ofenblatt		Ber.		10/3558		10/3558		
Benzinierungstemp. mV		175881		19,5		19,5		
Benzinleistung		Dr. Günther)		0,8-0,85		0,8		

Tabelle 2.

## Vorhydrierung von Braunkohleverflüssigung.

Datum 1940	Ofen 410/IV v. 12.-24.9. Kontakt 724 + 5058		Ofen 410/IV v. 5.10. - 13.12.40						Kontakt 7846					
	12.-13.9.	19.-24.9.	8.-14.10.	15.-21.10.	22.-31.10.	1.-7.11.	8.-25.11.	26.11.-2.12.	3.-4.12.	5.-10.12.	11.12.	12.-13.12.		
Betriebsstunden	1150-1200	1350-1500	70-240	240-410	410-640	640-810	810-1250	1250-1410	1410-1460	1460-1590	1590-1620	1620-1670		
Druck atm	250	180	200	200	200	200	200	190	190	190	190	200		
Temperatur °C	442	442	425	425	425	425	434	434	434	434	434	434		
Durchsatz kg/Ltr./Std.	1,11	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	0,72	0,72	1,0	1,0		
Gas cbm/kg Öl	2,7	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0	3,0		
S-Zusatz (% P 471)	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0	0	0	0	0	0	0		
Vergasung/Anfall %	--	2,0	1,2	1,3	1,3	1,2	1,4	1,2	--	1,7	--	--		
Anilinpunkt °C														
Bi -150°	Ausgangs- mat. +43,7	+ 41,5	Ausgangs- mat. + 42,7	+ 42,0	Ausgangs- mat. +42,8	+43,0	+ 42,0	+ 43,6	+ 44,0	Ausgangs- mat. +41,4	+41,5	+ 41,1		
" M'Öl -150°	P 1251 +46,0	+ 40,7	P 1251 + 44,5	+ 46,0	P 1251 +42,9	+42,4	+ 42,5	+ 40,8	+ 44,5	P 1251 +42,3	+39,5	+ 40,1		
Phenole (% in M'Öl)	v. 16.4. 0,02	0,025	v. 16.4. 0,03	--	v. 30.1. --	<0,02	--	--	--	v. 13.11. --	--	--		
Stickstoff( " )	1940 0,003	0,010-0,014	0,007-0,008	0,011-0,015	0,004-0,007	0,005-0,01	0,009-0,013	0,008-0,009	0,009	0,006	0,009	0,019		
Anfall:														
Spez. Gew./20°C	0,892	0,799 0,815	0,894 0,821	0,898 0,822	0,906 0,826	0,826	0,822 0,826	0,821 0,826	0,821 0,826	0,905 0,827	0,826 0,826	0,830		
Anilinpunkt °C	+ 15	+ 45,5 + 41,3	+ 16 + 44,0	-- + 45,1	+ 14 + 43,2	+ 42,6	+ 42,7	+ 41,9	+ 44,5	+ 13,8 + 42,7	+ 40,0	+ 41,3		
Siedebeginn °C	61	66 69	136 79	72 85	70 79	83	79	78	71	73 78	76	75		
% - 100°	9	7 6	-- 4	4 3	5,5 3	3	3	4	3	4 3	3	3		
% - 120°	11	22 15	-- 12	7,5 10	7 10	9	10	12	11	7 9	9	8		
% - 150°	19	35 32	16 27	12 24	12 24	22	23	25	25	15 23	27	21		
% - 180°	29	50 44	27 40	21 36	19 35	34	36	37	37	22 36	37	35		
% - 200°	38	57 53	33 48	29 45	26 45	43	45	46	46	29 46	46	44		
% - 250°	63	81 76	58 72,5	59 72	55 70	70	72	72	71	55 74	74	71		
% - 300°	92	95 96	87 94	91 95	81 94	93	93	93	90	82 92	94	91		
95 % - Punkt	--	300 297	-- 302	312 300	-- 305	308	307	309	315	-- 310	304	312		
Endpunkt °C/%	308/98,5	309 312	324/98,5	312/98	321/98,5	310/98,2	330/98,5	320/98,5	321/98	319/97,8	322/97,8	323/98		
Benzinierbarkeit des Mittelöls (vgl. Tabelle 5)	(Anscheinend schlecht)		ausreichend bzw. gut		ausreichend	ausreichend	sehr gut			sehr schlecht				

Ofen 316 vom 15.10.40 - 5.1.41

900 ccm Kontakt (Ofeneingang 180 ccm 5058 = 470 g;  
Ausgang 720 ccm 7846 = 600 g)

Tabelle 3.

Vorhydrierung von	Steinkohleverflüssigungsmittelöl Scholven								Braunkohleverflüssigung (Benzin + M'Öl) Leuna			
	17.-23.10.	24.-29.10.	4.-10.11.	11.-26.11.	28.11.-9.12.	10.-13.12.	25.-27.12.	28.12.-1.1.41	2.1.41-5.1.41			
Datum 1940												
Betriebsstunden	80-240	240-380	520-680	680-1060	1060-1370	1370-1470	1520-1570	1570-1700	1700-1800			
Druck atm	250	250	250	230	200	250	250	190	190			
Temperatur °C	391/434	391/434	391/434	391/434	391/434	391/434	391/434	391/434	391/434			
Durchsatz kg/l/Std.	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0			
cbm Gas/kg Öl	3	3	3	3	3	3	3	3	3			
% P 471-Zusatz	1,0	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5			
Bi-Leistung	0,29	0,28	0,28	0,26	0,24	0,22	0,22	0,21	0,28			
Bi-Konzentration %	31,0	28,8	29,8	26,6	24,9	22,3	19,6	31,8	30,4			
% Vergasung: (Anfall + Vergasung)	2,3	---	1,4	2,1	0,8	---	---	---	---			
Anilinpunkt Bi	+ 28,5	+ 25,4	+ 26,5	+ 23,9	+ 21,2	+ 23,6	+ 23,0	+ 39,0	+ 40,0			
" Mi	+ 45,8	+ 42,0	+ 42,8	+ 38,5	+ 30,4	+ 39,6	+ 38,1	+ 49,7	+ 44,5			
% Phenole im Mi	0,02	0,02	0,02	0,02	< 0,02	---	---	---	---			
% N im Mi	0,003-0,006	0,002-0,005	0,007-0,013	0,004-0,010	0,002-0,019	0,008	0,014	0,005-0,007	0,007			
<b>Benzin:</b>												
Spez. Gew.	0,780	0,785	0,785	0,786	0,787	0,788	0,768	0,756	0,752			
Siedebeginn °C	78	86	82	86	89	86	86	61	58			
% - 100°C	11,0	9,0	10,0	8,0	8,0	7,0	6,0	26,5	27			
% - 120°C	52,5	53,5	50,0	50,5	50,5	51,5	47,0	57,0	59			
Endpunkt °C	156	155	157	155	158	160	160	157	156			
Zusammensetzung:	(A.P. -6,8)		(A.P. -11,0)				(A.P. -14,8)	(A.P. +13,8)				
% Paraffine	---	16,5	16	17	15	---	---	39	40,5			
% Naphthene	---	59,5	61	60	63	---	---	48	46,5			
% Aromaten	---	22,5	21	21,5	22	---	---	13,0	13,0			
% Ungesättigte	---	1,5	2	1,5	---	---	---	---	---			
Otzahl: Res.	---	70	---	---	---	---	---	---	---			
Mot.	---	69	---	---	---	---	---	---	---			
" +0,09%Pb	---	84	---	---	---	---	---	---	---			
<b>B-Mittelöl:</b>												
Spez. Gew.	0,946	0,861	0,864	0,866	0,871	0,874	0,876	0,906	0,857			
Siedebeginn °C	128	184	181	189	188	187	188	73	189			
% - 200°C	20,8	19	21,5	10	11,5	15	2,5	28,8	10			
% - 250°C	63,0	78	77	72	70,5	69	65,5	55,5	67			
Endpunkt °C/%	323/99	301/99	301/99	315/99	305/99	304/99	309/99	332/99	313/98,5			
Benzinierbarkeit des B-Mittelöls (vgl. Tab. 4u.5.)	---	gut	sehr gut	sehr gut	sehr gut	---	---	---	sehr gut			
									ausreichend			

Tabelle 4.

Benzinierung des (5058 + 7846) vorhydrierten Steinkohleverflüssigungsmittelöls.

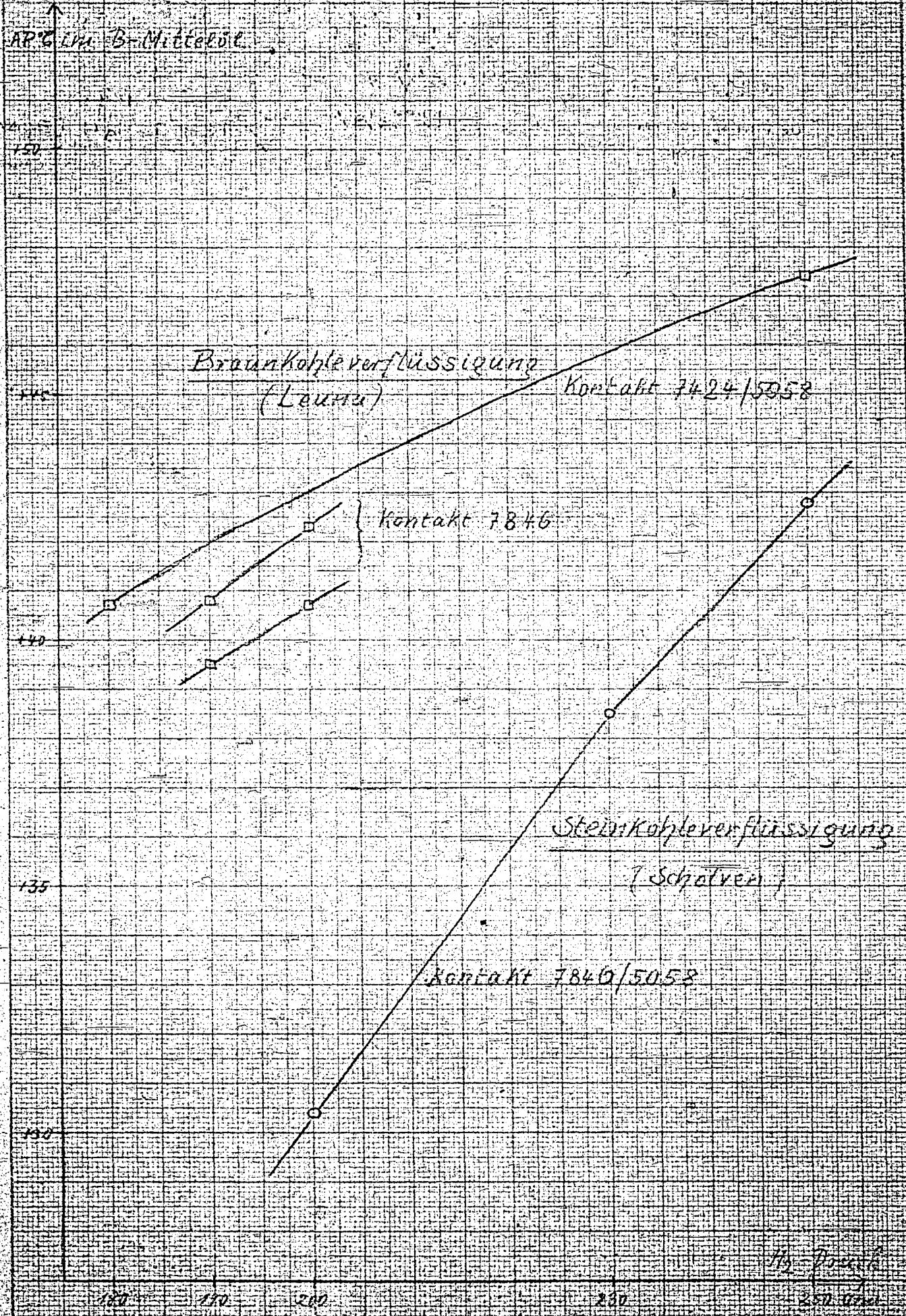
	Ofen	316	316	316	316	316
	Datum 1940	18.-20.10.	21.-24.10.	25.-28.10.	4.-6.11.	11.-15.11.
<u>Vorhydrierung</u>	Kontakt 20 Vol. % 5058 + 80 % 7846					
	Druck	250	250	250	250	250
	Temperatur mV	391/434	391/434	391/434	391/434	391/434
<u>Bedingungen</u>	Durchsatz kg/l/Std.	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
	S-Zusatz (% P 471)	1,0	1,0	0,5	0,5	0,5
<u>Mittelöl &gt;150°</u>	Anilinpunkt °C	+ 43,8	+ 43,8	+ 43,0	+ 42,8	+ 38,5
	Stickstoff	0,003-0,006	0,003-0,006	0,002-0,005	0,007-0,013	0,004-0,010
	Ofen	315	10 (Dr. Peters)	315	308/III	308/III
<u>Benzinierung</u>	Datum 1940 (Ofenblatt)	28.-29.10.	(3558)	30.-31.10.	16.-17.11.	18.-20.11.
(Kontakt 6434)	Druck atm	230	250	250	230	230
	Temp. mV	19	19,5	18,5	19,0	19,0
<u>Bedingungen</u>	Durchsatz kg/l/Std.	1,0	1,5	1,0	1,6	1,6
	Spez. Gew./20°C	0,700	0,700	0,704	0,708	0,703
	Endpunkt °C	118	~150	106	143	14
6434-	Leistung	0,32	0,74	0,33	0,96	0,96
Benzin	Konzentration %	48	--	47	73	72
	Beurteilung der Benzinierung	gut	gut	sehr gut	sehr gut	sehr gut

Tabelle 5.

Benzinierung des 7846 bzw. (5058 + 7846) -vorhydrierten Braunkohleverflüssigungsmittelöls.

Vorhydr. Beding.	Ofen	410/IV	410/IV	410/IV	410/IV	410/IV	410/IV	410/IV	316	316
	Datum 1940	9.- 16.10.		22.- 29.10.	1.-3.11.	12.- 17.11.	8.- 26.11.	3.- 10.12.		
	Kontakt	7846		7846	7846	7846	7846	7846	20 Vol. % 5058 + 7846	20 Vol. % 5058 + 7846
	Druck atm	200		200	200	200	200	190	190	190
	Temp. mV	425		425	425	434	434	434	434	434
	Durchsatz kg/l/Std.	1,0		1,0	1,0	1,0	1,0	0,72	0,72	1,0
	S-Zusatz (% P 471)	0,5		0,5	0	0	0	0	0	0
Mittelöl 150°	Anilinpunkt °C	+ 44,5		+ 42,9	+ 42,0		+ 42,5	+ 43,4	+ 49,7	+ 44,5
	Stickstoff	0,007-0,008		0,004- 0,007	0,005- 0,01		0,009-0,013	0,006- 0,009	0,005- 0,007	0,007
Benzi- lierung Kont. (6434) Beding.	Ofen	315	11	315	315	308/III	10	10	3	10
	Datum 1940 (Ofen- blatt)	7.11.	(3631)	3.- 6.11.	9.- 11.11.	22.11.	(3624e)	(3751b)	(3762)	(3771)
	Druck atm	200	200	230/ 200	200	230/ 200	200	200	200	200
	Temp. mV	18,5	20	18,5	18,5	19,0	19,5- 21	21	19,6	20,5
	Durchsatz kg/l/Std.	1,0	1,5	1,0	1,0	1,6	1,5	1,5	1,5	1,5
434- Benzin	Spez. Gew./20°C	0,686	0,746	0,700	0,695	0,714	0,770	0,790	0,740	0,750
	Endpunkt °C	97	150	103	103	147	150	--	150	150
	Leistung	0,16	0,8	0,19	0,19	0,97	0,8- 0,6	--	0,8-0,7	0,7
	Konzentration %	23	60	23	25	68			55	55
	Beurteilung der Benzinierung	aus- reichend	gut	aus- reichend	aus- reichend	aus- reichend	sehr gut	Versuch ratschte etwas ab	sehr schlecht	sehr gut





I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft  
Ludwigshafen a. Rhein.

B-Mittelölanilenspanne in Abhängigkeit vom Druck

Upton  $\phi$  (5)

Zurück an  
Vorzimmer Dir. Dr. Pter

Prüfung neuer Vorhydrier-Kontakte.

Zusammenfassung.

- 1.) Auf Grund gelegentlicher guter Ergebnisse mit Tonerde-Terrana- bzw. ZnS-Terrana-Trägern für W-Ni bzw. Mo-Ni-Vorhydrier-Kontakte wurde das Gebiet dieser Kontakte systematisch untersucht.
- 2.) Die Versuche wurden in 30 cm-Bleibadöfen ausgeführt.
- 3.) Mit steigendem Terrana-Gehalt sinkt die Hydrieraktivität und steigt die Neigung zum Abklingen bei den Tonerde-Terrana-Kontakten. Bei ca. 50 % Terranagehalt liegt ein Maximum der Spaltung. Der Phenol- und N-Gehalt der B-Mittelöle ist vom Terranagehalt der Kontakte nicht charakteristisch abhängig.
- 4.) Bei der Reihe der ZnS-Terrana Kontakte liegt zwischen 20 und 70 % Terrana im Träger ein breites Maximum der Hydrieraktivität. Die Spaltaktivität erreicht ein Maximum zwischen 40 und 70 %, die Raffinationswirkung zwischen 30 und 70 %, soweit sich dies bei den stark streuenden Werten der N-Bestimmungen aussagen lässt.
- 5.) Ein grösserer Versuch mit anschliessendem Benzinierungsversuch mit einem in früheren Versuchen als aussichtsreich beurteilten ZnS-Terrana-W-Ni-Kontakt gab bei an sich ausreichender Hydrierung (unter schwachem Abklingen) nicht genügend raffiniertes und daher nur bei erhöhter Temperatur benzinierbares B-Mittelöl.
- 6.) In diesem Versuch gestattete die nach Herseburger Vorschrift bestimmte Basenzahl (N Me) eine entsprechende Voraussage über die Benzinierbarkeit des Mittelöls, nicht aber der nach Kjeldahl bestimmte Stickstoff (N Lu).

Gemeinsam mit:

gez. Günther

Dr. Peters      Dr. v. Fünser  
Dr. Grassl     Dr. Fürst  
Dr. Rotter     Dr. Wittmann  
" Trofimow.

848

### I. Zweck der Versuche.

In den ersten Versuchen in 50 ccm-Bleibadöfen (Bericht 193301 Gth I. 10. 41) hatte sich u. a. gezeigt, dass W-Ni- bzw. Mo-Ni-Kontakte auf Basis Tonerde bei der Vorhydrierung bei sehr guten Hydrier- und Raffinationseigenschaften praktisch garnicht spalten, terranahaltige Kontakte hingegen in allen Fällen, mindestens anfänglich, eine erhebliche Spaltleistung zeigen. Relativ beständig in Hydrier- und Spaltaktivität waren hierbei Kontakte auf Terrana-ZnS-Basis.

Auf Grund dieser Tatsachen wurden folgende zwei Versuchsreihen angesetzt:

1.) Tonerde-Terrana-Träger, mit 0, 12, 33, 50, 67, 88 und 100 Gewichts-% Terrana, die Mischung jeweils mit 10 % HF gesättigt und darauf 10 Gewichts-%  $\text{MoO}_3$  und 3 Gewichtsprozent  $\text{Ni}_2\text{O}_3$  aufgetränkt. Der Kontakt mit 0 % Terrana ist ein HF-behandelter 7846.

Diese Versuche sollten zeigen, ob sich die ausgezeichneten Hydrier- und Raffinationseigenschaften der Tonerde mit der guten Spalt- (und ev. auch Isomerisierungs-) eigenschaft der Terrana verbinden lassen.

2.) Zinkulfid-HF-Terrana-Träger, mit 0, 10, 25, 33, 50, 67, 75, 90 und 100 % HF-Terrana, auf die Mischung jeweils 150 g  $\text{WO}_3$  und 28g  $\text{Ni}_2\text{O}_3$  pro Liter Kontakt aufgetränkt.

### II. Durchführung der Versuche.

Die Versuche wurden in 50 ccm-Bleibadöfen durchgeführt. Wie schon im Bericht 193301 beschrieben, wurden jeweils in einer Serie 4 Kontakte eingebaut, darunter jeweils drei der neu zu prüfenden und einmal 7878 als Standard- und Vergleichskontakt. Mit dem 7878 wurden folgende Resultate erhalten:

Versuch No.	211	216	221	230	242	251	256
Anilinpunkt	43	44	43	38	40	33	43
% - 150	12	14	14	15	1	18	15
% H	0,010	0,007	0,027	0,007	0,012	0,018	0,020

Die Konstanz der Werte ist im Anilinpunkt zwar nicht gerade sehr gut, aber immer noch genügend ( $41 \pm 3$ ). In der Spaltung ist die Konstanz sehr gut. Die N-Werte hingegen streuen so stark dass sie (wenigstens hier) keine geeignete Bewertungsgrundlage darstellen.

III. Ergebnisse der Versuche.

a) Auf Tabelle I und Kurvenblatt I sind die Ergebnisse der ersten Versuchsreihe mit Tonerde-Terrana-Kontakten wiedergegeben.

Der Kontakt mit 100 % Tonerde (8606 = 7878 aus HF-behandelter Tonerde) ist in der Hydrierung etwas besser, in Spaltung und Phenolreduktion ebenso wie normaler 7878. Auf zahlenmässige Unterschiede in der N-Raffination ist nach dem obengesagten kein grösserer Wert zu legen. Schon mit 12 % Terranagehalt des Trägers ist die Hydrieraktivität des Frischkontaktes (Vgl. Anilinpunkt am ersten Tag) bedeutend geringer, als beim reinen Tonerdekontakt, nimmt dann aber mit steigendem Terranagehalt bis 100 % nicht mehr stark ab. Wesentlich anders aber sieht die Anilinpunkt-Kurve schon am 3. Tag, d.h. nach Abklingen der Spitzen-Aktivität aus. Die Tonerde-Kontakte klingen nämlich praktisch garnicht ab und mit steigendem Terranagehalt wird steigendes Abklingen beobachtet. Infolgedessen ist am 3. Tage schon eine ganz klare Abhängigkeit der Hydrierwirkung der Kontakte von ihrem Terranagehalt zu erkennen. Je höher der Terranagehalt des Kontaktes, desto tiefer der Anilinpunkt des Anfalls bzw. B-Mittelöls.

In der Spaltung ( $\approx 150^{\circ}\text{C}$  und  $160^{\circ}\text{C}$  als auch Siedende des Abstreifers) zeigen die Kontakte ebenfalls eine Abhängigkeit vom Terranagehalt. Jedoch nimmt die Spaltung nicht von reinen Tonerde- zum reinen Terranakontakt regelmässig zu, sondern in der Nähe von je 50 % Tonerde und Terrana findet sich ein deutliches Maximum.

Die Phenolreduktion ist über die Fehlergrenzen der Bestimmung hinaus von der Zusammensetzung dieser Kontakte nicht abhängig. Bei der N-Bestimmungen sieht es fast aus, als ob

etwa in der Nähe des Spaltmaximums ein N-Minimum wäre. Jedoch kann bei der starken Streuung der Werte auf diese Aussage keinerlei Gewicht gelegt werden. Eine Beziehung zwischen N-Raffination und Hydrier-Aktivität (Anilinpunkt), die man hätte erwarten können, geht aus den Werten nicht hervor.

- b) Auf Tabelle II und Kurvenblatt II sind die Ergebnisse der zweiten Versuchsreihe mit ZnS-Terrana-Kontakten aufgezeichnet.

Der Kontakt mit reinem ZnS als Träger ist hinsichtlich der Hydrieraktivität etwas besser als der reine Tonerdekontakt; ebenso wie dieser spaltet er praktisch nicht. In der Phenol- und N-Raffination hingegen ist ZnS nicht so gut wie Tonerde. Vom reinen ZnS aus nimmt mit steigendem Terranagehalt der Kontakte die Hydrier-, Spalt- und Raffinationswirkung vorerst zu.

Die Hydrieraktivität erreicht ca. zwischen 20 und 70 % Terrana ein sehr breites Maximum. Alle diese Kontakte zeigen auch in den ersten 4 Tagen praktisch kein Abklingen. Kontakte mit mehr als 70 % Terrana liegen schon in ihrer Spitzenaktivität schlechter und klingen ausserdem noch rasch ab.

Die Spaltaktivität erreicht zwischen 40 und 70 % Terrana ebenfalls ein Maximum, etwa ebenso wie bei den Tonerde-Terrana-Kontakten. Die Kontakte mit mehr als 70 % (also auch 100 %) Terrana im Träger spalten (nach Abklingen der Aktivitäts-Spitze) wieder weniger, aber immer noch viel stärker als der reine ZnS-Kontakt.

Die Phenol- und N-Raffination erreichen ihr Maximum (Minimum der Tabellen-Werte) zwischen 30 und 70 % Terrana im Träger also ebenfalls etwa in der Gegend des Spaltmaximums. Die Phenol- und N-Werte der B-Mittelöle von den Kontakten mit 33, 50 und 67 % Terrana lassen erwarten, dass diese B-Mittelöle sich gut benziniieren lassen werden. Bei der Unsicherheit der N-Werte kann dies allerdings nur der Versuch bestätigen.

#### IV. Versuch mit einem ZnS-Terrana-Ni-Kontakt im 200 ccm-Ofen auf Grund guter Ergebnisse in 30 ccm-Ofen.

Mit dem Kontakt 8502 (= 55 % 6109 + 14 % ZnS + 3 % NiS + 30 % WS<sub>2</sub>, 206 kg 7/cbm) war im 30 ccm-Ofen (Versuch No. 143, Bericht 19330 1) Anilinpunkt 48 im Anfall bei 27 % Benzin

-150°C erhalten worden. Der Phenolgehalt von 0,02 % und der N-Gehalt von 0,004-0,005 % im Mittelöl waren so gut, dass mit diesem Kontakt ein grösserer Versuch angesetzt wurde.

In diesem Versuch im 200 cm Ofen (Blatt 4304) wurde bei weitem nicht die erwartete gute Hydrierung und Raffination erhalten. Das Ergebnis ist auf Kurvenblatt III dargestellt. Wie daraus hervorgeht, verlief der Versuch auch unter schwachem Kontaktabklingen. Das Mittelöl von diesem Versuch wurde trotzdem in einem vierzehntägigen Versuch benziniert. Wie auf Grund des Anilinpunkts (39), Phenolgehalts (0,31 %) und des N-Gehalts (0,011 %, 41 mg bas.N/l) des Mittelöls schon erwartet wurde, mussten Temperaturen von ca. 410°C (z.Vergleich: bei gut vorhydrierten Mittelölen 375 - 385°C) angewendet werden, um auf ca. 50 % Benzin bis 150°C im Abstreifer zu kommen. Das erhaltene Mischbenzin aus Vorhydrier- und Benzinierstufe hatte bei 58 % - 100 und Endpunkt 150°C die guten Oktanzahlen Mo. 73,5 und Motor +0,12 % bei 9l. Die Vergasung des gesamten Prozesses war mit ca. 15 % in Anbetracht der hohen 6434-Temperatur verhältnismässig niedrig.

Besonders wichtig an diesem Versuch erscheint die Tatsache, dass auf Grund der Basenzahl (hier bekannt als Stickstoff Me) eine Voraussage hinsichtlich der Benzinierbarkeit gemacht wurde, die sich dann auch bestätigte. Auf Grund des Kjeldahl-Stickstoffs des Mittelöls (genannt Stickstoff Lu) konnte eine solche Voraussage nicht gemacht werden. Dies wurde in unseren Versuchen schon öfters beobachtet, aber noch nie in solcher Klarheit wie in diesem Fall.

Tabelle I.

Ferrana (6108)-Tonerde (8500)-Kontakte mit 10 Gew.-% MoO<sub>3</sub> und 3 Gew.-% Ni<sub>2</sub>O<sub>3</sub>  
HF-behandelt und geschwefelt.

Vers. No.	Kont.Träger		Kont. No.	Anilinpunkt Anfall Untersuchung am 2. bzw. 3.Tag.														Bemerkungen
	% 8500	% 6108		1. Tag	2.	3.	4.	S.B.	150	180	225	300	S.B.	Phen.	150	Tag		
224	100,0	0,0	8506	50	47	47	-	100	16	28	58	97	304	0,02	0,017	48	2.	=7878 aus HF-Tonerde
223	87,5	12,5	8605	42	37	36	28	97	20	31	59	95	315	0,02	0,010	41	2.	
262	67,7	33,3	8634	40	37	30	21	70	29	44	72	-	295	0,07	0,010	30	3.	
231	50,0	50,0	8585	40	35	32	32	75	30	44	72	99	300	0,02	0,004	36	2.	
263	33,3	67,7	8633	41	30	22	22	66	30	43	71	98	301	0,02	0,023	20	3.	
232	12,5	87,5	8602	40	15	12	9	83	26	41	67	97	308	0,06	0,008	13	2.	
213	0,0	100,0	8597	39	28	17	-	88	22	34	62	96	310	-	0,016	ca.18	2.	
131	100,0	0,0	7878	46	43	44	44	100	15	28	58	97	305	0,02	0,006	44	2.	=7878 normale Charge.

853

Tabelle II.

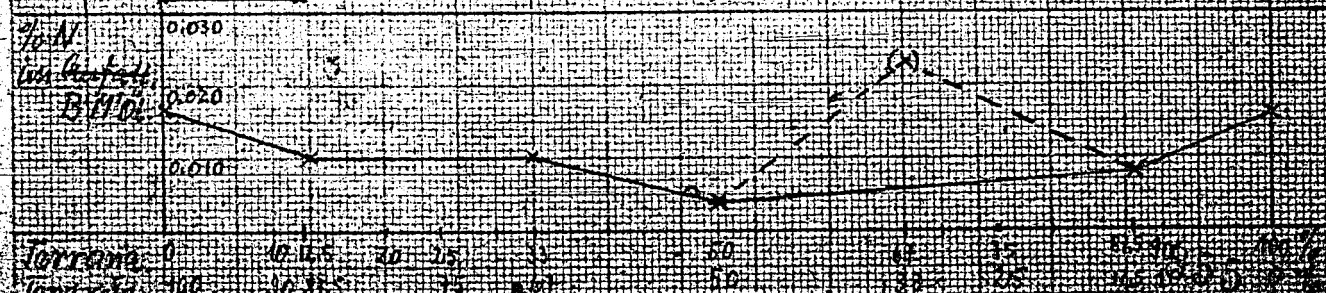
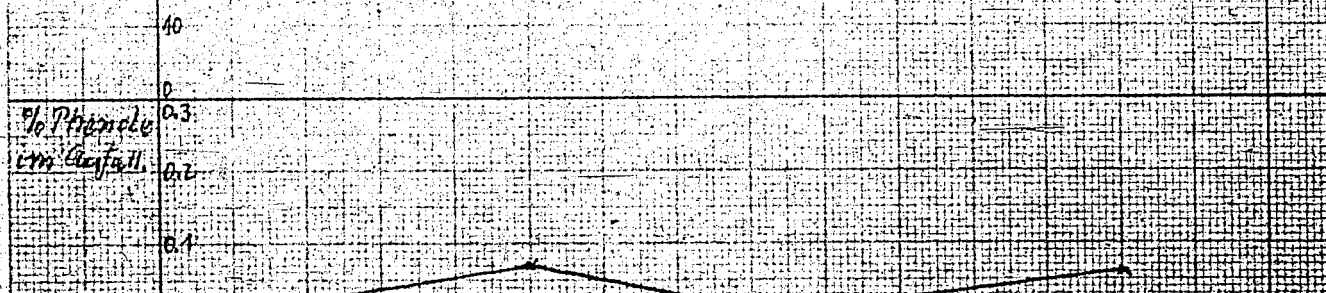
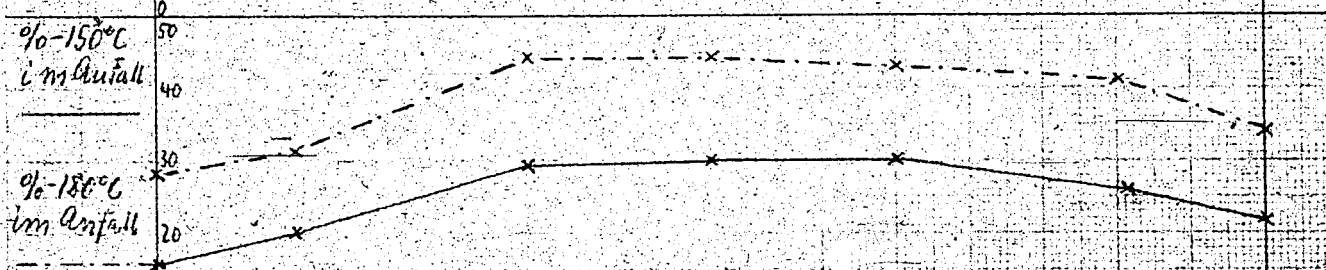
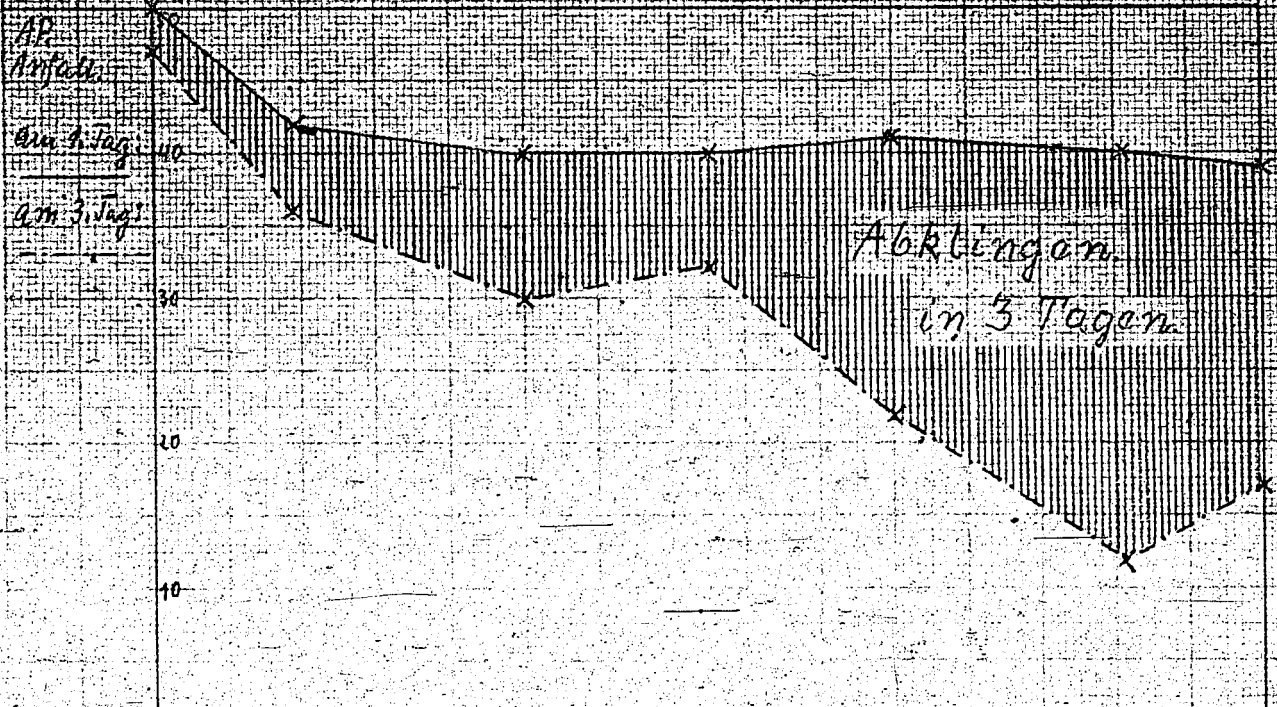
6109-ZnS-Kontakte mit 150g  $WO_3$  und 28 g  $Ni_2O_3$  pro Liter, geschwefelt.

Vers. No.	Kont.-Träger		Kont. No.	Anilin-Anfall				Untersuchung am 2. Tag bezw. 3. Tag								Bemerkungen	
	% ZnS	% 6109		1. Tag	2.	3.	4.	S.E.	% -150	% -180	% -225	% -300	S.E.	% Phen.	% H		AP > 150
264	100	0	8635	42	46	41	44	97	15	28	55	96	306	0,20	0,022	42	3. Tag
254	90	10	8628	44	41	44	45	85	24	38	64	-	292	0,11	0,015	47	3. "
253	75	25	8627	46	45	46	47	93	18	30	57	-	298	0,08	0,015	48	3. "
252	67	33	8626	44	46	43	47	85	30	44	74	-	284	0,02	0,012	49	2. "
250	50	50	8625	46	46	47	44	74	33	48	78	-	283	0,02	0,008	49	2. "
249	33	67	8624	46	45	41	43	72	34	48	78	-	284	0,02	0,010	47	2. "
244	25	75	8616	39	35	32	32	76	30	42	70	97	302	0,22	0,003	35	2. "
243	10	90	8615	38	35	31	26	72	32	48	74	-	297	0,03	0,009	37	2. "
241	0	100	8614	35	28	17	10	78	27	38	63	94	310	0,24	0,015	8	2. "
62	-	-	8354	38	41	43	41	95	15	27	53	95	310	0,02	0,005	43	Zum Vergleich = 7846 W150
	100	$Al_2O_3$															



Nachprüfung mit Jambou-Verfahren in 1000  
 Versuchen in einem Bleib-Ofen, 185°C, 1000  
 h.

### Kurvenblatt I

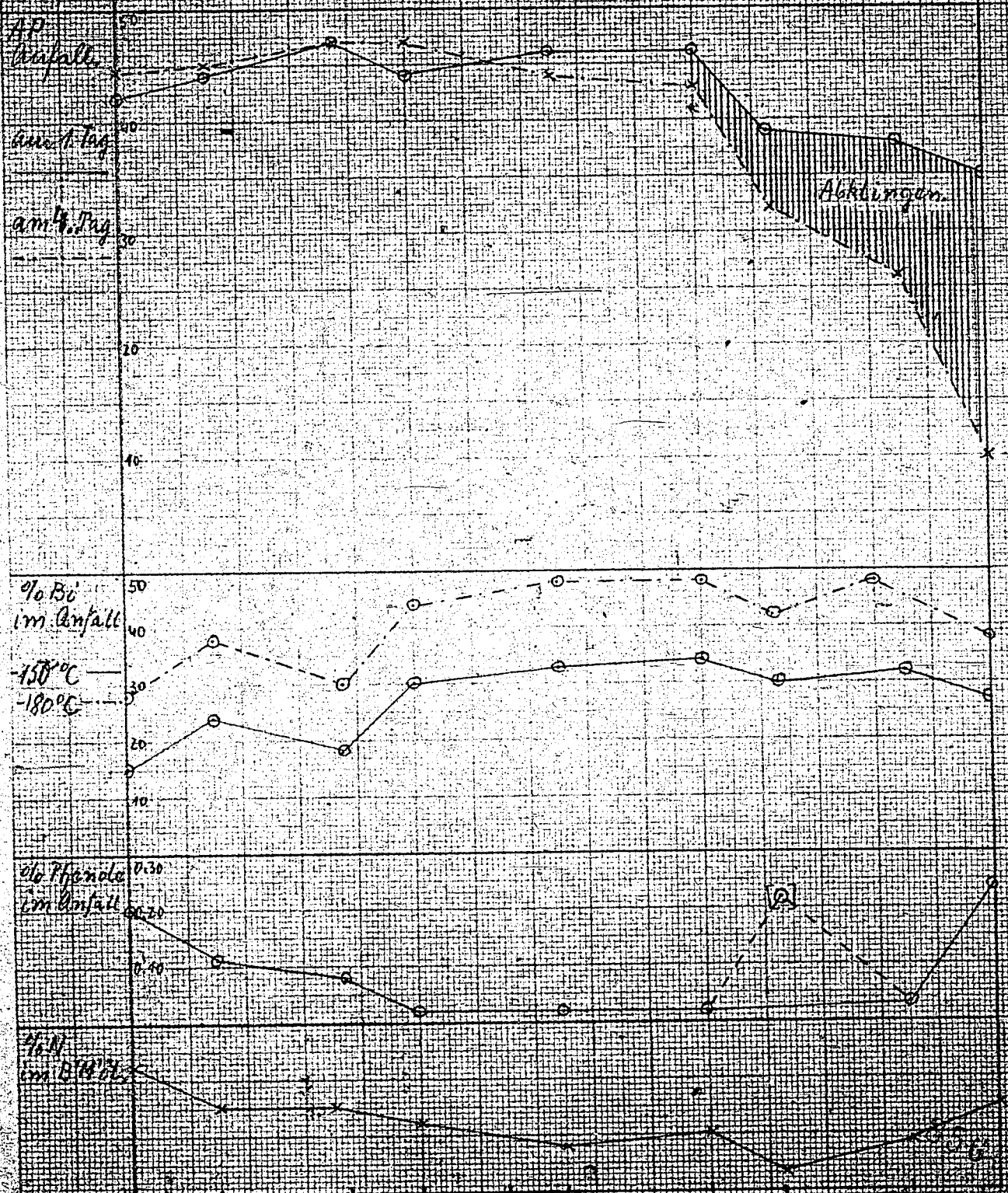


I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft  
 Ludwigshafen a. Rhein

15.11.1926

Kurvenzeichnung im Maßstab 1:100000  
 für die Anlagen des Kraftwerks

Kurvenblatt II

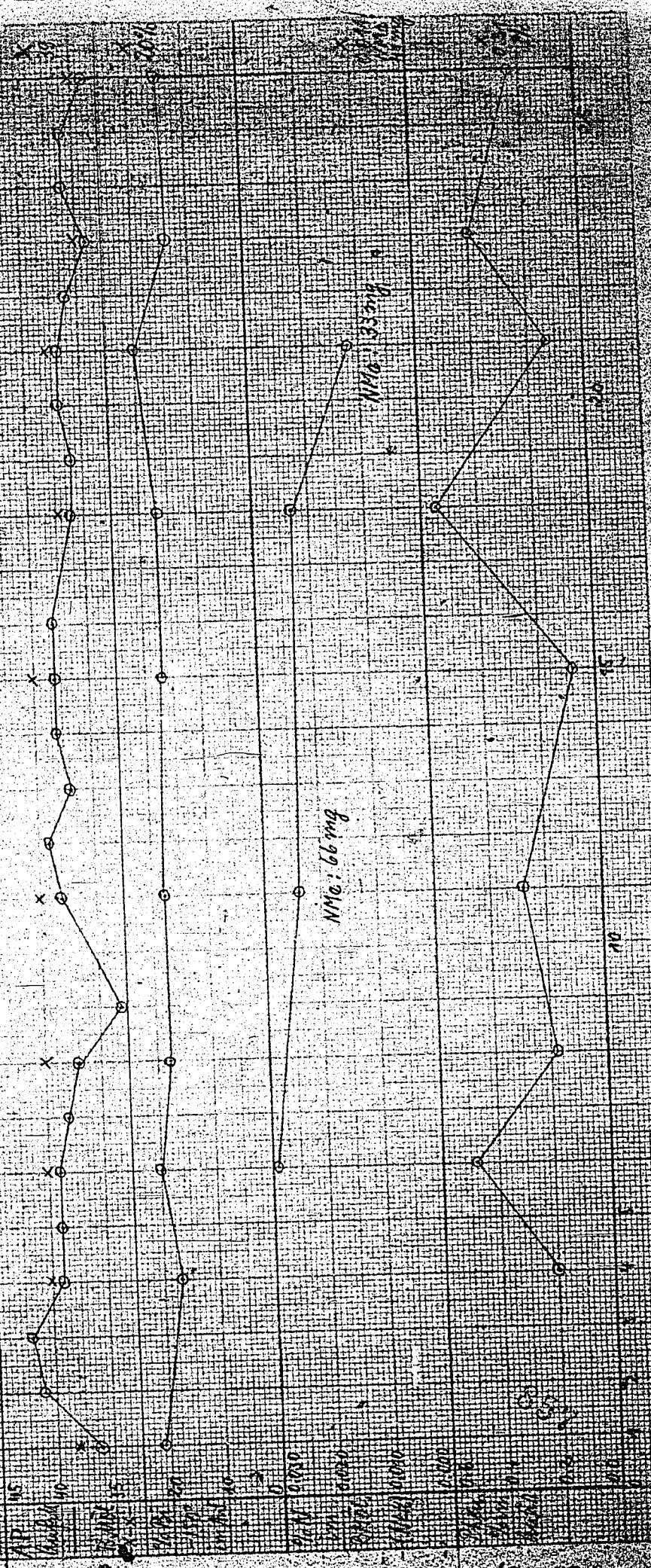


I. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft  
 Ludwigshafen a. Rhein.

1/16 15.4.42

Durchdringung mit Kontakt 8502. (53% NiO, 14% NiS, 3% NiS, 30% NiS)  
 P 2071, 850ab, 22.5 MV, Du 0.8; Spas: 0l = 3.0; 0.4% 0.5, beim d.

Kurvenblatt II



f. J. J. J. J. J.  
 No. 31.  
 Reite Platz  
 Zurück an  
 Wetzlar Dr. Dr. F.

Direkto  
 Dr. War  
 Fernspr  
 ESSEN  
 GELSENKI  
 Her  
 Dir  
 I. G  
 L  
 IHRE ZEICH  
 Wetzlar

Zurück an

Vorzimmer Dir. Dr. Pies

Direktor

Dr. Wankler i/Ps.

# RUHROL G.M.B.H.

HUGO STINNES WERKE

Fernsprecher der Gew. Math. Stinnes  
ESSEN 51921 GLADBECK 2475  
GELSENKIRCHEN 37241 BOTTROP 3283

Drahtwort:  
RUHROL BOTTROP L

Bankverbindungen der Gew. Math. Stinnes  
REICHSBANK ESSEN  
POSTSCHECK ESSEN 4380

Geheim!

Einschreiben!

Herrn

Direktor Dr. Dr. c. h. P i e s e r,  
I. G. - Farbenindustrie A.-G.,

L u d w i g s h a f e n a. Rh.

Anschrift für Wagonladungen  
Station Mathias Stinnes

für Stückgüter  
Horst-Embacher-Nord

IHRE ZEICHEN

IHR SCHREIBEN

UNS. ABT. U. ZEICHEN

TAGEBUCH-NR.

BOTTROP, Postfach 122  
27. Januar 1941.

Dr. Wi./Po.

HAUSRUF:

*Wagner 6*

Sehr geehrter Herr Dr. Pieser!

In der Anlage übersende ich Ihnen zu Ihrer  
Information ~~Druckdruck~~ eines ~~Leitworts~~ Schreibens an  
das Amalgamwerk Merseburg nebst Aktiennotiz über die  
Gasphaserversuche bei 700 atm. mit Loxna-Mittelöl.

Mit freundlichen Grüßen und Heil Hitler

Ihr sehr ergebener

*Handwritten signature*

2 Anlagen.

1941

858



Dr. I./Kr.

AktennotizBetr.: Hydrierung von Braunkohlen - Mittelöl über Ruhröl - Kontakte:

In Übereinstimmung mit dem am 21.1. 1941 zusammen mit Herrn Dr. B e c k e r, Leuna und Herrn Dr. D ö l l e i n, Leuna, festgelegten Versuchsprotokoll, soll ergänzend über die Versuchsperiode vom 7. - 17. 1. folgendes mitgeteilt werden:

Beim Ammoniakwerk Merseburg wurde ab 7.1. in einer 5 kg Apparatur im Bau Nr. 869 unter Leitung von Herrn Dr. D ö l l e i n ein Versuch bei 700 atü gefahren. Es sollte geprüft werden, wie sich Braunkohlen-Mittelöle nach der Art der Ruhröl mit Steinkohlenspech - Mittelöl bestens bewährten Arbeitsweise hydrieren lassen, und welche Feinqualitäten nach diesem Verfahren erhalten werden können. Da von unserer Seite Erfahrungen über die Hydrierfähigkeit von Braunkohlenprodukten nach unserer Arbeitsweise noch nicht vorlagen, wählten wir zuerst den Kontakt so, dass trotz des hohen Phenolgehaltes im Einspritzprodukt (Braunkohlen - A - Mittelöl hat etwa 10 % gegenüber 5 % Phenole im Pech - Mittelöl) eine sichere Reduktion der Phenole erreicht werden musste. Im Verlauf des Versuches zeigte sich dann, dass die Phenole des Braunkohlenöls wesentlich leichter reduzierbar sind als die des Pech - Mittelöls. Bei einer Belastung von 2,0 kg/l/Std. und einem Wasserstoffpartialdruck von 450 atü lag der Phenolgehalt des Abstreifers noch bei 0,01 %. Andererseits war der Kontakt aber so aktiv, dass trotz einer Belastung von 2,0 kg/l/Std. und einer Reduzierung des Drucks auf 450 atü Partialdruck noch 82 Vol. % Benzin (Schnittpunkt 165°) im Abstreifer waren. Ein B - Mittelöl war nicht mehr vorhanden, da der Gesamt-Abstreifer ein Siedende von 220 - 230 hatte, der Rückstand also ein Schwerbenzin darstellte.

Der Versuch darf deshalb nur als ein orientierender Vorversuch angesehen werden. Er hat uns gezeigt, dass wir die hydrierende Komponente in Kontakt wesentlich abschwächen können, ohne eine schlechte Phenolreduktion befürchten zu müssen. Diese Abschwächung wird wünschensweise eine Leistungsverminderung herbeiführen, sodass das eigene B - Produkt wieder zurückgeführt werden kann. Wir erhoffen dadurch eine wesentliche Erhöhung der Aromaten im Benzin zu erreichen und die Oktanzahl, die schon bei dem Vorversuch 79,5 (Res.Meth.) betrug, noch erhöhen zu können.

Die Apparatur bestand aus einem Ofen von 5 l Kontaktraum. Der Kontakt war K 413. Er wurde von uns in 6 mm - Pillen geliefert, die aber in Leuna noch in kleinere Stücke zerhackt wurden.

Da wir befürchteten, dass der hohe Phenolgehalt von 10 % im Braunkohle - A - Mittelöl dem Kontakt schaden könnte, wurde der Versuch mit einem Gemisch von A - Mittelöl mit B - Mittelöl der 5056 - Kammer (1 : 1) gefahren. Dies Einspritzprodukt hatte eine Dichte von 0,870, einen Anilinpunkt von 32°, ein Siedeende von 325° und einen Phenolgehalt von ca 5 %. Das Gas wurde dem Benzol - Kreislauf des Werks entnommen. Es hatte ca 95 % Wasserstoff.

Der Versuch wurde begonnen am 7.1. mit einer Einspritzung von 0,2 kg/l/Std. bei einer Temperatur von 25,0 n.V., einem Druck von 700 atü (ca 600 atü H<sub>2</sub>-Partialdruck) und einem Produkt-Gasverhältnis von 1 : 3000. Bis zum 9.1. wurde die Belastung langsam auf 1,0 kg/l/Std. gesteigert und mit der Temperatur auf 28,5 n.V. vorgefahren. Da bei dieser Belastung noch der gesamte Abstreifer bis 162° überströmte, wurde bei gleicher Temperatur und gleichem Produkt-Gasverhältnis die Belastung bis zum 13.1. auf 2,0 kg/l/Std. gesteigert. Gleichzeitig wurde ab 11.1. der Druck auf 600 atü (ca 510 atü H<sub>2</sub>-Partialdruck) erniedrigt. Auch unter diesen Reaktionsbedingungen gingen noch 90 % des Abstreifers bis 165° über und das Siedeende des Abstreifers lag bei 250 - 250°. Der Druck wurde deshalb am 15.1. weiter herabgesetzt auf 530 atü (450 atü H<sub>2</sub>-Partialdruck). Die Benzinkonzentration betrug danach im Abstreifer noch 32 %, während das Siedeende des Abstreifers von 225° blieb. Am 17.1. 16° musste der Ofen abgestellt werden, da er eine zu hohe Druckdifferenz bekam. Der Ausbau ergab, dass der unterste Teil des Ofens und das Sieb voll von Asbestfäsern waren, die vermutlich von dem Packungsmaterial der Pumpenstopfbüchsen stammten. Der ausgebaute Kontakt war einwandfrei; der Abrieb im Hinblick darauf, dass der Kontakt durch das Zerhacken eine sehr kantige und eckige Form erhalten hatte und eine sehr hohe Produkt- und Gasbelastung aushalten musste, gering. Es wäre verfehlt, schon jetzt aus der erhaltenen Benzinqualität Rückschlüsse zu ziehen. Wie schon oben erwähnt, ist die Aktivität des Kontaktes für das Braunkohle-Mittelöl zu stark. Ein klares Bild ist erst dann zu bekommen, wenn das Einspritzprodukt kein 5056 - B - Mittelöl mehr enthält, und das eigene B - Mittelöl zurückgeführt wird. Immerhin ist es bemerkenswert, dass das Benzin schon jetzt nach einer Untersuchung in Leuna bei einem Siedeendpunkt von ca 160°, 50 - 60 Vol. % unter 100°

1.1.1. 862



und einem Anilinwert von ca. 40°, eine Oktanzahl von 79,5 (Res. Met.) hatte. Verlustberechnungen müssen bei der enorm grossen Aktivität des Kontaktes naturgemäss einen höheren Wert geben, als wenn mit einem gemässigten Kontakt bei einer Leistung von ca. 0,5 kg/l/Std. und einer Benzinkonzentration im Abstreifer von ca. 50 - 60% gefahren wird. Die Bilanzberechnung für den 16.1. ergab, bezogen auf das gesamte Einspritzprodukt, einen Verlust von 16 - 17%, bezogen auf das O<sub>2</sub>-freie Einspritzprodukt von 14 - 15%. Bei dieser Berechnung ist das aus dem Abstreiferentzugsgas herauskondensierte Gasbenzin zur Hälfte als Produkt und zur Hälfte als Vergasung eingesetzt worden.

Die Versuche werden mit unserem abgeschwächteren Kontakt K 429 fortgesetzt. Bei der neuen Versuchsreihe wird zur rascheren Erzielung von Resultaten nur das reine A - Mittelöl, trotz seiner 10% Phenole, als Einspritzprodukt benutzt. Wir hoffen im Hinblick auf den Vorversuch, dass der Kontakt diese hohe Phenolkonzentration verarbeitet ohne Schaden zu leiden. Die Betriebsbedingungen sollen so eingestellt werden, dass im Abstreifer nur 50 - 60% Benzol (-165°) sind. Nach Rückführung des eigenen B-Produktes werden dann endgültigere Angaben über Benzinqualität und Verluste zu machen sein.

*Handwritten signature*

Vapor φ ①

Zurück an  
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

Verarbeitung von Steinkohleverflüssigung aus Oberschlesischer Kohle im 1-litr.-Ofen. 1. Einstufige Verarbeitung bei 600 atm ohne und mit Dehydrierung. 1)

Zusammenfassung.

1) Sumpffphaseabstreifer aus ober-schlesischer Kohle (Beuthen- und Heinitz-Grube) der Heizölfahrweise mit 40 % Sumpfbenzin -200° wurde bei 600 atm über einen Terrana-HF-ZnS-Mo-Kontakt (K 7421) einstufig benziniert. Es werden Benzine mit 27 - 28 Vol.-% Aromaten erhalten, die bei Endpunkt 150 und 1650 sich im Überladeversuch gleich verhalten und danach mindestens B4-Qualität besitzen. Nach dem DHD-Verfahren wird aus dem 600 atm-Benzin ein DHD-Benzin mit ca. 50 Vol.-% Aromaten erhalten, das im Überladeverhalten etwa 1/2 atm unter DHD-Benzin aus Scholvener Verflüssigung liegt.

2) Es wurde eine Reihe von Vergleichsversuchen angestellt, und zwar Produktvergleiche unter Verwendung von ober-schlesischem Mittelöl (ohne Sumpfbenzin), Scholvener Mittelöl, Scholvener Verflüssigung einschließlich Sumpfbenzin und ein Kontaktvergleich mit einem Terranakontakt, der außer Zn und Mo noch Cr und Mg enthält (K 8239). Über die Qualitäten und Ausbeuten der verschiedenen Benzine orientieren die folgenden Tabellen.

1) Vgl. auch Bericht 18 7991 vom 7. 6. 41.

600-atm-Benzinierung von Verflüssigung einschließlich Sumpfbenzin.

Ausgangsöl	Scholv. Verflüssigg.		Verflüssigg. aus obereschles. Kohle		
Kontakt	8239	7421	-	-	-
Temperatur	24	24	23,5	23,5	-
% Benzin im Abstreifer <sup>2)</sup>	65	42	47	37	DHD-Bi aus Bi -170°
<u>Benzin:</u>					
Endpunkt (korr.) °C	165	165	165	150	165
z - 100°	41	37	42	46	49
Vol.-% Aromaten	26	28	27	28	53,3
Dampfdruck atm	(0,33)	0,29	0,33	0,26(?)	0,27
<u>Oktanahlen: (QFR)</u>					
Research	78,5	79	(77)	78	93,5
Motor	74,3	73,3	71,3	72,8	79,5
" + 0,12% Blei	90,3(?)	86,5	86	87	92
<u>Restbenzin:</u>					
O.Z. Motor	66	-	65,5	65,5	68
" + 0,12% Blei	87,5	-	85,5	86,5	-
Qualität	-	-	Überladeverhalten gleich, Minim. 1/2 atm über B <sub>4</sub>		1/2 atm <sup>3)</sup> unter DHD-Bi aus Steinkohle
<u>Ausbeute aus 100 kg Ausgangsöl:</u>					
Benzin kg	89	85,5	88	(86,5)	84
Butan "	(4)	(5)	(5)	5	(5)
% Iso im Butan	(40)	(40)	(40)	41	(37)

(Werte in Klammern geschätzt)

2) bei Durchsatz 1-1,1 kg pro ltr u. Std.

3) Nach Restbenzin-O.Z. ist diese Überladekurve zu günstig; auf Dampfdruck 0,4 umgeschätzt, wäre 1/2 - 1 atm unter DHD-Steinkohle zu erwarten.

600 atm.-Benzinierung von Verflüssigung ohne Sumpfbenzin z. Vergleich.

Ausgangsl	Scholvener Verfl.-Mittelöl				OS-Verfl. Mittelöl
Kontakt	8239	7421	-	-	-
Temperatur mV	24	24	22,5	22,5	23,5
% Benzin im Abstr. <sup>3)</sup>	45	42	42	DED-Bi aus Bi -170 <sup>4)</sup>	38
<u>Benzin:</u>					
Endpunkt °C	165	165	150	165	165
% - 100°	32	37	49	41	41
Aromaten Vol.-%	33,5	31	27	48	27
Dampfdruck atm	(0,33)	0,33	0,47	(0,4)	0,33
<u>Ortanzahlen (CFR)</u>					
Research	83,5	82,5	84	96/110	78(?)
Motor	76	76	76,5	81	75,5
" + 0,12% Blei	89,5	89	90,5	93,5	89
<u>Restbenzin:</u>					
O.Z. Motor	68	(68)	69,5	71	(68)
" + 0,12% Blei	89	(88,5)	(90)	89	(88,5)
Qualität			Überlad. Min. 1 atm unter 01	Überlad. <sup>5)</sup> Min. 7/2 atm unter DED Steinkohl	
<u>Ausbeute aus 100 kg Ausgangsl:</u>					
Benzin kg	85	83	82	81	87
Butan "	(6)	(7)	(8)	7	(5)
% iso im Butan	(40)	(40)	(50)	(47)	(45)

(Werte in Klammern geschätzt)

Danach scheinen bei der Verarbeitung von benzinfreiem Mittelöl die Qualitäten der Benzine, die man mit den beiden Kontakten bzw. aus Scholvener und oberschlesischem Mittelöl erhält, anscheinend gleich. Mit K 8239 ergab sich ein etwas höherer Aromatengehalt. Durch anschließende Dehydrierung läßt sich aus Scholvener Mittelöl ein Benzin von DED-Steink. - Qualität herstellen,<sup>4)</sup> aus o.s.-Mittelöl dürfte die gleiche Qualität zu erreichen sein.

866

3) bei Durchsatz 1,2-1,6 kg/ltr u. Stde.

4) %-1000 etwas zu niedrig. Bei 45%-1000 wie DED-Steinkohle, vgl. S. 12

5) Überladung nach Restbenzin-O.Z. umgeschätzt, vgl. S. 12.

Bei Mitverarbeitung von Sumpfbenzin liegen Oktanzahlen und Restbenzin-Oktanzahlen durchschnittlich 3 Punkte schlechter, außerdem ergeben sich in diesem Falle Qualitätsunterschiede zwischen den verschiedenen Produkten: aus oberschlesischer Verflüssigung wird ein etwas schlechteres Benzin erhalten als aus Scholvener Verflüssigung und mit K 8239 anscheinend etwas besseres als mit K 7421. Falls die beobachteten Ausbeuteunterschiede reell sind, wäre die Ausbeute mit K 8239 etwas besser als mit K 7421, ferner mit oberschlesischer Verflüssigung besser als mit Scholvener Verflüssigung. Die Richtung der Ausbeuteunterschiede ist mit und ohne Sumpfbenzin die gleiche.

Im Falle der Mitverarbeitung von Sumpfbenzin war der Raffinationsgrad einiger Proben nicht ganz ausreichend.

Der K 7421 wurde in einem 114-tägigen Dauerversuch geprüft; er zeigte in dieser Zeit leichtes Abklingen, sodaß die Temperatur zur Konstanthaltung der Leistung von anfangs 22,5 auf 24 mV erhöht werden mußte. Bei großtechnischer Fahrweise könnte man danach wohl mit einer Lebensdauer des Kontaktes von ca. 1 Jahr rechnen.

#### Die Versuche.

Zur Schaffung von Unterlagen für die Planung der Gasphase in Oberschlesien wurde im 1-ltr-Ofen 308/III in einem längeren Dauerversuch die einstufige Benzinierung (ohne Vorhydrierung) von Sumpfabstreifer der Heizölfahrweise von oberschlesischer Kohle bei 600 atm durchgeführt. Als Ausgangsmaterial wurden Mittelöl und Benzin  $-200^{\circ}$  aus K 1242 (Beuthen- und Heinitz-Kohle) vom Heizölgroßversuch in Kammer 804 im Anfallverhältnis 60 : 40 gemischt verwendet; die Mischung enthielt  $28\% - 165^{\circ}$  (vgl. Tabl. 1). Die Versuche wurden mit einem Bleicherdekontakt (K 7421 = Terrana HF + 20% ZnS + 1% MoO<sub>3</sub>, 0,5 ltr = 490 gr) durchgeführt. Zum Vergleich sind einige früher mit einem ähnlichen Kontakt erhaltene Ergebnisse (K 8239 = Terrana + 5,7% ZnO + 1,2% MgCO<sub>3</sub> + 2,9% Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, HF-behandelt, + 5% MoO<sub>3</sub>, 1 ltr = 920 gr) mit herangezogen, ferner Ergebnisse über die Verarbeitung von

Scholvener Verflüssigung ohne und mit Sumpfbenzin mit den beiden genannten Kontakten. Über Parallelversuche zur zweistufigen Benzinierung bei 250 atm, (Vorhydrierung mit K 8376, Benzinierung mit K 5434) wird getrennt berichtet.

Der Versuch mit K 8239 lief insgesamt 26 Tage bei 24 und zwischendurch 23 mV, der Versuch mit K 7421 114 Tage bei Temperaturen von anfangs 22 - 22,5 mV, später 24 und 23,5 mV. Über einige Ergebnisse des Versuches mit K 7421 wurde schon berichtet, und zwar über Einfluß von Temperatur und Durchsatz während einer Fahrperiode mit Schwefelung des Einspritzproduktes, welche letztere, wie sich später herausstellte, den Aromatengehalt des Benzins erniedrigte (vgl. Ber. 19 9981 v. 19.2.42) und über diesen Schwefelungseffekt selbst (vgl. Ber. 19 9671 v. 18.2.42).

Folgende Benzine des Versuches mit K 7421 wurden hinsichtlich ihres Überladeverhaltens untersucht:

aus Scholvener Mittelöl:

- 1) Benzin mit Endpunkt 150° und 31 Gew.-% Aromaten,
- 2) " " " 170° durch Dehydrierung der Anteile >100° auf 55 Gew.-% Aromaten gebracht,

aus s-Mittelöl + s-Benzin aus oberschlesischer Kohle:

- 3) Benzin mit Endpunkt 150° und 31 Gew.-% Aromaten
- 4) " " " 165° " 31 " " "
- 5) Probe 4, durch Dehydrierung der Anteile über 100° auf 55 Gew.-% Aromaten gebracht.

Die wichtigsten Daten dieser Proben sind in der Tabelle der Zusammenfassung wiedergegeben. Der Verlauf der beiden Versuche mit K 8239 und K 7421 ist auf den angehängten Kurvenblättern wiedergegeben, und zwar enthalten die Blätter 3-5 die Fahrperioden mit Mittelöl allein, die Blätter 6-7 diejenigen mit Mittelöl + Sumpfbenzin. Zu den Angaben über Benzinleistung und Benzinkonzentration im Abstreifer ist zu bemerken, daß sie sich auf die am Ofen anfallenden Benzine beziehen, die noch gelöstes Gas enthalten. Leistung und Konzentration der stabilisierten Benzine sind selbst nach Einzurechnen der Gasbenzinanteile, wie dies in den Bilanzangaben der Tabellen

geschehen ist, im allgemeinen um 1 bis einige Prozent niedriger. Die Produktuntersuchungen in den Tabellen 2 - 3 beziehen sich auf stabilisierte Benzine ohne Gasbenzinzusatz; die Tabellen enthalten aber die jeweils zugehörigen Gasbenzinnengen, mit deren Hilfe die geringe Änderung der Benzineigenschaften bei Zusatz des Gasbenzins abgeschätzt werden könnte. Die Übersichtstabelle der Zusammenfassung enthält so korrigierte Werte für gasbenzinhaltige, stabilisierte Benzine, wobei der Umschätzung folgende Annahmen zugrunde gelegt werden: 1 % Gasbenzin (hauptsächlich Pentane mit hohem Iso-Gehalt) erhöht den Dampfdruck um 0,015 atm, Grundoktanzahl und Bestbenzin-Oktanzahl um 0,2 Einheiten, den Bleiwert um 0,1 Einheit und das Minimum der Überladekurve um 0,07 Atm. Die Korrekturen sind in allen Fällen unerheblich und würden daher durch etwas abweichende Annahmen nur unwesentlich beeinflusst. Desgleichen wurden in der Tabelle der Zusammenfassung die Benzineigenschaften - soweit erforderlich - für Abweichungen der Benzinendpunkte von den Sollwerten 165° bzw. 150° korrigiert.

Tabelle 1 : Ausgangsöle.

Bezeichnung	Verflüssigung aus ober-schlesischer Kohle			Scholvener Verflüssigung			
	K 1242 s-Bi v. Ka 804 10.10.41	K 1242 s-M'Öl Ka 804 10.X.41	K 1242 s-M'Öl+ s-Bi (60:40) 10.X.41	P 1421 -265° 5.7.41	P 1271 red. 1.7.41	P 1271 red.vom 1.7.41+ P 1421 -1650 v. 5.7.41 (60:40)	P 1271 red.vom 15.12.41 +P 1421 -165° v. 5.7.41 (70:30)
Spez. Gew./20°C	0,796	0,975	0,894	0,750	0,970	0,882	0,905
Anilinpunkt °C	+18,5/53	-19,5/ber.	-0,5/ber.	+32	-21 ber.	+11	-1
<b>ASTM</b>							
Beginn: °C	53	182	63	57	168	66	68
70	5	-	1,5	4	-	1	1
100	23	-	9	52	-	13	10
150	60	-	23	95	-	31	24
165	71	-	28	-	-	36	28
180	81	-	34	-	1,5	42	32
200	90	2	41	-	5	52	45
250	-	35	63,5	-	45,5	72	68
300	-	77	83,5	-	82	90	88
325	-	93	92	-	98,5	-	99
Endpunkt °C/%	240/95	348/982	337/97	158/975	328/99	320/99	325
Bemerkungen	1,1% gel. Gas					aus den Analysen der Komponenten berechnet	869

Tabelle 1: Fortsetzung.

Bezeichnung:	Scholvener Verflüssigungsmittelöl P 1271			
	aus RW 515632	red. v. 11.6.41	30.9.41	15.12.41
Spez. Gewicht/20°C	0,960	0,964	0,968	0,972
Anilinpunkt °C	-17 ber.	-20, Ober.	-13,5 ber.	-15 ber.
ASTM: Beginn °C	138	150	110	160
% - 180°	5	2,5	2	1
% - 200°	13	7	4,5	9
% - 225°	34	30,5	30	21
% - 250°	49	51,5	48,5	42
% - 275°	66	69,5	66,5	63
% - 300°	85	89,5	87,5	85
% - 325°	-	-	96,5	-
Endpunkt °C	322/99	320/99	329/98,8	320/99

Tabelle 1 enthält die verwendeten Ausgangsöle,

Tabelle 2 Untersuchungen von charakteristischen Produkten der verschiedenen Perioden der Mittelölverarbeitung

Tabelle 3 entsprechende Untersuchungen von Produkten aus Mittelöl und Sumpfbenzin

Tabelle 4 Daten über die Dehydrierung von 2-Benzinproben

Tabelle 5 Analysen der fertigen DHD-Benzine

Tabelle 6 einige Restbenzin-Untersuchungen

Tabelle 7 Fraktionszerlegungen einiger Produkte

Kurvenblatt 1 Oktanzahlen und Aromatengehalte von Fraktionen in Abhängigkeit von 50%-Punkt der Fraktion

Kurvenblatt 2 Oktanzahlen, Restbenzin-O.Z., Aromatengehalte, %70 und bis 100°C in Abhängigkeit vom Benzinendpunkt, wobei Daten über Benzinfraktionen bis etwa 100°C, die aus Benzinen mit höherem Endpunkt herausgeschnitten wurden, mit aufgenommen sind, obwohl diese Benzine also nicht mit der richtigen Rückführung hergestellt wurden.



### Ergebnisse der Versuche:

Durch die beschriebene 600-atm-Benzinierung unter milden Aromatisierungsbedingungen werden aus Steinkohleverflüssigungs-Mittelöl mit und ohne Sumpfbenzin Benzine mit ca. 30 Vol.-% Aromaten erhalten.

Im Überladeverhalten sind diese Benzine bei s-benzinhaltigem Ausgangsöl im Minimum mindestens so gut wie B<sub>4</sub>, bei s-benzinfreiem Ausgangsöl etwa 2 atm besser, der Verlauf der Überladekurven ist entsprechend dem Aromatengehalt der Benzine wesentlich steiler als bei B<sub>4</sub>.

Die Benzine, die unter solchen Fahrbedingungen hergestellt waren, dass die Konzentration im Abstreifer im allgemeinen 40-45% bei Endpunkt 165° bzw. 35-40% bei Endpunkt 150° betrug, hatten 32-42% bis 100° und Dampfdruck etwa 0,3 atm bei Endpunkt 165°, bzw. 46-49% bis 100° und Dampfdruck etwa 0,45 atm bei Endpunkt 150°.

### Einfluss des Sumpfbenzins im Ausgangsöl:

Der verschlechternde Einfluss des Sumpfbenzins auf das Überladeverhalten der Benzine wurde bereits erwähnt. Das gleiche äußert sich in den Grund-Oktanzen (Motor-Methode 71,3 - 74,3 gegenüber 75,5 - 76,5 bei sumpfbenzinfreiem Ausgangsöl; Research-Methode 77 - 79 gegenüber 78 - 84), in den Bleiwerten (Motor-Methode + 0,12% Blei 85,8 - 87 (90,3?) gegenüber 89 - 90,5) und in den Restbenzin-Oktanzen (Motor-Methode 65,5 - 66 gegen 68 - 69,5, bzw. mit 0,12 % Blei 85,3 - 87,5 gegen 88,5 bis 90 bei sumpfbenzinfreiem Ausgangsöl). Die Oktanzahlverschlechterung beträgt danach im Mittel sowohl für die Gesamtbenzine als auch für die Restbenzine 3 Einheiten in den Grundoktanzen und etwa 2,5 Einheiten in den Bleiwerten.

Der Rückgang im Aromatengehalt bei Sumpfbenzinzusatz zum Ausgangsöl betrug bei K 8239 7,5% (33,5 → 26 Vol.-%), war bei K 7421 dagegen nur gering (27 - 31% → 27-28%), sodaß K 7421 zwar bei Verarbeitung von Mittelöl allein etwas weniger Aromaten, bei Verarbeitung von benzinhaltigem Mittelöl dagegen ebensoviel Aromaten lieferte wie K 8239. In früheren Versuchen mit dem Welheim-Kontakt K 7978, dem unser Kontakt K 8239 in der Zusammen-

setzung ähnelt, war eine Erniedrigung des Aromatengehaltes  $8,3\%$  ( $37 \rightarrow 28,5$  Vol.-%) beobachtet worden, wobei der Sumpfbenzin-gehalt etwas höher war als bei den jetzigen Versuchen ( $35\% - 165^\circ$  gegen jetzt  $28\% - 165^\circ$  im Ausgangsöl).

Während die Bombenteste (mit Blei) der aus Mittelölen erhaltenen Benzine einwandfrei waren, zeigte sich bei Mitverarbeitung von Sumpfbenzin verschiedentlich ein geringer Druckabfall beim Bombentest und in einem Fall auch eine ungenügende Glasschale nach dem Bombentest. Ein einwandfreier Bombentest wurde bei dem Benzin mit K 8239 und Scholvener Sumpfbenzin erhalten.

Die Vergasungen auf Benzin  $-165^\circ\text{C}$  + Vergasung bezogen schwankten ohne s-Benzinzusatz zwischen  $12,4$  und  $16,5\%$  (abgesehen von einer Fahrperiode mit 7 7421 und oberschlesischem Mittelöl, in welcher ein überraschend niedriger Mittelwert von  $10,6\%$  gefunden wurde; im Mittel  $14,4$  bzw. unter Berücksichtigung dieser letzteren Periode  $13,8\%$ ), mit s-Benzin zwischen  $8,6$  und  $12,4\%$  bzw. auf Neuleistung + Vergasung bezogen zwischen  $13,7$  und  $18,7\%$  (Mittel  $16,2\%$ ). Dieses Ergebnis besagt, daß bei Mitverarbeitung des Sumpfbenzins unter gleichzeitiger Durchsatzserhöhung wie hier von  $1,0 - 1,2$  auf  $1,2 - 1,6$ , d. h. unter Konstanthaltung der Benzinkonzentration im Abstreifer, die Vergasung auf Mittelöl allein bezogen um etwa  $2\%$  ansteigt bzw. bei Annahme einer konstant gebliebenen Vergasung des Mittelöls auf das Sumpfbenzin eine Vergasung (Raffinationsverlust) von  $6-8\%$  entfällt.

#### Vergleich zwischen K 8239 und K 7421.

Bei K 8239 lagen die Vergasungen sowohl mit als auch ohne Sumpfbenzin durchschnittlich um  $1,5 - 2\%$  niedriger als bei K 7421.

Zur Erzielung gleicher Benzinleistung erfordert K 8239 eine um etwa  $1$  mV höhere Betriebstemperatur. Erwähnt wurde schon, daß K 8239 bei Verarbeitung von Mittelöl allein etwas mehr Aromaten liefert als K 7421. Auffallend war, daß bei Temperaturerniedrigung von  $24$  mV auf  $23$  mV der Aromatengehalt bei K 8239 etwas anstieg (von  $36$  auf  $41$  Gew.-%, vgl. Kurvenblatt 3), ohne daß die  $100^\circ$  im Benzin dabei zurückgingen. Möglicherweise war die Rückführung hier doch noch nicht völlig eingestellt.

1) Soweit die Endpunkte etwas von  $165^\circ$  abwichen, wurden sie bei der vorliegenden Betrachtung mit Hilfe der Siedekurve auf E.P.  $165^\circ$  umgerechnet.

872

K 8239 wurde nur mit Scholvener Verflüssigung (mit und ohne s-Benzin) geprüft, die Qualität der erhaltenen Benzine ist dabei etwas besser als die der entsprechenden K 7421-Benzine, was am deutlichsten bei Betrachtung der Kurvenblätter 1 und 2 wird, in denen die Punkte für K 8239 deutlich über den O.Z.-Kurven für K 7421 liegen. Die Unterschiede betragen in den Grund- und Restbenzin-Oktanzen etwa 2 O.Z.-Einheiten, in den Bleiwerten für Benzin aus Mittelöl nur noch weniger als 1 Einheit, dagegen ist der Unterschied im Bleiwert für das Benzin aus s-Benzinhaltigem Ausgangsöl mit über 4 Einheiten außerordentlich hoch und muß daher als unsicher bezeichnet werden.

#### Vergleich der Benzine aus Scholvener und oberschlesischer Verflüssigung.

Dieser Vergleich ist nur bei K 7421 durchführbar. Dabei scheinen die Benzine aus den beiden (s-benzinfreien) Mittelölen praktisch identisch zu sein, während anscheinend das oberschlesische s-Benzin die Qualität des Benzins etwas stärker herabsetzt als eine gleiche Menge Scholvener s-Benzin. Nach Tab. 1 war das oberschlesische s-Benzin das wasserstoffärmere von beiden, während die beiden Mittelöle im Wasserstoffgehalt einander ähnlicher waren.

Erwähnt wurde schon, daß bei oberschlesischer Verflüssigung die Vergasung anscheinend etwas niedriger war als bei Scholvener Verflüssigung und zwar gilt dies sowohl bei Mitverarbeitung als auch ohne Sumpfbenzin.

#### Beobachtungen über Kontaktabklingen.

K 8239 wurde nur kürzer geprüft, sodaß über Abklingen nichts ausgesagt werden kann. Anzeichen für Abklingen ergaben sich im Verlauf des 26-tägigen Versuchs jedenfalls nicht.

K 7421 zeigte in dem 114-tägigen Versuch ein gewisses Nachlassen der Aktivität, man vergleiche etwa auf Kurvenblatt 5 die 700. mit der 2500. Betriebsstunde, oder die 650. mit der 2650. Stunde. Man kann danach sagen, daß der Kontakt nach 114 Betriebstagen bei 24 mV etwa die gleiche Aktivität hatte wie der frische Kontakt bei 22 mV. Dabei geht in den ersten 200 Stunden

eine gewisse Spitzenaktivität relativ rasch verloren, die eine Temperatursteigerung auf  $22,5 \text{ mV}$  erforderlich machte. Darnach ist das Abklingen nur noch langsam. Unter Berücksichtigung des häufigen Wechsels des Ausgangsöles und der Versuchsbedingungen scheint das Ergebnis befriedigend, und man wird im grossen wohl mit einer Lebensdauer des K 7421 von 1 Jahr rechnen dürfen.

#### Ergebnisse der Dehydrierung (vgl. Tabl. 4 u. 5)

Ein Sammelbenzin  $-170^{\circ}\text{C}$  aus Scholvener Mittelöl (Ofen 308/III vom 4. - 14. 1.) wurde nach Abtrennung des Leichtbenzins  $-100^{\circ}$  im 1-ltr-Ofen 308/I über Kontakt 7360 dehydriert. Der verwendete Kontakt war auf einer Laborprobe von Oppauer Tonerde von normaler Qualität hergestellt (Tonerdeprobe Ko 3a, ergänzt durch Ko 3, Aktivität vgl. Bericht Reitz von 17. 3. 42 Nr. 200771). Das Schwerbenzin wurde bei 25 atm, Durchsatz 0,5, 1 cbm Gas je kg Öl in zwei 24- bzw. 12-Stunden-Zyklen verarbeitet; dabei wurde jeweils bei einer Temperatur von  $26,5 \text{ mV}$  (konstant im ganzen Ofen) angefahren. Durch Kontrollieren des Abstreifer-Anilinpunktes wurde festgestellt, dass ein Vorfahren der Temperatur zur Konstanthaltung des Anilinpunktes im Verlauf dieser Versuche nicht erforderlich war. Die Abstreiferprodukte hatten einen Aromatengehalt von 74 bzw. 72 Gew.-% bei den relativ guten Ausbeuten von 93,5 bzw. 94 % ( $\text{C}_4$ -frei). Die Ausbeuten sind ähnlich wie bei früheren Versuchen zur Dehydrierung der Schwerbenzinfractionen der 600-atm-Benzinierung (milden Aromatisierungen). Die Ausbeute an Mischung von Leichtbenzin + DHD-Benzin mit etwa 50 Vol.-% betrug bezogen auf das Ausgangsbenzin mit 29 Vol.-% Aromaten 95,7 % bzw. bezogen auf s-Mittelöl etwa 80%. (Qualität s.S. 12)

Ein Sammelbenzin  $-170^{\circ}$  oberschlesischer Verflüssigung (Benzin + Mittelöl) (Ofen 308/III vom 9.2.-8.3.) wurde nach Abtrennung des Leichtbenzins  $-100^{\circ}$  im 40-ltr-Ofen 601 mit Kontakt 7935 (Faß 1-5/12-17) bei 50 atm Gesamtdruck im Gaskreislauf (entsprechend etwa 35 atm  $\text{H}_2$ -Partialdruck), Durchsatz 0,4, 1,5 cbm Gas je kg Öl in einem 572-Stunden-Zyklus dehydriert. Die Zykluslänge war so kurz wegen der beschränkten zur Verfügung stehenden Produktmenge; die Temperaturlage der Ofen war:

Ofen 1 = 27,7 - 25,2 mV (Mittel 26,6), Ofen 2 = 26,8 - 26,0 mV (Mittel 26,3), Ofen 3 = 27,2 - 26,4 mV (Mittel 26,8), Ofen 4 = (Refinierungssofen) 15 mV. Die Ausbeute an  $C_4$  an dem Abstreifer war mit 92,9% etwa 1 % niedriger als bei der Dehydrierung der Benzinprobe aus Scholvenener Mittelöl in 1-ltr-Ofen. Die Koksmenge betrug 0,27 % auf Einspritzung.

Das Benzin lag in der Überladung  $\frac{1}{2}$  atm unter normalen DHD-Benzin aus Steinkohle (als solches wird bei den Überladerversuchen ein in Ludwigshafen in der Großapparatur aus Scholvenener Verflüssigung der Benzin- und Mittelölfahrweise über 250-atm-Vorhydrierung und Benzinierung hergestelltes DHD-Benzin verwendet). Der Qualitätsunterschied zwischen beiden Benzinen ist wohl in der Hauptsache auf einen höheren Sumpfbenzingehalt in der Verflüssigung der Heizölfahrweise zurückzuführen, zu einem Teil möglicherweise aber auch auf eine Verschiedenheit der oberschlesischen und der Scholvenener Kohle. Der etwas geringe Pentangehalt des Benzins aus oberschlesischer Kohle, der teilweise auf das Fehlen des Gasbenzins der Benzinierungs- und Dehydrierungsstufe zurückzuführen ist, ist kein Grund für seine geringere Qualität. (ausreichender)

Demgegenüber ist anzunehmen, dass bei Verarbeitung von benzinfreiem Mittelöl die Qualität von normalem DHD-Benzin aus Steinkohle (s.o.) erreicht wird.

In der Überladekurve lag das hier aus Scholvenener Mittelöl erzeugte DHD-Benzin (s.o.) zwar in Minimum nur  $\frac{1}{2}$  atm über der 67,6-Vergleichskurve, die Probe war allerdings auch in den  $>100^\circ$  etwas zu knapp. Einerseits liegt nun eine genauere Betrachtung der Überladekurve (Vergleich mit anderen Proben unter Berücksichtigung von Aromatengehalt und Restbenzin-O.Z.), dass ihr Minimum etwa  $\frac{1}{2}$  atm niedriger liegt als zu erwarten wäre, welche Diskrepanz aber wohl noch innerhalb der Fehlergrenze des Überladeverhaltens liegt. Andererseits lässt sich die Qualitätssteigerung, die bei Steigerung des Gehalts an Leichtbenzin etwa auf  $45\% - 100^\circ$  durch Zusatz des zugehörigen Gasbenzins aus Benzinierungs- und DHD-Stufe (ca. 3% bezogen auf DHD-Benzin) sowie durch etwas schärfere Dehydrierung eintreten würde, folgendermassen abschätzen: Da das Gasbenzin vorwiegend aus Pentan besteht, würde die O.Z. des Restbenzins  $<100^\circ$  etwas gesteigert (etwa auf 76); ebenso würde auch die O.Z. des Restbenzins  $>100^\circ$  durch Verschiebung der Siedekurve etwas erhöht, was für die vorliegende Betrachtung aber unwesentlich ist. Das Restbenzin würde statt 68%  $<100^\circ$  nunmehr etwa 86%  $<100^\circ$  und eine entsprechend um mindestens 4 Punkte höhere Oktanzahl (74-75) haben. Dieser O.Z.-Steigerung entspricht eine Hebung des Minimums der Überladekurve um ca. 0,3 atm. Das Benzin wäre dann in der Restbenzinqualität und danach auch in dem erwartenden Überladeverhalten ebensogut wie normales DHD-Benzin aus Steinkohle, wie oben

Bilanzschema für Dehydrierung

100 kg s-Mittelöl (Scholven) + 3 kg DHD-Rückstand

600 atm Benzinierung mit K 7421  
22,5 mV, Durchs. 1,0 kg/ltr/h

88 kg Benzin -170° (32 Gew.-% Aromaten)  
+ 6,5 kg Butan (50% iso)

Destillation

28,5 kg Leichtbenzin  
-100°C (22 Gew.-%  
Aromaten)

59,5 kg Schwerbenzin > 100°C  
(37 Gew.-% Aromaten)

52,7 kg DHD-Abstreifer  
-165°C (72,5 Gew.-%  
Aromaten)

Dehydrierung 25 atm H<sub>2</sub>-Druck, 26,5 mV  
+ Durchsatz 0,5 kg/ltr/h + Destillation

81,2 kg DHD-Hochleistungs-  
benzin (55 Gew.-%  
Aromaten)

3 kg DHD-Rückstand > 165°C +  
0,8 kg Butan (25% iso)

+ 7,3 kg Butan (darin  
47% Isobutan)

behauptet wurde.

Die aus den vorliegenden Versuchen sich ergebenden Bilanzschema für die Erzeugung von typgerechtem DHD-Hochleistungsbenzin über einstufige 600-atm-Benzinierung und anschließende Dehydrierung des Schwerbenzins sehen für Mittelöl bzw. Mittelöl einschliesslich s-Benzin folgendermassen aus:

100 kg s-Mittelöl + s-Benzin (60 : 40) Oberschlesien.

+ 1 kg DHD-Rückstand >165° ←

101 kg

600-atm-Benzinierung mit K 7421, 23,5 mV  
Durchsatz 1,2 - 1,6 kg/ltr und Stunde

89,5 kg Benzin -170° (31 Gew.-% Aromaten + 4 kg Butan  
(40 % iso-Butan)

Destillation

27 kg Leichtbenzin -100°  
(15 Gew.-% Aromaten)

62,5 kg Schwerbenzin >100°  
(37 Gew.-% Aromaten)

57 kg DHD-Abstreifer  
(71,5 Gew.-% Aromaten)

Dehydrierung 35 atm H<sub>2</sub>-Druck,  
26,5 mV, Durchsatz 0,4 kg/ltr/h  
+ Destillation

84,0 kg DHD-Hochleistungsbenzin  
(54 Gew.-% Aromaten)

+ 5 kg Butan (darin 37% Isobutan)

1 kg DHD-Rückstand >165°  
+ 1 kg Butan (25% iso)

gez. Reita

Gemeinsam mit:

Dr. Donath  
" Honnenmacher  
" La 18  
" Fürst  
" Maier  
" Dehn

Tabelle 2: Verarbeitung von s-Mittelöl

Ausgangsl.	P 1 2 7 1						K 1242 s-M'öl
Kontakt	8239	7421					7421
Datum	18.6.- 1.7.1941	29.12.- 2.1.42	16.1.42	4.4.42	10.4.42	31.3.42	1.+6.2.4
Betr.-Stunden	100-425	210-400	720	2560	2700	2470	1100/1220
Druck atm	540	600	-	-	-	-	600
Temp. mV	24	22,5	24	-	-	-	23,5
Durchs. kg/l/h	1,1	1,0	-	-	-	-	1,2
% Frischöl	60-65	50-60	(50)70	50	-	-	50
cbm Gas/kg Öl	3	4	2	-	-	-	2
% P 471	0	0	0,2	0,2	0,1	0	0
Gasinkonz. %	45	42	75	42	43,5	42	37,5
Leistung	0,46	0,37	0,65	0,38	0,39	0,38	0,41
Vergas./Bi+V	12,8	16,0	15,3	14,7	12,7	12,8	10,6
Benzin: (stabil.)	(berech- net) 3)		berech- net 3)				
sp. Gew./20°C	0,764	0,766	0,766	0,774	0,775	0,794	0,777
A.P. I/II °C	145/515	+225/506	27/49,5	265/505	235/505	17/503	22/51,3
Siedebeginn °C	60	47	53	65	68	67	69
% - 70°C	4,5	7,5	12	2	1	2	0,5
% - 100°C	30	49	41	43,5	37	32	36
% - 150°C	94	-	84	89	85	78,5	90
Endpunkt °C	162	147	177	165	170	175	164
Dampfdruck atm	-	0,425	-	0,28	0,26	0,27	0,25
% C/ % H	-	8678/1319	-	-	-	-	-
Zus.: Paraffine	23	24,5	23	25	24	22,5	25
Naphthene	37	44	50	46	44	40,5	43
Aromaten	39	31	25,5	27	30	35	32
Ungesätt.	1	0,5	(1,5)	2	(2)	1	(1)
Jodzahl	2,0	0,9	-	2,7	-	2,7	2,1
O.Z. 2) Res.-M.	83,5	83,5	-	79	79,5	81	77
M.M./N.M.+0,12Pb	76/895	76/905	-	743/89	758/865	745/875	745/885
Restbenzin:							
% - 100°C	39	54	-	-	-	-	-
Endpunkt °C	158	146	-	-	-	-	-
O.Z.:							
M.M./N.M.+0,12Pb	68/89	69/-	-	-	-	-	-
B. Test +0,12% Pb							
Abfall atm	0	0	-	-	-	-	-
Glassch. vorher	3 mg	0 mg	-	-	-	-	-
" nachher	111/30	5,9	-	-	-	-	-
Cu-Schale mg	4,3	1,1	-	-	-	-	-
Über- (Minimum ladung (Maximum		1,5 at über B4 Mitte zw. B4 u. CV <sub>2</sub> B					
% C4 in Vergasg.		71					
% iso im C4		24					
% Gasbenzin	2,8	3,3	0,8	1,4	0,9	0,7	4,8

1) korr. für gelöstes Gas/ 2) CFR-Motor, teilweise von Werten am I.C. Motor umgerechnet. 3) aus der Untersuchung des nicht stabilisierten Benzins. 4) vgl. Ber. 19967i v. 18. 2. 42 Tab. 1, Mittelwert

878



Tabelle 3: Verarbeitung von s-Mittelöl + s-Benzin

Ausgangsöl	P 1271 P 1421 -165° (60:40)	P 1271 P 1421 -165° (70:30)	K 1242 - s-Mittelöl + s-Benzin (60 : 40 = 28 % -165°)					
Kontakt	8239		7 4 2 1					
Datum	6.-9.7.	27.-29.	9.-17.	18.2.-	9.2.-	8.-16.3.	16.-18.	22.-25.
Betr.-Stk.	1941	3.42	2.42	7.3.42	8.3.42	42	3.42	3.42
	500-620	2350-	1290-	1480-	-	1900-	2100-	2250-
		2420	1480	1900		2100	2150	2300
Druck atm.	540	600	-	-	s.die	600	-	-
Temp. m <sup>2</sup>	24	24	23,5	-	beiden	23,5	24	-
Durchs. kg/l/h	1,5	1,6	1,2	1,6	vorst.	1,2	-	1,6
% Frischöl	70	50	60	50(-60)	Spalt.	50	50-55	50-60
cbm Gas/kg Öl	3	2	2	2		2	2	2
% P 471	0	0	0	0		0	0	0
Benzinkonz.%	65	41,5	51	43		37	44	40,5
Leistung (Neu- leistung)	0,87 (0,44)	0,51 (0,45)	0,55 (0,35)	0,62 (0,40)		0,42 (0,25)	0,49 (0,30)	0,60 (0,38)
Vergas./Bl.+V Verg.a/Heul.)	8,8 (15,3)	11,1 (14,6)	10,0 (14,9)	8,7 (12,8)		10,3 (16,4)	11,4 (17,4)	8,1 (12,4)
Benzin stab.:	ber. 2)						ber. 2)	
Sp.Gew./20°C	0,766	0,762	0,774	0,778	0,776	0,767	0,766	0,786
A.P.I./II °C	+255/51	+205/51	235/51	223/51	228/50	227/51,2	235/52	18/51
Siedebeginn °C	63	73	65	63	59	58	58	70
% - 70°	3	-	2	2	2	2,5	4,5	-
% - 100	41	31	38	35	33	49	42	29,5
% - 150	93	81	85	85	83	-	98	74
Endpunkt °C	163	178	169	170	163	144	155	180
Dampfdr. atm	-	0,24	0,25	0,27	0,23	0,255	-	0,21
% C / % H					86,85/ 13,1	86,86/ 13,1		
Zus.: Paraffine	25	24	25	25	25	26	28	23,5
Naphthene	44	41,5	43	42,5	43	42	40	39,5
Aromaten	29,5	33	30,5	31	31	31,5	31	35,5
Ungesätt.	1,3	1,3	(1,5)	1,5	1	0,5	1	1,5
Jodzahl	1,0	-	2,7	4,9	2,5	0,8	-	-
O.Z. Res.-M.	78,5	77,5	74,5	77	-	78/94	77,5	80
N.M./M.M.+0,12Pb	742/903	712/85	703/875	703/865	708/855	728/877	712/875	74/85
n-Heptazin:								
% -100°C	52	-	-	-	43	54	-	-
O.Z. Mot./Mot.+	66/1)	-	-	-	65/	65,5/	-	-
0,12 Pb	87,5)	-	-	-	85	86,5	-	-
Endpunkt °C	161	-	-	-	164	144	-	-
B. Test 0,12Pb								
Abfall atm	0	-	-	gering		gering	-	-
Glassch. vorh.	2,0mg	-	-	4,8mg		3,0 mg	-	-
" nachh.	6,4	-	-	73/193	-	109/27	-	-
Cu-Schale mg	3,0	-	-	7,7	-	9,0	-	-
Über- (Minimum ladung (Maximum)	-	-		1/3 at Kb. B <sub>1</sub> Mitte zw. B <sub>1</sub> u. C <sub>1</sub>		praktisch wie neben- stehend Überladung		
% C <sub>4</sub> in Vergs.				-		43	40,5	
% iso im C <sub>4</sub>				25		41,5	31,5	
% Gasbenzin	1,3	1,6	2,6	1,7	(2,2)	2,5	1,2	2,3
% Benzol)						19,5	23,7	
% Toluol)						31,0	39,3	
% Xylol)						27,7	31,4	
Elementaranalyse						(3215H)	(3216H)	

1) korr. für gelöstes Gas/ 2) GPR-Motor, teilw. von Werten am I.G. Mot. umg.  
aus der Untersuchung des nicht stabilisierten Benzins.

Dehydrierung von Benzolproben.

Tabl. 4

	Ausgangsbenzin Sammelbenzin Ofen 308/III vom 4. 2. - 14. 1. 42. Gesamtbl. 32,4% Vorlauf	Dehydrierung in Ofen 308/I 21/22.3. 22./23.3.	Ausgangsbenzin Sammelbenzin Ofen 308/III vom 9. 2. - 8. 3. 1942 Gesamtbl. 30,3% Vorlauf	Dehydr. in Ofen 601 21. 3. 42
Spez. Gew. /20°	0,784	0,830	0,703	0,820
A.P. I °C	+20	+25,3	+39	-16,2ber.
" II °C	+50,5	+55,8	+51,5	+58,1
ASTM Beginn °C	72	55	35	68
%	-	-	16	-
60	-	-	31,5	-
70	3	0,5	55	1,5
80	10	1	83,5	16
100	24,5	5,5	93	54
120	48,5	26,5	87,5	85,5
150	89	68,5	93	94
165	-	82,5	97	97,5
180	-	95,5	-	-
200	-	202/97,5	108/96	181/98,5
Endpunkt °C	175/97,5	0,5	2,5	0,2
Gasverlust	1,5	-	-	-
Zusammensetzung				
(law. Paraffine	23,5	13	33	16
" " Naphthene	42	11	50,5	10
" " Aromaten	33	74	15	72,5
" " Ungerättig.	1,5	(2)	1,5	1,5
Jodzahl	(364)3,2	7,5	-	25
Ausbeute aus				35
100 kg Schwerbl				37
DHD-Abstr. (gesch.)				3
" -Bi -165				
" -RH 1650				
Ischgs.verh.				
NHD-Bi: Leichtbl.				
Ausbeute aus				
100 kg Gesamtbl				
Mischung				
Ru 1650				
Butan				
00				

Tabelle 5: Untersuchungen der fertigen DHD-Benzine

Ausgangsmittelöl	P 1 2 7 1 r e d .	K 1242 s-Mits-Bi (60:40)
<u>DHD-Benzin</u> Mischung	Anfall Ofen 308/I vom 21.-23.3. + Benzin Ofen 303/III v. 4.-14.1. -100°	Anfall Ofen 601 vom 21.3. 12-17 <sup>n</sup> + Benzin Ofen 308/III v/9.2.- 8.3. -100°
Mischungsverhältnis (theor. Mischg. v. h.)	67:33 (65:35)	70:30 (68:32)
<u>Stabilisation:</u>		
% C <sub>3</sub> C <sub>4</sub>	1,4	3,2
% Verlu. :	1,6	1,0
<u>Redestillation:</u>		
% Rückstand >165°	4,3	1,9
% Verlust	1,3	1,2
zugehöriges Gasbenzin & Benzinerg. u. Dehydr. 1)	(-3)	3,3
Mischg. stab. u. red. %	91,5	92,8
spez. Gew./15°	0,802	0,800
A.P. I °C	-5,6	-2,2 ber.
" 2 II °C	+51,4	+54,7
ASTM Beginn °C	52	66
% - 70°	5,5	0,5
80	9	8
90	18	27,5
100	37	46
120	66,5	70,5
140	84	88
150	91,5	94,5
160	96,5	97,5
Endpunkt °C	165	164
%	98,8	98,5
Gew. % Paraffine	17	19
Naphthene	28	19,5
Aromaten	55	50
Ungesättigte	=	1,5
Jodzahl (Kanus 33)	1,8	2,8
% C	88,3	
% H	11,7	
Dampfdruck atm	0,406 <sup>2)</sup>	0,223
O.Z. (CFR) Res.-Meth.	95,3/110	93,4
Mot.-Meth.	80,2	79
" + 0,12% Pb	93	91,5
<u>Aromatenzerlegung</u>		
% Benzol		17
Toluol		35,5
Xylol		30,5
höh. Aromaten		17
Überladung	(7353 H)	(6864 H)

1) nicht im DHD-Benzin enthalten.

2) vermutlich zu hoch bestimmt (vgl. Siedebeginn u.  $\frac{1}{2}$ -70 u. -100°)

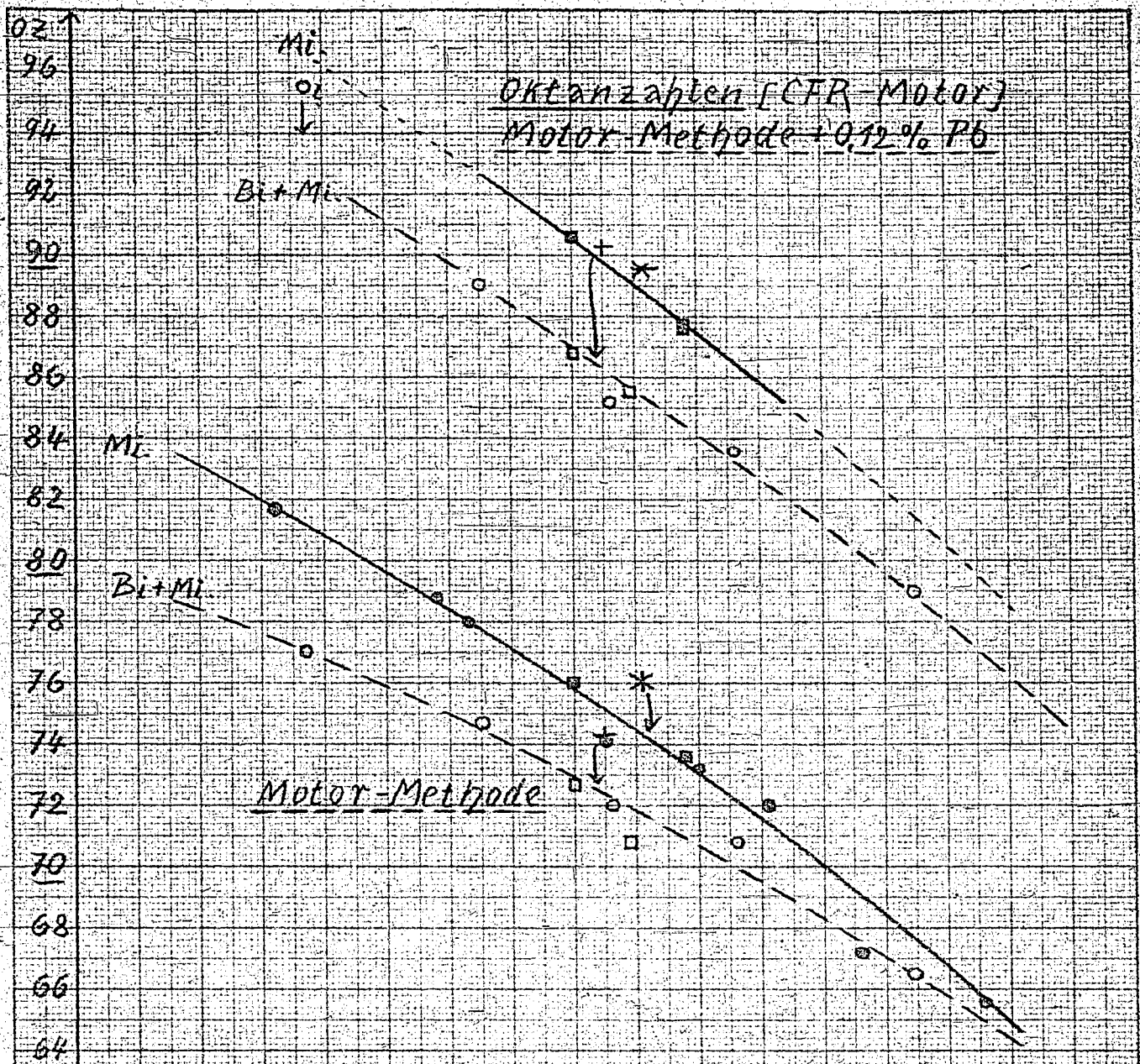
Tabelle 6 : Restbenzin-Untersuchungen.

Verarbeitung von	P 1271 redestilliert				F 1271+P 1421 -165°(60:40)	K 1242 s-Mittelöl + s-Benzin (60 : 40)		
Kontakt	8239	-	7421	DHD-Benzin aus	8239	7421	-	DHD-Benzin aus
Temperatur mV	24	-	22,5	7421 Bi -175°	24	23,5	-	7421-Bi -175°
Durchsatz	1,1	-	1,0		1,5	1,6	1,2	
Druck atm	540	-	600		540	600	-	
Datum 41/42	18.-23.6.41	20.6.41	26.12.-2.		9.7.41	9.2.-8.3.	8.-16.3.	
Benzin spez. Gew./15°C	0,738	0,777	0,770	0,802	0,762	0,780	0,771	0,800
Anilinpunkt I/II °C	+28,5/51,8	+17,5/51,8	+22,6/50,6	-5,6/51,4	+26,4/51,6	+22,8/50,7	22,7/51,2	-2,2/54,7
Gew.-% Aromaten	26,5	37,5	31	55	28,5	31	31,5	60
ASTM Beginn/Ende °C	39/113	38/162	47/147	52/165	47/163	59/163	58/144	66/164
% - 100°C	90,5	33,5	49	37	44	39	49	5
Restbenzin: Gew.-%	72,5	62,5	70	43	70,5	69	69	4
Spez. Gewicht/15°C	0,704	0,729	0,737	0,738	0,732	0,747	0,739	0,744
Anilinpunkt I/II °C	+52/52,7	51,3/52,3	50,3/50,6	49,5/51,6	51,3/52,3	50,2/51,3	50,2/51,3	52,2/54,7
ASTM Beginn °C	36	36	42	61	38	55	54	62
% - 50°C	8	3,5	1	-	7	0,5	1	-
60	20	8	5	-	15	3,5	6	8
70	37	14	12,5	3	27	15	20,5	38
80	57	20	24	32	40	30	37	63
90	79	28	38	49	55	47	54	76
100	92,5	42	54	68	77	66	79,5	89
120	-	67	79	85	89,5	81	94	94
140	-	84	94	94	93,5	88	-	96,5
150	-	92	-	96,5	161	164	144	154
Endpunkt °C	118	158	146	158	161	164	144	154
%	98	97,5	97,5	98,5	97,5	98,5	97,5	98
Zusammensetzung:								
Gew.-% Paraffine	42,5	40	36	38,5	38,5	36	37,5	47,5
Naphthene	56,5	56,5	63,5	59	59,5	62	61	48,5
Aromaten	0,5	2,5	0,5	2,5	1	1,5	1,5	3
Ungesättigte	0,5	1	-	-	1	0,5	-	1
O.Z. (CFR) Res.-Meth.	-	-	-	-	-	62,2	67,7	-
Motormethode	78,5	69,5	69,2	70,2	68	64,8	65,5	67,4
" + 0,12 % Pb	96	90	-	88,5	88,5	84,8	86,5	-
Restbenzin < 100°						28	34,8	30,7
Gew.-% vom Gesamtbenzin						74	77,8	-
O.Z. Res.-Methode			78	74,9		73	75,5	71,8
Motormethode			-	94,1		92,3	94	91,8
" + 0,12 % Pb								
Restbenzin > 100°			34,3	14,8		41	34,2	9,1
Gew.-% vom Gesamtbenzin			0,771	0,762		0,773	0,763	0,799
Spez. Gew./15°C			50,4/51,4	51,2/56,5		50,5/51,5	50,6/52,7	55/63
Anilinpunkt I/II °C			106	105		101	104	111
ASTM-Beginn °C			40	43		35	54	24
% - 120°C			151	165		165	149	169
Endpunkt °C			58,6	56,2		56,3	56,5	45,6
O.Z. Motormethode			-	-		78,5	78,7	-
" " + 0,12 % Pb								

Tabelle 7 : Fraktionszerlegungen.

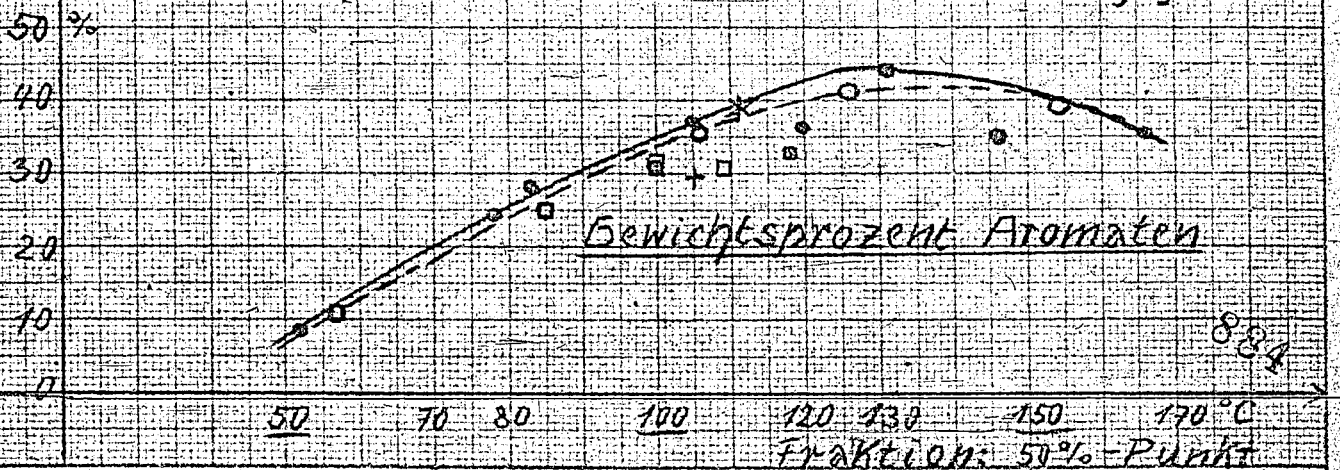
Verarbeitung von	P	1	2	7	1	K 1242 a	MI-Öl-a-Bi
Kontakt	7421	-	-	-	-	-	) DHD-Bi aus
Datum 41/42	26.12.-2.1.	4.-14.1.	15.-20.1.	9.2.-8.3.			) nebenst.
Temperatur mV	22,5	22,5	24	23,5			) Benzin
Benzin spez. Gewicht/15°	0,770	0,788	0,766	0,780	0,800		
A.P. I/II °C	+22,6/50,6	+20/50,5	+30/51,5	+22,8/50,7	-2,2/54,7		
ASTM Beginn/Ende °C	47/147	72/175	59/177	59/163	66/164		
%-70° / %-100°	7,5/49	0/25	3,5/42	2/39	0,5/6		
O.Z.(CFR) Res.-Meth.	33,5	77	78		93,4		
Motor-M./M.M.+0,12% Pb	76/90,6	735/88	715/903	678/85,5	79/91,5		
Fraktion -75°		(=100°)	(=100°)				
Gewichts-%	17,3	22,5	44	15,8	19,4		
Spez. Gewicht/15°	0,685	0,746	0,732	0,700	0,723		
A.P. I/II °C	+48/55	+27,5/49	+35,5/51,5	+45,3/54,5	+36,6/52,9		
ASTM Beginn/Ende °C	27/79	56/108	53/108	40/80	47/77		
50% Punkt	52	78	77	57	64		
Gew.-% Aromat. n	8,5	24,5	16,5	11	19		
O.Z.(CFR) Res.-Meth.	-	-	-	80,2	-		
Motor-M./M.M.+0,12% Pb	81,7/-	78,7/-	78/-	77/95,5	77/96,2		
100-100°: Gew.-%	21,5			23,2	24,4		
Spez. Gew./15°	0,68			0,764	0,772		
A.P. I/II °C	+21,8/46,8			+25,1/47	+16,2/50		
ASTM Beginn/Ende °C	76/103			74/116	75/103		
50% Punkt	83			85	84		
Gew.-% Aromaten	28			25	36,5		
O.Z.(CFR) Res.-M.	-			79,7	-		
Motor-M./M.M.+0,12% Pb	78/-			74,7/39	74,7/91,8		
100-120°:		(100-150°)	(100-150°)				
Gewichts-%	29,2	42,8	28,8	19,2	23,3		
Sp. Gewicht/15°	0,792	0,796	0,787	0,787	0,823		
A.P. I/II °C	+14,5/49,2	+16/50,5	+25/52,5	+17,4/50,4	-1,82/58,9		
ASTM Beginn/Ende °C	94/125	107/158	108/153	97/127	101/124		
50% Punkt	105	120	119	106	107		
Gew.-% Aromaten	37	36,5	30	35,5	74,5		
O.Z.(CFR) Res.-M.	-	-	-	77,8	-		
Motor-M./M.M.+0,12% Pb	74/-	73/-	69,3/-	72/85,2	81,4/90,8		
120-140°: Gew.-%	16,8			16,0	16,5		
Spez. Gew./15°	0,812			0,805	0,848		
A.P. I/II °C	+11,1/53,7			+14,4/54	-3,38/64,5		
ASTM Beginn/Ende °C	121/142			116/142	120/142		
50% Punkt	131			126	130,5		
Gew.-% Aromaten	44			41,5	87,5		
O.Z.(CFR) Res.-M.	-			-	-		
Motor-M./M.M.+0,12% Pb	72/-			70,8/83,6	90,8/94		
Fraktion >140°:		(>150°)	(>150°)				
Gew.-%	12,0	23,9	19,1	24,9	15,5		
Spez. Gew./15°	0,819	0,830	0,826	0,829	0,866		
A.P. I/II °C	+20,8/53	+20,5/53,5	+26,5/53,5	+18,1/55	-3,4/66,3		
ASTM Beginn/Ende °C	141/169	157/181	156/186	143/173	145/175		
50% Punkt	146	166	167	154,5	155		
Gew.-% Aromaten	35	35,5	30	39	92		
O.Z.(CFR) Res.-Methode	-	-	-	72,6	-		
Motor-M./M.M.+0,12% Pb	67,2/-	65,5/-	50,8/-	66,5/79	90,1/94		

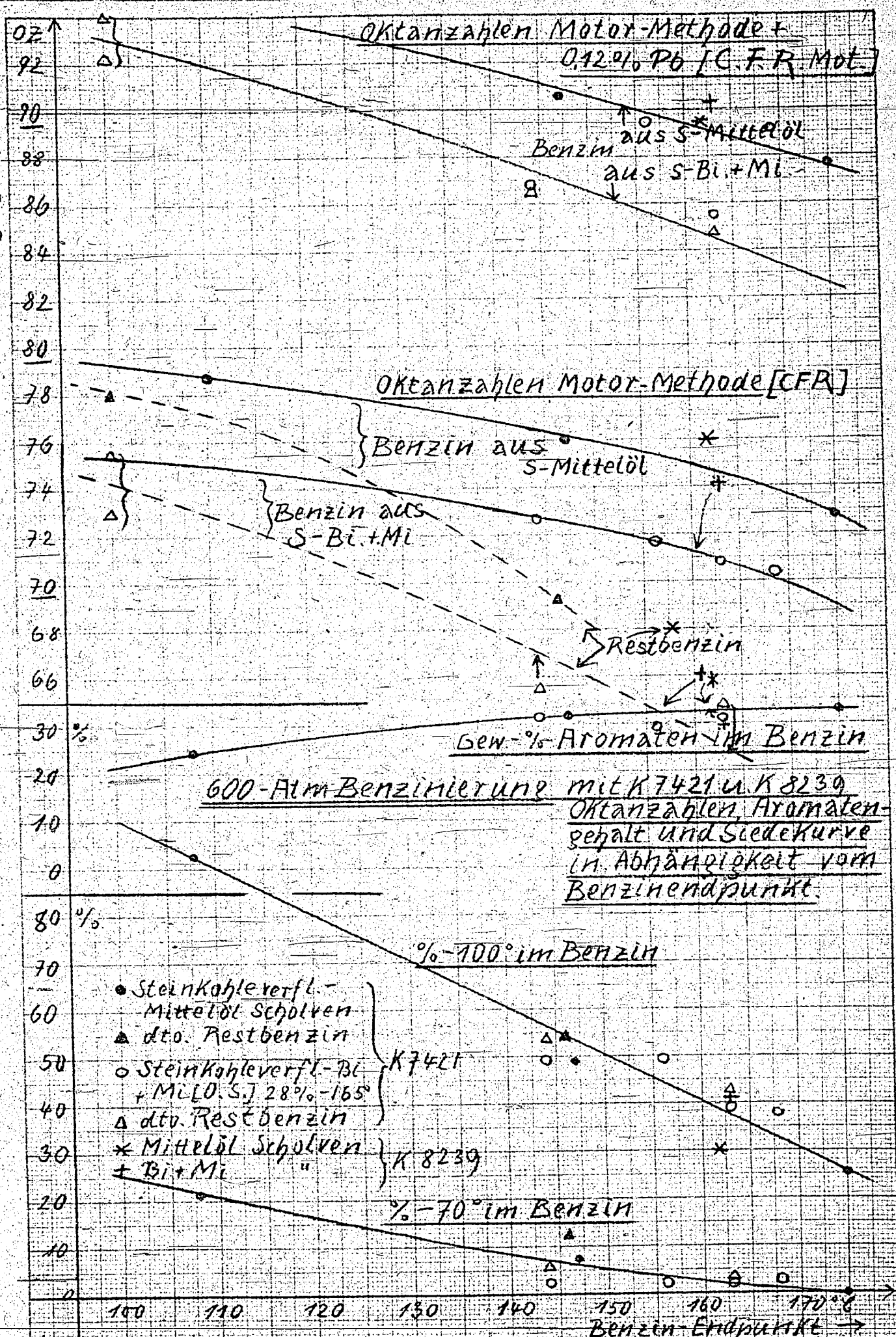
883



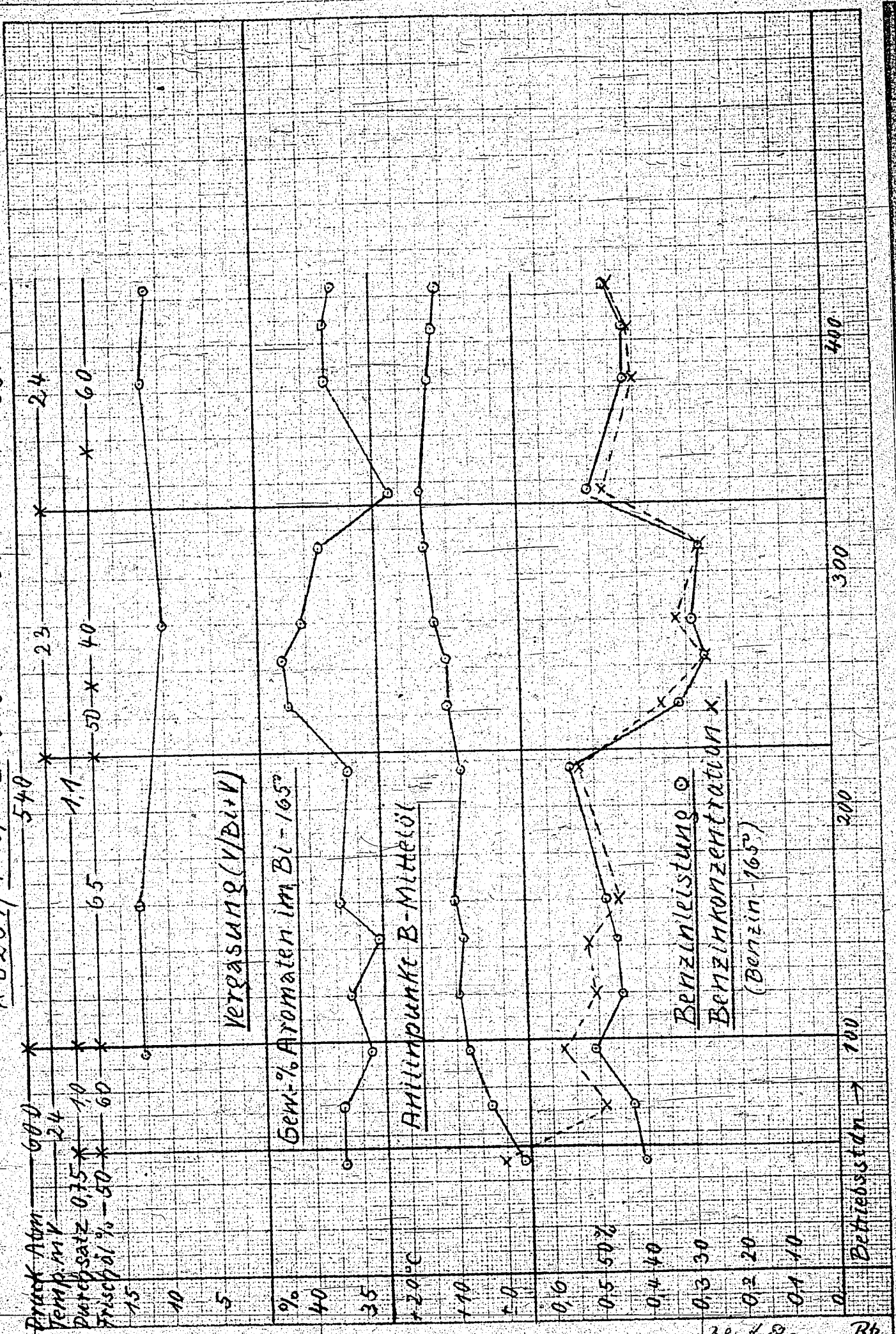
600-Atm Benzinierung mit K7421

- ■ Steinköhlererfluss.-Mittelöl (Schölven)
  - □ " " " " Benzin+Mittelöl (0.5% 128% - 155%)
- Oktananzahlen und Aromatengehalte der Fraktionen
- [□ □ = Gesamtbenzine]  
[\* M'öl/ + Bi+M'öl Schölven, K 8239 z. Vol.]





K 8239 / P1271 red. aus NW 515 632 GzH. vom 230 Betr. Stdu-ab v. 11.6.41.



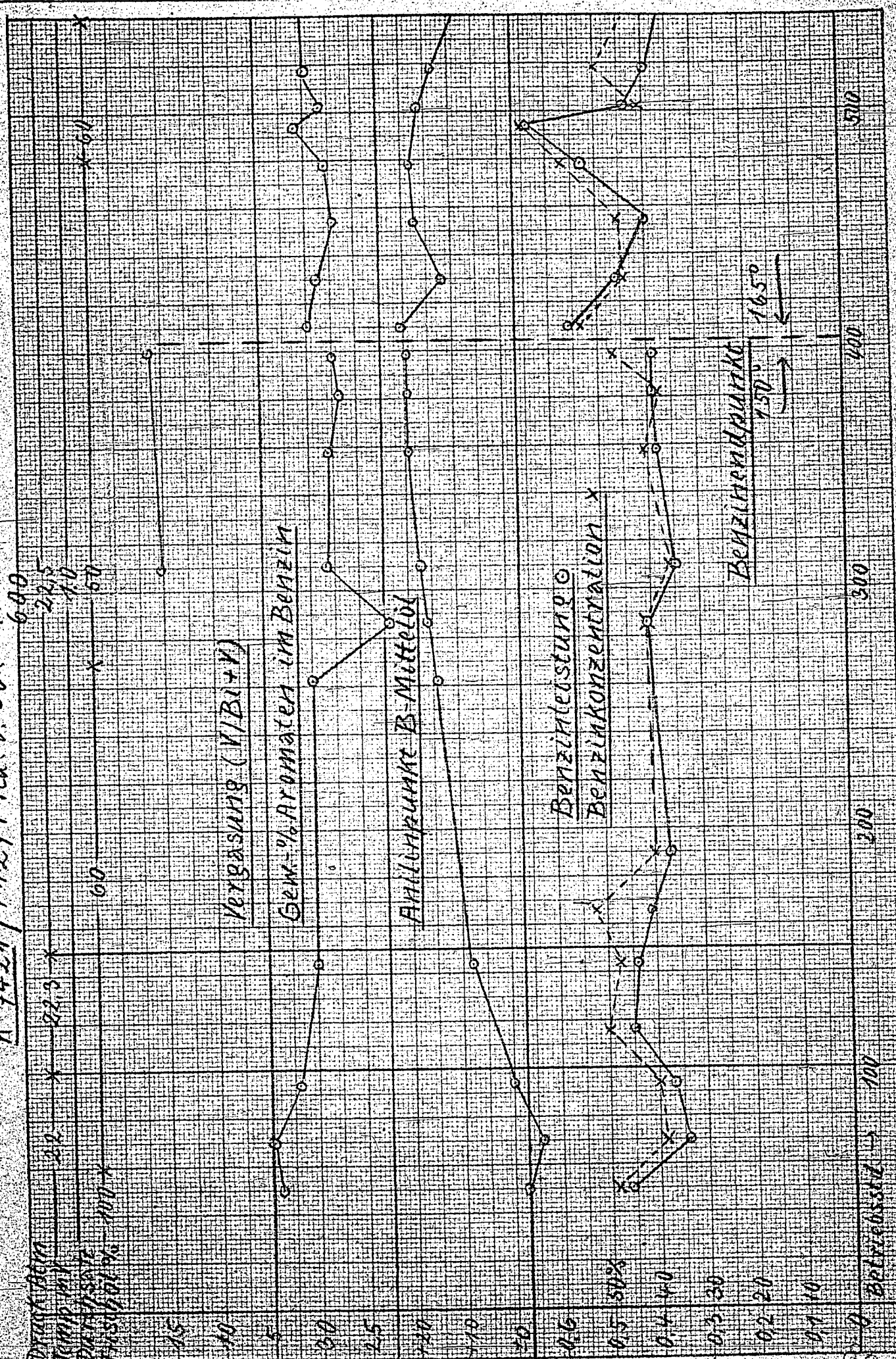
G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft,  
Ludwigshafen a. Rhein.

308/III v. 13.6 - 17.41

Recht 836 Rh



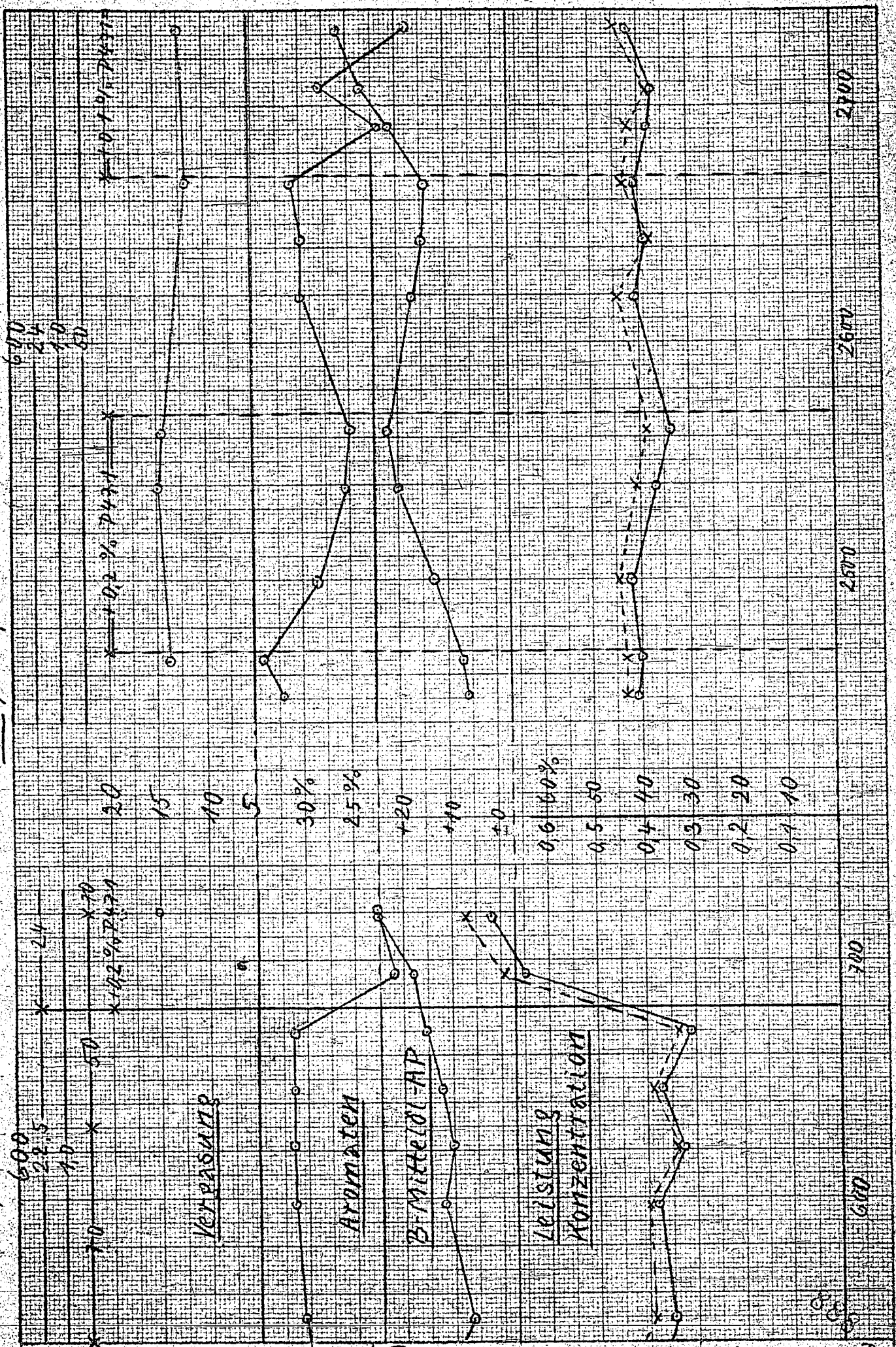
A 7421 / P1271 red. v. 30.9.41



G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft, Ludwigshafen a. Rhein. Ofen 308/III v. 18.12.41 - 8.1.42 Benzolzahl 300

P 1271 red. v. 30.9.41.

K 7421/P1271 red. v. 15.12.41



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

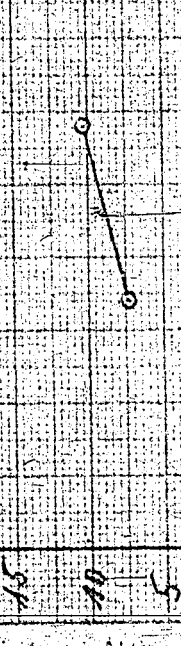
308/M v. 9.-16.1.42  
+ 30.3.-11.4.42

BoCat 5

Rh

K 8239  
P 1271 + P 1421 - 165° (60:40)

Bruchwert  
Temp. in  
Durchsicht  
Fluss in %  
15  
20  
30



K 7421 / K 1242 S-Mi + S-Bi (60:40)

600  
23,5  
1,2  
60



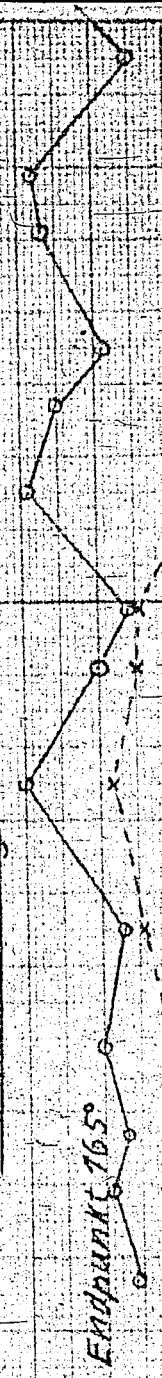
Vergasung (v/Bc+Y)

Gen-% Aromaten im Bi-165°



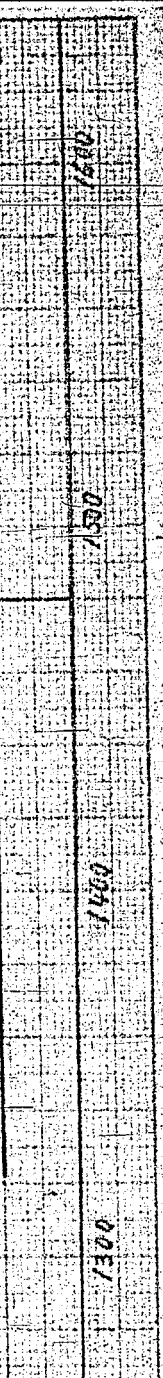
Anlinpunkt B-Mittelöl

Benzinleistung



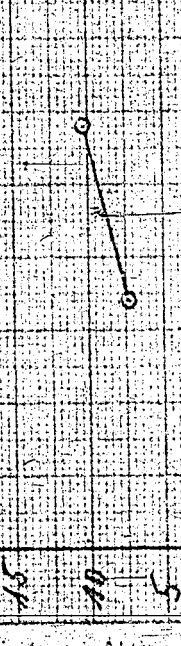
Endpunkt 165°

Benzinkonzentration



K 8239  
P 1271 + P 1421 - 165° (60:40)

Bruchwert  
Temp. in  
Durchsicht  
Fluss in %  
15  
20  
30



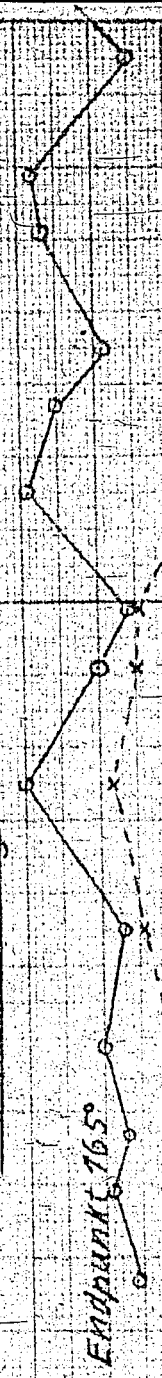
Vergasung (v/Bc+Y)

Gen-% Aromaten im Bi-165°



Anlinpunkt B-Mittelöl

Benzinleistung



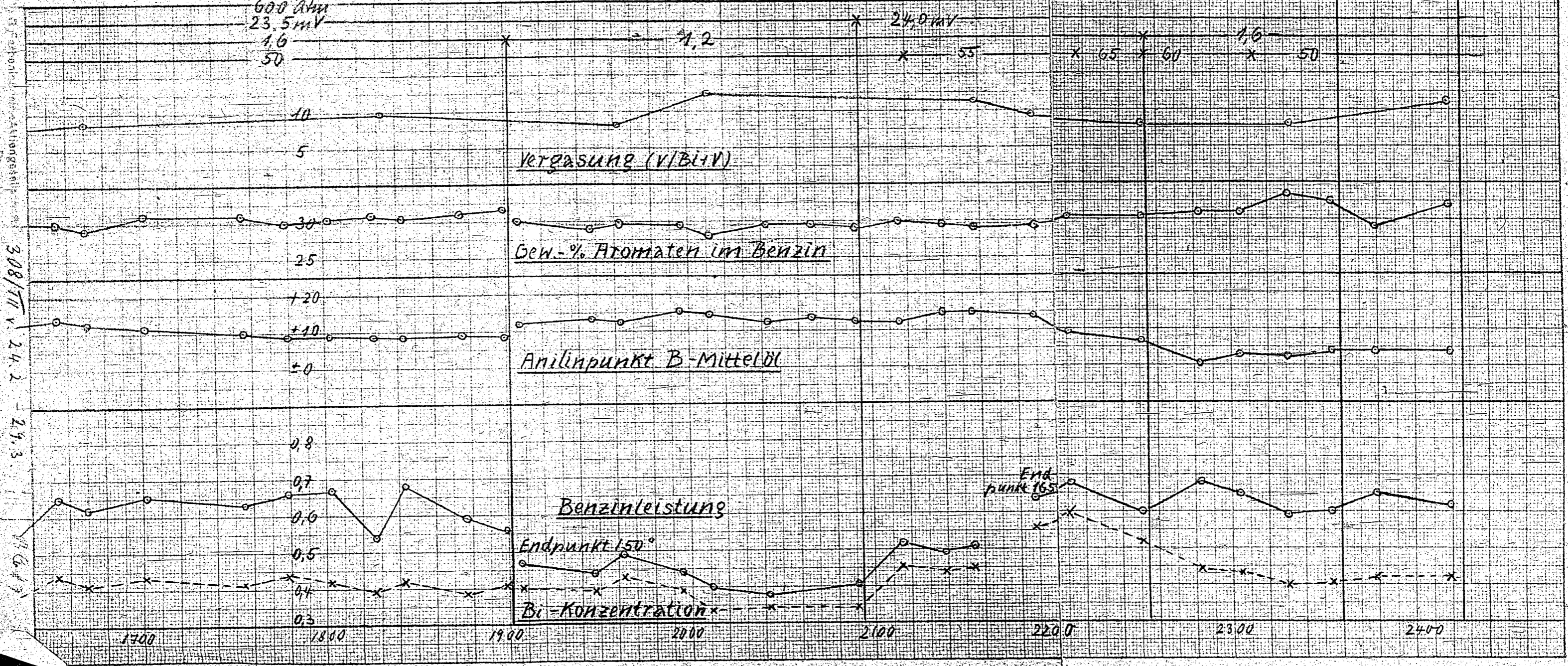
Endpunkt 165°

Benzinkonzentration



K 1242 S-Mi + S-Bi (60:40)

P1271+P1421  
-165° (70:30) P1271



12. Juni 1944 Gth/Fe

Zurück an

Werkzimmer Dir. Dr. Pler

Vorhydrierung und Benzinierung verschiedener Produkte  
von Sudetenländische Treibstoffwerke Akt.-Ges., Brüx.

Zusammenfassung.

- 1) Vorhydrierungsabstreifer aus Brüx aus der Zeit kurz nach dem Anfahren zweier der drei 8376-Kammern (August 1943) enthielt B-Mittelöl mit Anilinpunkt 55, 0,01 % Phenolen und Basenzahl 1,5. Dieses Öl war den Erwartungen entsprechend hervorragend benzinierbar (B = 99). Inzwischen traten in Brüx in der Vorhydrierung Schwierigkeiten ein, die zum Vorfahren der Temperatur zwangen. Trotz sehr hoher Temperaturlage der Vorhydrierungskammern wurde Ende Februar nur noch B-Mittelöl mit Anilinpunkt 40 erhalten, das zwar auch noch ausgezeichnet raffiniert war, sich jedoch nicht mehr gut benzinieren ließ (B = 38, kaum genügend).
- 2) Auf Grund der Schwierigkeiten, die Brüx in der Vorhydrierstufe hat, wurden an uns das Einspritzprodukt der Vorhydrierung Brüx (P 1588) und zwei der darin enthaltenen Komponenten (P 1397 abgestoßenes Waschöl und P 1397 reiches Schwelereimittelöl) übersandt und damit analytische Untersuchungen sowie Versuche zur Feststellung der Gründe des ungünstigen Verhaltens dieser Öle in der Vorhydrierung durchgeführt.
- 3) Bei der Diskussion der Schwierigkeiten in Brüx wurde die Ansicht vertreten, daß wahrscheinlich das abgestoßene Waschöl der Anlaß zu den Störungen bildet. Diese Ansicht erfuhr insofern eine gewisse Bestätigung, als bei der Verarbeitung des Waschöls über 8376 in kurzer Zeit deutliches Abklingen der Kontaktaktivität beobachtet wurde, bei Verarbeitung des Gasphaseeinspritzproduktes und des redestillierten Schwelereimittelöles hingegen nicht.
- 4) Die analytischen Untersuchungen ergaben u.a. folgendes:

Produkt	Gasphase-Einspritzprodukt	Waschöl	Schwelerei-Mittelöl redestilliert
Anilinpunkt °C	12,5	3,5	19,0
Siedeende °C	319	344	329
Phenolgehalt	24,6	30,5	ca. 40
Ungesättigte	32,5	40,5	55,0
Arsengehalt	0,002	0,003	0,021
Chlorgehalt	0,018	0,016	0,015

Der Chlorgehalt ist mit 0,015 - 0,018 % bei allen drei Produkten verhältnismäßig hoch und trägt wahrscheinlich zu den Schwierigkeiten in Brüx bei. Nach dem Phenol-, Ungesättigten- und besonders Arsen-Gehalt wäre zu erwarten, daß nicht das Waschöl, sondern das Schwelereimittelöl in der Vorhydrierung am ungünstigsten zu verarbeiten sein würde. Tatsächlich ist bei Temperaturen, bei denen aus dem Gasphaseeinspritzprodukt und aus dem Waschöl sehr gut benzinierbare Produkte erhalten wurden, aus dem Schwelereimittelöl nur ungenügend benzinierbares Pro-

dukt erhalten worden. Für die Neigung des Waschöls hingegen, Kontakt-abklingen zu verursachen, lieferten die Analysendaten keine Anhaltspunkte. Ein möglicher Grund hierfür ist, daß nach Angabe von Dr. Brand (Brux) das Waschöl Cyanverbindungen, wahrscheinlich freies Dicyan, enthält. Ob bei dem Waschöl tatsächlich eine in der chemischen Natur des Öles begründete Neigung zum Verursachen von Kontaktabklingen in der Vorhydrierung vorliegt, wäre durch einen erneuten Versuch längerer Dauer zu beweisen.

5) Für den schnellen Aktivitätsverlust des 8376, wie er in Brux eintrat, liegen bei anderen Hydrierwerken keine Parallelen vor. Nach unseren Versuchen mit den Bruxer Produkten und nach neueren Untersuchungen über die Druckabhängigkeit der Vorhydrierreaktion über Kontakt 8376 ist mit Sicherheit anzunehmen, daß für das schnelle Nachlassen der Aktivität des 8376 in Brux die Fahrweise der Kammern (zeitweilig  $H_2$ -Partialdrucke unter 140 at!) viel ausschlaggebender gewesen ist als der chemische Charakter der verarbeiteten Öle.

6) Die Benzinierungsversuche ergaben, daß unter Umständen auch stark aufhydrierte Produkte, die nach den analytischen Daten (Phenolgehalt und Basenzahl) ausreichend raffiniert sind, auffallend schlecht benzinierbar sein können.

7) Die 6434-Benzine stellen bei Siedende 145-150°C gute 87er Kraftstoffe dar (O.Z. 72/89,5). Bei Zumischung der zugehörigen Vorhydrierbenzine würde man jedoch wesentlich tiefer abschneiden müssen, um 87er Qualität zu erhalten, was natürlich mit geringeren Leistungen und höheren Vergasungen erkauft werden muß. Dies liegt daran, daß die Vorhydrierbenzine so schlechte Oktanzahlen haben (ca. 65/83 bei Siedende 145), und daß sie wegen des hohen Phenolgehaltes der Ausgangsöle gegen über dem 6434-Benzin in relativ großer Menge (Vorhydrierbenzin : 6434-Benzin ca. 1 : 2) anfallen. Da die Vorhydrierbenzine aber wegen ihres hohen Gehaltes (ca. 70 %) an ringförmigen Kohlenwasserstoffen ausgezeichnete Ausgangsprodukte für das DHD-Verfahren darstellen, ist es jedenfalls vorteilhafter, aus dem Vorhydrierungsabstreifer Benzin bis ca. 170° als DHD-Ausgangsprodukt herauszuschneiden und das 8-Mittelöl über 170° über 6434 direkt auf 87er-Kraftstoff zu verarbeiten. Auf ca. 45 Teile Vorhydrierbenzin würden in diesem Fall 55 Teile 87er Kraftstoff anfallen.

8) Nach Abschluß der Vorhydrierversuche (27-tägige Verarbeitung von Bruxer Produkten) wurde der Ofen ausgebaut. Am Ofeneingang befindlicher, im wesentlichen aus Eisensulfid bestehender Staub enthielt 2,36 % Arsen. Von der Eingangslinse und der Thermohülse abgeschabtes bzw. abblätterndes Material enthielt 1,40 bzw. 0,50 % Arsen. In Übereinstimmung mit Brux wurde damit festgestellt, daß sich aus arsenhaltigen Ölen Arsen an Eisenoberflächen in der Aufheizzone abscheidet.

Gemeinsam mit:

Dr. Peters  
Dr. Mesó  
D.Chem. Trefimow

Dr. Dehn  
Dr. v. Fünér  
Dr. Meier  
Dr. Wittmann.

gez. Günther.

Am 17. 8. und 23. 12. 43 und am 9. 3. 44 gingen bei uns u.a. folgende Brüher Produkte ein:

Produkteingang	Art des Produktes	Bezeichnung Lu
27. 8. 43	E.P. Vorhydrierung	P 1588 vom 27. 8. 43
	Vorhydrierungsabstreifer	P 1589 vom 27. 8. 43
	Benzinabstreifer	P 1590 vom 27. 8. 43
23. 12. 43	Kopfprodukt der A-Dest. = E.P. Vorhydrierung	P 1588 vom 23. 12. 43
	Schwelereimittelöl	P 1397 Schwelerei- Mittelöl vom 23.12.43
	abgestoßenes Waschöl	P 1397 abg. Waschöl v. 23.12.43
9. 3. 44	Vorhydrierungsabstreifer	P 1589 vom 9. 3. 44

Die Sendung vom 23. 12. wurde uns auf Grund der Besprechung in Brux am 26. 11. 43 (vgl. Besprechungsbericht 22 1251) zugesandt.

Die Ergebnisse der analytischen Untersuchungen der 1588- und 1397-Produkte sind auf Tabelle I, die der 1589-Produkte auf Tabelle II zusammengestellt. Vom P 1590 wurde nur das 150°-Benzin für sich und in Mischung mit dem zugehörigen Vorhydrierbenzin untersucht. Die Untersuchungen befinden sich neben anderen auf Tabellen IV und V.

Mit den Produkten wurden folgende Versuche (Vorhydrierungen jeweils in 200 ccm- oder 1 ltr-Öfen, 250 at, Durchsatz 0,8 kg/ltr/Stunde; Benzinierungen in 50 ccm-Öfen, 250 at, Durchsatz 1,5 kg/ltr/Stunde) durchgeführt:

lfd.Nr.	Versuchsbezeichnung	Ofenblatt	Ergebnis auf Tabelle
1	Versuche mit P 1588 vom 27. 8. 43		
	a) Vorhydrierung bei 21,0 MV	5419	III
	b) Benzinierung des B-Mittelöls über 150°	5538	IV
	c) Vorhydrierungen bei 19,0; 20,0 und 22,0 MV	5419	III
2	Versuche mit P 1589 vom 27. 8. 43 Benzinierung des Mittelöls über 150° daraus	5413	IV, V
3	Versuche mit P 1588 vom 23. 12. 43		
	a) Vorhydrierungen bei 21,5 und 22,5 MV b) Benzinierungen der B-Mittelöle über 150°	5532c 5576	III IV, V
4	Versuche mit P 1397-Schwelereimittelöl vom 23. 12. 43		
	a) Vorhydrierungen bei 21,5 und 22,5 MV nach Redestillation b) Benzinierungen der B-Mittelöle über 150°	5532e 5622	III IV

lfd.Nr-	Versuchsbezeichnung	Ofenblatt	Ergebnisse a. Tabelle
5	Versuche mit F 1397 abgestoßenes Waschöl vom 23. 12. 43 a) Vorhydrierungen bei 21,5 und 22,5 MV b) Benzinierungen der B-Mittelöle über 150°	5532d	III
		5605	IV, V
6	Versuche mit F 1589 vom 9. 3. 44 Benzinierung des Mittelöls über 150° daraus	5689	IV

Auf Tabelle III sind die Ergebnisse der Vorhydrierungsversuche mit Gasphaseeinspritzprodukt Brüz und mit im wesentlichen im Mittelölsiedegebiet siedenden Anteilen aus dem Teer zusammengefaßt, auf Tabelle IV die Ergebnisse der Benzinierungen der Brücker B-Produkte und der B-Produkte von den Vorhydrierversuchen der Tabelle III. Auf Tabelle V befinden sich die analytischen Untersuchungen der jeweiligen Mischungen aus Vorhydrier- und 6434-Benzin.

Diskussion der Ergebnisse der analytischen Untersuchungen (Tabellen I und II).

Die am 27. 8. 1943 bei uns eingegangenen Produkte stammen aus der Anfahrperiode verschiedener Teile der Gasphase, insbesondere zweier der drei Vorhydrierkammern. Bei den Versuchen mit diesen Produkten handelt es sich im wesentlichen darum, festzustellen, ob der Vorhydrierabstreifer in Brüz genügend gut raffiniert ist und welche Benzinierbarkeit das B-Mittelöl daraus hat, und unter welchen Bedingungen bei uns mit dem Brücker Gasphaseeinspritzprodukt genügend gute Raffination erreicht wird. Aus Tabelle II ist zu ersehen, daß der Brücker Vorhydrierabstreifer Mittelöl mit Anilinpunkt 55 enthält, was nach Basenzahl (1,5 und Phenolgehalt (0,013) sehr gut raffiniert ist. Die danach zu erwartende sehr gute Benzinierbarkeit wurde auch durch den Versuch bestätigt (Tabelle IV, Benzinierbarkeit 99 = hervorragend). Die Ergebnisse der Versuche mit den Produkten vom 27. 8. 43 wurden Brüz schon anlässlich einer Besprechung am 26. 11. 43 mündlich mitgeteilt.

Bei der Besprechung in Brüz am 26. 11. 43 (vgl. Besprechungsbericht Nr. 22 1251) ergab sich dann, daß Brüz in der Gasphase (und auch in der Sumpfphase) erhebliche Schwierigkeiten hat und daß damals in Brüz bei weitem nicht mehr so gute Ergebnisse erhalten wurden, wie zu der Zeit, aus der die bei uns am 27. 8. 43 eingegangenen Produkte stammen. Vorhydrier- und Benzinierungskammern liefen im November schon bei außerordentlich hohen Temperaturen. Als mögliche Gründe für die Schwierigkeiten wurden diskutiert:

- 1) chemische Zusammensetzung des Gasphaseeinspritzproduktes, bes. Gehalt an Arsen und Cyanverbindungen,
- 2) häufiges auch längerfristiges Absinken des Druckes der Gasphase auf 230 at, d.h. des H<sub>2</sub>-Partialdruckes auf unter 175 at, am Ofenausgang sogar bis auf 140 at<sup>1)</sup>.

1) In Versuchen mit Scholvener Mittelöl wurde inzwischen festgestellt, daß unterhalb 190 at H<sub>2</sub> schon in wenigen Tagen eine irreversible Schädigung der Hydrierwirkung des Kontaktes 8376 beobachtet wird.



Zur Klärung dieser Fragen erhielten wir von Brück neuerlich Gasphaseeinspritzprodukt (P 1588) sowie die im Gasphaseeinspritzprodukt zu ca. 40 bzw. 6 % enthaltenen Komponenten "rohes Schwelereimittelöl" und "abgestoßenes Waschöl", von denen unter Umständen anzunehmen war, daß besonders sie infolge ihrer chemischen Zusammensetzung Schwierigkeiten bereiten könnten.

Die Analysen der drei Produkte zeigen, daß hinsichtlich Gehalt an Phenolen, Ungesättigten und an Arsen die direkt aus dem Teer stammenden Produkte "Schwelereimittelöl redestilliert" und "abgestoßenes Waschöl" eher geeignet sind, Schwierigkeiten zu bereiten, als das Gasphaseeinspritzprodukt selbst, womit sich für die restlichen im Gasphaseeinspritzprodukt enthaltenen Komponenten (im wesentlichen Sumpfmittelöl) eine noch günstigere chemische Zusammensetzung ergibt. Weiterhin zeigen die Ergebnisse der analytischen Untersuchungen, daß, wenn schon die chemische Zusammensetzung der Grund für die schwierige Verarbeitbarkeit der Produkte sein sollte, das Schweltee-a-mittelöl der Bestandteil ist, der die meisten Schwierigkeiten bei der Verarbeitung bieten dürfte. Dies wurde nur bedingt, nämlich hinsichtlich der Benzinierbarkeit der B-Produkte, nicht aber hinsichtlich Abklings der Aktivität des S376, durch den Versuch bestätigt (vgl. Tabelle III).

Der am 9. 3. bei uns eingegangene Vorhydrierabstreifer Brück war ursprünglich nicht zum Zwecke der Durchführung von Kleinapparaturversuchen angefordert worden. Die Hauptmenge erhielt Dr. Hirschberger, ein geringer Anteil wurde zu Gasphaseversuchen abgezweigt. Das Produkt ist viel weniger aufhydriert (B-Mittelöl Anilinpunkt 40) als der am 27. 8. 1943 eingegangene Vorhydrierabstreifer (B-Mittelöl Anilinpunkt 55), ist aber ebensogut raffiniert wie dieser. Die Ergebnisse des Benzinierungsversuches (vgl. auch Tabelle IV) zeigen, daß auch bei guter Raffination bei Aufhydrierung auf Anilinpunkt 40 nicht ein gut benzinierbares B-Mittelöl erhalten wird.

#### Diskussion der Ergebnisse der Kleinapparaturversuche (Tabellen III, IV und V).

Mit den am 27. 8. 43 eingegangenen A-Mittelöl wurden Vorhydrierungsversuche bei 19, 20, 21 und 22 MV bei 250 at und Durchsatz 0,8 im 200 ccm-Ofen durchgeführt. Bei 21,0 MV war die Raffination noch ungenügend, was auch durch den anschließenden Benzinierungsversuch bestätigt wurde (Benzinierbarkeit des B-Mittelöls = 58 = eben noch genügend). Bei 22 MV war dann auch ohne weitere Steigerung der Aufhydrierung die Raffination gut (0,004 % Phenole). In einer 24-tägigen Versuchsperiode bei 21,0 MV wurde geringes Abklingen der Raffinationsaktivität des S376-Kontaktes beobachtet.

Das am 23. 12. 43 bei uns eingegangene A-Mittelöl, das in seinen Eigenschaften dem a-Mittelöl vom 27. 8. 43 sehr ähnlich ist, sowie die u.a. darin enthaltenen Komponenten "abgestoßenes Waschöl" und "rohes Schwelereimittelöl" wurden nacheinander jeweils in 2 ca. 5-Tagesperioden im 1-ltr-Ofen mit Durchsatz 0,8 bei 250 at, 21,5 und 22,5 MV vorhydriert. Zuerst wurde das Gasphaseeinspritzprodukt 6 Tage bei 22,5 MV und 3 Tage bei 21,5 MV vorhydriert. Bei sehr guter Raffination wurde kein Kontaktabklingen beobachtet. Die B-Mittelöle waren ausgezeichnet benzinierbar. Im Anschluß daran wurde das Waschöl 6 Tage bei 21,5 MV und 7 Tage bei 22,5 MV vorhydriert. Bei unruhiger Ofenlage, bedingt durch die hohe Wärmetönung der Reaktion, besonders bei der

895

Periode bei 22,5 MV, ließ die Hydrieraktivität deutlich nach (B-Mittelöl-Anilinpunkte 56, 55, 54, 48, 500). Auch für ein Nachlassen der Raffinationsaktivität lagen Anzeichen vor. Auch diese B-Mittelöle waren jedoch noch sehr gut benziniert. Im Anschluß an die Verarbeitung des Maschöls wurde noch das redestillierte Schwelereimittelöl 4 Tage bei 22,5 MV und 2 Tage bei 21,5 MV vorhydriert. In diesen wenigen Tagen wurde kein Kontaktabklingen beobachtet. Die einzelnen B-Mittelöl-Anilinpunkte (57, 58, 59) lassen sogar eher auf eine Erholung des Kontaktes schließen. Bei beiden Temperaturen war die Raffination ausgezeichnet (Basenzahlen ständig unter 2,0). Trotz der sehr hohen B-Mittelölanilinpunkte und der ausgezeichneten Raffination ließen sich die B-Mittelöle aus dem Schwelereimittelöl nicht gut benziniert (Benzinierbarkeiten: 38 = eben noch genügend und 32 = ungenügend). Worauf dies zurückzuführen ist, ist nicht bekannt. Siedeschwänze liegen jedenfalls nicht vor.

Nach Abschluß der 27-tägigen Versuche mit den Brüxer Ölen wurde der Kontakt nochmals auf seine Aktivität untersucht. Mit P 1271 wurden vor und nach den Versuchen mit den Brüxer Ölen folgende Ergebnisse erhalten:

	% Benzin -150 im Anfall	B-Mittelöl Anilinpunkt	% Phenole im B-Mittelöl	Basenzahl B-Mittelöl
vorher	12	47,5	0,004	0,9
nachher	11	45,0	0,001	1,4

Es ist danach festzustellen, daß während der Periode mit den Brüxer Ölen die Hydrieraktivität des Kontaktes etwas abgenommen hat, nicht aber die Raffinationsaktivität. Bei länger dauernder Verarbeitung von Brüxer Ölen, insbesondere des Maschöls, liegt allerdings eine erhebliche Schädigung auch der Raffinationsaktivität durchaus im Bereich der Möglichkeit. Eine Entscheidung hierüber wäre nur durch einen weiteren Versuch längerer Dauer zu fällen.

Nach den Analysen der Produkte ist kein Grund zu finden für die Neigung besonders des Maschöls, die Aktivität des Kontaktes zu schädigen. Nach den Analysen (Gehalt an Phenolen, Ungesättigten und vor allem an Arser) war dies eher bei Verarbeitung des Schwelereimittelöles zu erwarten. Hingegen erfahren wir in Brüx, daß das Maschöl Cyanverbindungen, wahrscheinlich freies Dicyan, enthält. Es wäre vorstellbar, daß dieses eine Inaktivierung gewisser Bestandteile des 8376-Kontaktes bewirken könnte.

Nach Abschluß des Versuches wurde der Kontakt ausgebaut und der Staub im Öfen (Kontakttrieb bzw. Eisensulfidneubildung) sowie ein Belag auf der Thermohülse und Material von der Innenfläche der Eingangslinse analytisch untersucht. Die Untersuchungen ergaben:

826

Objekt	Kohlen	Eisen	Arsen
Staub an Ofenwand weiterer Staub Belag auf der Theca- hülse abgeschabter Metall von der Innenfläche der Luftzange	7,7 %	40,5 % 12,6 % 32,2 %	2,36 % 0,34 % 0,50 % 1,40 %

In Vereinbarung mit Brück ist damit feststellt, daß sich u. a. im Aufheizgebiet aus dem arsenhaltigen (dem Arsen auf dem Isenoberflächen absetzt).

Die Ergebnisse der Vorhydrierungs- und der zugehörigen Benzinierversuche sind in einzelnen auf den Tabellen III und IV zu finden.

Wichtiglich der Abhängigkeit der Refraktion und der Benzinierebarkeit der Mittelteile vom erzielten Grad der Aufhydrierung (S-Mittelteil) bestehen zwischen Vorhydrierung in Großapparat (Brück) und Kleinapparat (Luftzange) Unterschiede, ebenso hinsichtlich der Zusammensetzung der 6434-Benzine:

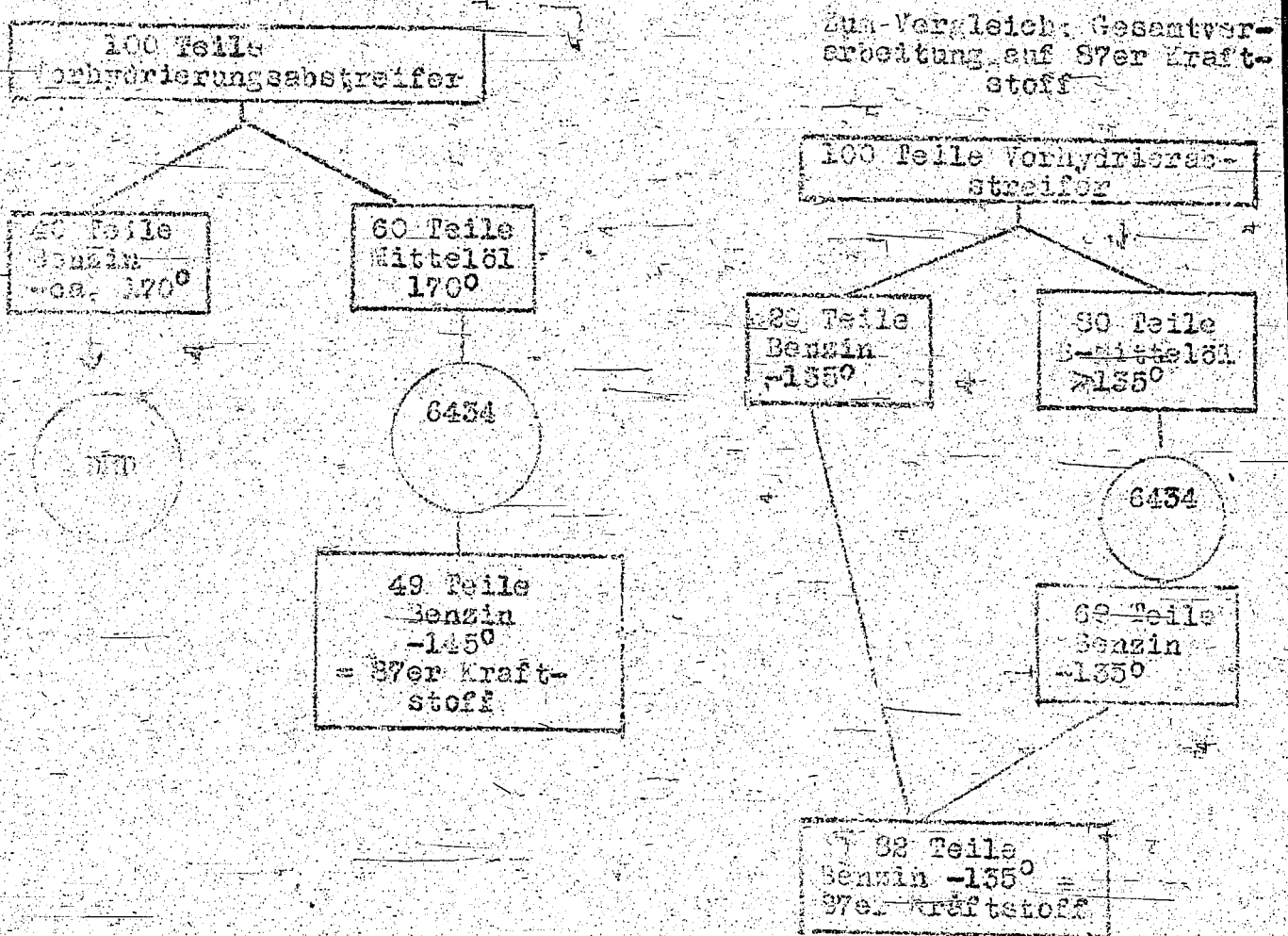
Vorhydrierungs- phasenabschrittsprodukt Brück in:	Großapparat (Brück)		Kleinapparat (Luftzange)		
	AP	AP	AP	AP	AP
55-141-AP Kohlenhalt	0,023	0,005	0,239	0,001	0,003
Wassergehalt	1,5	1,2	7,8	0,3	0,0
Antizinkwert	99	38	37	78	82
17-6434-Benzin -145°					
Paraffine	58	51	52	50	50
Polynaphthene	41	42	44	42	42
Polymaten	6	6	3	2	2

Das Großapparatprodukt ist mit AP 55 besser raffinerbar als das Kleinapparatprodukt mit AP 57,5 und ist auch viel besser benzinierebar als dieses, ja, sogar etwas besser benzinierebar als die anderen von den kleinsten Kleinapparatprodukten mit AP 59 und 60. Weiterhin ist das Großapparatprodukt mit AP 40 besser raffinerbar und ebenso benzinierebar wie das Kleinapparatprodukt mit AP 57,5.

Wie man erkennt, enthalten die 6434-Benzine aus den Großapparatprodukten 6% Polymaten, die aus den Kleinapparatprodukten nur 2-3% Polymaten. Bei anderen anderen Werke sind uns derartige Unterschiede bisher noch nicht begegnet. Bevor auf eine Diskussion dieser Beobachtungen eingegangen wird, sollte noch weitere Versuchsergebnisse abgewartet werden.

Die 6434-Benzine -145° sind jeweils gute 87er-Kraftstoffe mit 10% Polymaten und etwas mehr Paraffinen als Benzinben. Bei Behandlung der zugehörigen 8376 Benzine (Tabelle V) wird bei Siedetemperatur 145° besonders bei Verarbeitung des Gasphasenabschrittsproduktes (AP 55) eine mehr 87er-Qualität erreicht. Es müßte dafür bei 155-160° raffiniert werden, sonst etwas geringere Leistungen und höhere Kosten zu erwarten sein würden. Der Grund hierfür ist...

Vorhydrierbenzin siedende 145° schwebende Ktanzahlen hat (65/62) und das es in der Vorhydrierung (und damit auch gegenüber dem aus dem B-Mittelöl hergestellten 6434-Benzin) in ziemlich großer Menge anfallt (Vorhydrierbenzin : 6434-Benzin = ca. 1 : 2). Dies und die Zusammensetzungen des Vorhydrier- und des 6434-Benzins lassen eine Verarbeitung nach folgendem Schema empfehlenswert erscheinen:



Der Versuch der Benzinierung des bei uns am 2. 3. 44 eingelangten Vorhydrierabstreifers Brück zeigte, daß in der Vorhydrierung in Brück trotz sehr hoher Temperatur nur ein B-Mittelöl mäßiger Benzinierbarkeit hergestellt wird. Die Aktivität des 8376 in Brück ist also auch noch nicht einmal einjähriger Betriebsdauer schon schwer geschädigt. Hierzu liegt in keinem der anderen Hydrierwerke eine Parallele vor. Aus unseren Versuchen mit Brückerlen und aus anderen Versuchen über die Druckabhängigkeit der Vorhydrierreaktion über Kontakt 8376 ist zu schließen, daß die starke Schädigung des 8376 in Brück weniger auf die Eigenschaften (besonders chemische Zusammensetzung) der verarbeiteten Produkte als auf das auch nur zeitweilige Fahren mit zu niedrigen Partialdrücken (teilweise unter 150 at!) zu hochzuführen ist.

6533

Untersuchung der P 1586- und P 1397-Produkte aus Brück.

	P 1586 vom 27.3.43	P 1588 vom 23.12.43	P 1397 ab gestoß. Waschl v. 23.12.43	P-1397 Schwefel- rei-M'Öl v/23.12. 1943	P 1397 Schwefel- rei-M'Öl redestill v.23.12.
Spez. Gewicht/20°	0,953	0,922	0,968	0,935	0,975
Anilinpunkt °C	+10,0	+12,5	+3,5	+17,0	+19,0
Siedebeginn °C	70/00	75/00	212/00	113/00	114/00
% - 100°	6	6	-	-	3
150	12	12	-	2	5
180	18	20	-	6	6
225	37	43	3	33	34
250	55	59	34	53	65
275	71	78	69	69	83
300	87	90	87	77	92
325	98	-	93	93	98
350	-	-	-	91	-
360	-	-	-	94	-
Siedende °C	329/99	319/98	344/98	-/-	329/99
% Phenol	23,0	24,6	30,5	-	ca. 40%
Jodzahl	(827)	7,9	9,8	-	19,3
% Ungesättigte	35,0	32,5	40,5	-	55,0
% C	82,55	83,14	83,01	-	79,24
H	10,12	10,23	9,60	-	9,27
O	6,33	5,80	6,46	-	10,62
N	0,25	0,52	0,68	-	0,52
S	0,46	0,51	0,25	-	0,35
H/100 C	12,36	12,30	11,56	-	11,70
H dissp./100 C	11,18	11,27	10,39	-	9,85
A.P. Fraktion - 100	28	26	-	-	-
100 - 120	17	20	-	-	-
120 - 140	15	19	-	-	-
140 - 160	17	19	-	-	0
160 - 180	15	17	-	-	-1
180 - 200	12	14	-	-	-5
200 - 225	10	8	- 2	-	-7
225 - 250	7	6	- 4	-	+5
250 - 275	4	5	- 4	-	+16
275 - 300	5	9	+ 8	-	+28
300 - 325	10	13	+30	-	-
325 - 350	-	-	-	-	-
350 -	-	-	-	-	-
% Arsen	-	0,002	0,003	-	0,021
% Chlor	-	0,018	0,016	-	0,015
Benzinierbarkeit des bei 22,5 MW daranshergestell- ten B-Mittelöls	-	82	76	-	82

828

Untersuchungen der P 1589- und P 1590-Produkte aus Brüz.

Produkt	P 1589 vom 27. 8. 43	P 1589 vom 9. 3. 44	P 1590 vom 27. 8. 43
	Vorhydrierabstreifer Brüz		Benzinierungs- abstreifer Brüz
Spezifisches Gewicht/20°	0,812	0,802	0,754
Anilinpunkt °C	51,0	41,0	56,0
Anilinpunkt °C > 150°	55,0	40,0	ca. 60,0
Siedebeginn °C/%	70/00	65/00	58/00
% - 70°	0	2	3
- 100°	5	12	21
- 150°	26	42	53
- 180°	41	56	77
- 200°	50	65	88
- 225°	66	77	94
- 250°	77	86	97
- 275°	86	93	-
- 300°	93	-	-
- 325°	-	-	-
Siedeende °C/%	315/99	298/98	264/99
im Mittelöl > 150°:			
% Phenole	0,013	0,003	0,005
Basenzahl	1,5	1,2	-
Benzinierbarkeit des Mittelöls daraus	99	58	-

800

Trennfraktionen von P 1588- und P 1597-Produkten aus Brück über Kontakt 6376.

Ausgangsprüfung	P 1588 von 27. August 1943				P 1588 von 25.12.43		P 1597 abgest. Versuch vom 29. 12. 1943		P 1597 Schwelozel vom 29. 12. 43	
	Vordruckttemp. °C	19,0	20,0	21,0	22,0	21,5	22,0	21,0	22,5	21,5
Ofenlast	5415	5419	5419	5419	55320	5530	5530	55320	55320	55320
Anfall: Siedeverlust °C	90	88	88	80	92	90	108	107	96	95
- 150°	22	25	24	25	27	29	15	10	22	22
- 180°	38	43	41	42	41	44	27	25	45	45
Siedebeginn °C	312	317	308	305	317	305	317	300	309	309
Anilinpunkt °C	45,0	51,0	54,5	55,0	54,0	55,5	55	55	54,0	54,5
Mittelöl: Spez. Gewicht	-	-	0,836	-	0,836	0,840	0,842	0,842	-	0,845
Anilinpunkt °C	46,0	52,0	57,0	57,0	59,0	60,5	57,0	55,5	59,0	62,0
Siedebeginn °C	-	-	151/00	-	156/00	152/00	160/00	160/00	-	160/00
- 180°	-	-	13	-	9	12	-	-	-	15/00
225	-	-	46	-	41	46	41	38	-	41
300	-	-	95	-	91	92	93	92	-	91
325	-	-	-	-	99	97	97	97	-	97
Siedende	-	-	318/98	-	324/99	315/99	335/98	336/98	-	330/98
Benzolgehalt (%)	1,000	0,400	250	0,004	0,007	0,002	0,02	0,01	0,07	0,01
Benzolzahl KAc	60,5	44,2	7,8	-	0,0	0,0	6,1	0,0	1,7	0,0
Benzolziehbarkeit	-	-	38	-	78	82	65	75	32	39
Vorky-Bi: Spez. Gewicht	-	-	-	-	-	0,758	0,758	-	-	0,75
Anilinpunkt 1/1X °C	-	-	-	-	-	47/50	44/47	-	-	47
Siedebeginn °C	-	-	-	-	-	76/00	83/00	-	-	90/00
- 100°	-	-	-	-	-	40	23	-	-	10
Siedende °C	-	-	-	-	-	157/98	144/98	-	-	144/98
* Paraffine	-	-	-	-	-	30	22	-	-	12
Naphthene	-	-	-	-	-	66	75	-	-	75
Aromaten	-	-	-	-	-	1	4	-	-	3
Unbestimmte	-	-	-	-	-	1	1	-	-	1
G.S. Motorprobe	-	-	-	-	-	62,5	67,5	-	-	67,5
+ 0,12% Pb	-	-	-	-	-	81,5	84,5	-	-	84,5

Bemerkungen:   
 nur 1 Tag gefahren   
 unruhige Ofenlage. Die Aktivität des 6376-Periode mit abgestoßenem Kontakt-Verfahren schon etwas schädigt. Hier kein positiver Kontaktverfall. Die schlechte Benzolziehbarkeit aber nicht allein darauf zurückgeführt werden.

Benzinierungen von P 1589-Produkten aus Brück und von P 1588/8376 B-Mittelölen.

Ausgangsprodukt:	8376 B-Mittelöl > 150° aus:										
	P 1589 vom 27.8.43 > 150° (Brück)	P 1589 vom 2.3.44 > 150° (Brück)	P 1588 vom 27.8.43	P 1588 v. 27.12.43	P 1588 v. 27.12.43	P 1397 abgest. Waschl. v. 27.12.1943	P 1397 Schwelerei Mittelöl v. 27.12.43	P 1397 Schwelerei Mittelöl v. 27.12.43	P 1397 Schwelerei Mittelöl v. 27.12.43	P 1397 Schwelerei Mittelöl v. 27.12.43	
Wohhydrat bei	(Brück)	(Brück)	bei 21,0 MV	bei 21,5 MV	bei 22,0 MV	bei 21,5 MV	bei 22,5 MV	bei 21,5 MV	bei 22,5 MV	bei 22,5 MV	
Ausgangsprodukt:											
Anilinpunkt °C	55,0	40,0	57,5	59,0	60,0	57,0	55,5	ca. 59,0	62,0	Untersuchung v. 31.1.50	
Siedebeginn °C	156	148	151	156	152	160	160	ca. 160	160	6434-Abstr. v. 27.8.43	
Siedende °C	320	310	318	325	315	335	336	ca. 330	330	Brück, Bereich Lu P 1590 v. 27.8.43	
Phenolgehalt %	0,02	0,003	0,23 (!)	0,001	0,002	0,020	0,010	ca. 0,70	0,010		
Brennzahl Mac	1,5	1,2	7,8	0,0	0,0	5,1	0,0	ca. 1,7	0,0		
Benzinierung Ofenblett	5413	5689	5538	5576	5576	5605	5605	5622	5622	Brück	
Temperatur MV	18,5	20,5	20,0	19,0	19,0	19,0	19,0	21,0	21,0		
Bi-Konz. -150 unstab.	69	55	44,0	65	68	54	63	56	66	56	
Benzinierbarkeit des Öls	99	38	37	78	82	65	75	32	38	(99, vgl. Sp. 1)	
Leistungsabstr. % im Abstr.	62/145	46/145	37/145	53/140	61/145	47/145	48/135	-	51/145	Untersuchung unstab. v. 1.1.50	
Leistung	0,87	0,54	0,50	0,75	0,85	0,66	0,64	-	0,70		
Vergasung	19	-	30,0	25	26	unter 20	18,6	-	-		
Anilinpunkt I/II	52/57	52/57	54/56	55/57	56/57	55/58	54/56	-	57/59	53/58	
Siedebeginn °C/%	58/00	54/00	52/00	55/00	52/00	54/00	54/00	-	50/00	42/00	
70°	8	10	10	7	12	8	10	-	25	15	
100°	55	56	56	56	58	54	52	-	60	42	
Siedende °C/%	145/98	146/98	149/98	142/98	150/98	146/98	138/96	-	147/99	133/98	
% Paraffine	52	51	52	55	55	58	53	-	61	54	
Aromatische	41	42	44	42	42	38	43	-	36	39	
Monomaten	6	6	3	2	2	4	3	-	5	6	
Polysättigte	1	1	1	1	1	0	1	-	0	1	
Brennzahl	0,6	0,4	-	0,7	0,7	0,7	1,0	-	-	-	
Oct. Motormethode	68,5 (?)	72,3	71,0	71,5	72,5	72,0	72,3	-	72,5	71,1	
Teste " + 0,12 % Pb	88,5	91,7 (?)	89,5	89,6	89,5	89,8	88,5	-	88,9	88,3	
Teste	gut	gut	gut	gut	-	Teste gut	-	-	Teste gut	gut	
B-Mittelöl: A.P. °C	55	51	60	59	60	57,5	56	-	54	56	
Siedende	294/99	300/99	301/98	273/99	288/99	273/99	266/98	-	296/99	268/98	
Bemerkungen	Klopfzahlen wahrscheinlich nicht richtig						alle Zahlen deuten darauf hin, daß vor d. Untersuchung leichte Anteile u. vor allem gelöstes Gas verloren wurde.		Die Gasanalyse ungenau, da bei einem Luftangriff verloren. Nach a. % - 70° in Bi zu schätzen, dürfte sie sehr hoch gewesen sein.		unstab. und zu hoch abgeschnitten (42°-100°)



Tabelle V.

Mischungen der jeweiligen 6434 von Tabelle IV mit den entsprechenden Vorhydrier- (8376) Benzinen.

Zugehöriges Ausgangsprodukt	(Brux)	(Brux)	P 1589 v. 23.12. 43 (Vorhy.-E.P. Brux)	P 1397 abgest. Waschel von 23.12.43	P 1397 Schwefelrei-Mittelöl v. 23. 12. 1943
576-Benzin: Anteile	30	30	36	17	43
Herkunft	P 1589 v. 27.8.43 -150° aus Vorhy.-Abstreifer Brux	P 1589 v. 27.8.43 -150° aus Vorhy.-Abstr. Brux	von Ofenblatt 5532c	von Ofenblatt 5532a	von Ofenblatt 5532e
6434-Benzin: Anteile	70	70	64	83	57
Herkunft	P 1590 v. 27.8.43 -150° aus Benz.-Abstr. Brux	Benzinierg. von P 1589 v. 27.8.43 >150° v. Ofbl. 5413	von Ofenblatt 5576	von Ofenblatt 5605	von Ofenblatt 5622
Spezifisches Gewicht	0,735	0,735	0,730	0,727	0,735
Schmelzpunkt I/II °C	50/55	49/55	53/54	52/55	52/55
Siedebeginn °C/%	47/00	58/00	57/00	57/00	60/00
" - 70°	11	5	4	5	3
" 100	40	49	47	52	48
" 150	97	99	97	-	-
Sieende °C/%	152/99	150/99	155/99	147/98	147/98
% Paraffine	47	45	47	48	43
Naphthene	45	47	50	48	53
Aromaten	7	7	2	4	3
Ungesättigte	1	1	1	0	1
Jodzahl	-	2,0	0,3	0,5	-
Oktanahl Motormethode	68,5	66,7	69,0	72,0	70,5
" + 0,12% Pb	86,5	86,7	86,5	88,1	87,5

Das hierzu verwendete P 1590-Benzin war nicht butanfrei

806

Zurück an  
Verzimmer Dir. Dr. Pior

Benzinierung der 8376-B-Mittelöle vom Großversuch  
Ka 501 vom 3. bis 29.10.41 in Kleinversuchen.

Zusammenfassung.

- 1.) Die B-Mittelöle vom Großversuch Ka 501 vom Oktober 1941 aus schlesischer Kohle und aus Gelsenberger Verflüssigungsmittelöl wurden in 4 Kleinversuchen auf ihre Benzinierbarkeit untersucht.
- 2.) Die Mittelöle mit den relativ hohen Anilinpunkten 48-50°C waren gut raffiniert und ließen sich im allgemeinen sehr gut benzinieren, d.h. etwa ebensogut wie 5058- oder 7846- oder 8376-B-Mittelöle von Kleinversuchen und wesentlich besser als die 6058-B-Mittelöle aus Scholven oder Gelsenberg.
3. Bei Absinken des Anilinpunktes des B-Mittelöls an Ka 501 für einige Stunden auf teilweise unter 40°C wurde im Durchschnitt dieses Tages ein B-Mittelöl mit A.P. 47°C erhalten, das aber für 6434 schon nicht mehr genügend gut raffiniert war (0,038 % N 1). Mit diesem Öl sank die 6434-Leistung innerhalb 48 Stunden fast auf die Hälfte. In einem zweiten ähnlichen Fall erholte sich der 6434 anschließend mit gut raffiniertem Öl nur wieder teilweise, sodaß mit einer irreversibel kontaktschädigenden Wirkung solcher schlecht raffinierter B-Mittelöle gerechnet werden muß.
4. Mit gut raffinierten Ölen wurde auf 87er-Kraftstoff und auf DHD-Ausgangsprodukt gefahren. Die Ergebnisse entsprachen den Erwartungen und befinden sich auf den Tabellen I (für schlesische Kohle) und II (für Gelsenberg-S-Mittelöl).

Gemeinsam mit

Dr. Peters  
" Graßl  
" Rotter  
Profimow

Dr. Simon u. Mitarb.  
" Fürst  
" Dehn  
" Meier.

gez. Günther

## I. Art der Versuche.

Zur Benzinierung der B-Mittelöle vom 3.-29.10.41 vom Vorhydrierungs-Großversuch mit Kontakt 8376 in Kammer 501 wurden 4 Kleinversuche in 50 cm-Öfen durchgeführt.

Versuch 1.) Am 4.10. wurde ein Versuch (Ofen 9, Blatt 4301) mit dem K 1242-B-Mittelöl aus schlesischer Kohle von 501/I vom 3.10.41 angefahren. Ab 5.10. wurden jeden Tag früh 8 Uhr 5 Ltr. des gerade in der Destillation anfallenden B-Mittelöls von 501/I geholt und bis zum nächsten Morgen 8 Uhr als Einspritzprodukt für den Kleinversuch benutzt. Der Versuch lief bis zum 13.10.41.

Versuch 2.) Am 14.10. 8 Uhr wurde von der Destillation eine 50 Ltr.-Probe des K 1242-B-Mittelöls geholt und mit diesem Produkt ein Versuch vom 15.10. bis 4.11. gefahren (Ofen 9, Blatt 4319).

Versuch 3.) Vom 19.10. - 29.10. wurden in einem Versuch Ofen 6, Blatt 4326 die an der Kammer vom 19.10. - 24.10. anfallenden B-Mittelöle (aus verschiedenen Rohstoffen) je einen Tag (analog Versuch 1), das am 25.10. anfallende B-Mittelöl 5 Tage (analog Versuch 2) gefahren. Das Produkt vom 25.10. war anscheinend nicht einwandfrei vorhydriert.

Versuch 4.) Das P 1439 (Gelsenberg)-8376-B-Mittelöl von Ka 501/I vom 29.10.41 wurde in einem 18-tägigen Versuch (Ofen 6, Blatt 4346 vom 31.10. bis 17.11.) analog Versuch 2) verarbeitet.

## II. Bedingungen der Versuche.

Die Versuche wurden alle in 50 cm-Öfen durchgeführt. Als Kontakt wurden 6434-T-Pillen (Schüttgewicht 0,8) benutzt von einer größeren Charge guter Aktivität, die auch sonst immer zur Prüfung der Benzinierbarkeit von Mittelölen dient. Der Druck betrug immer 250 atm Nullgas, der Durchsatz 1,5 kg Öl/Ltr. Kont./h, die Gasmenge 2,7 cbm/kg Öl. Die Temperatur wurde nach Möglichkeit so eingestellt, daß der 6434-Abstreifer 50-60 % bis 150°C siedend Anteile enthielt. Dem Einspritzöl wurden 0,75 % CS<sub>2</sub> zugesetzt.

### III. Ergebnisse der Versuche.

#### a) Versuch 1.) Ofen 9, Blatt 4301

Der Versuch wurde die ganze Zeit mit B-Mittelöl von Ka 501/I ohne Rückführung von C-Mittelöl gefahren. Die B-Mittelöle von Ka 501/I vom 3.10. bis 9.10.41 mit A.P. 47 bis 48 ließen sich sehr gut benzinieren (bei 19 MV 55% Benzin - 150 = Leistung 0,70 bei 20% Vergasung). Die B-Mittelöle vom 9.-11.10. mit ebenfalls A.P. 47-48 hingegen ließen sich wesentlich schlechter benzinieren. (bei 19,5 MV 33 % Benzin - 150 = Leistung 0,45). Die N-Analyse zeigte für diese Öle auch erhöhte Werte (0,017 % gegenüber 0,005 bis 0,010 % vorher). Die B-Mittelöle vom 12. und 13.10. waren im A.P. (48) und auch im N-Gehalt (0,007 - 0,008 %) wieder einwandfrei. Die Benzinbildung stieg aber nur wenig wieder an (auf 36 % = Leistung 0,50), und erst nach Erhöhen der Temperatur auf 20 MV wurden wieder 50 % Benzin = Leistung 0,68 erhalten. Der 6434 ist also durch die B-Mittelöle vom 9.-11.10. anscheinend geschädigt worden.

#### b) Versuch 2.) Ofen 9, Blatt 4319.

Der Versuch wurde bei 19,5 MV mit dem B-Mittelöl der Ka 501/I vom 14.10.41 angefahren. Im Laufe der ersten Tage mußte die Temperatur auf 20 MV und nach Einsatz des C-Mittelöls vom Kleinversuch (am 6. Tage) auf 20,5 MV erhöht werden. Am 7. Tag betrug das spezifische Gewicht des Abstreifers 0,766 und blieb konstant so bis zum 21. Tag (0,764). Vom 7.-10. Tag wurde das Benzin bei 150° abgeschnitten, vom 10.-21. Tag bei 170°, um Schätzgrundlagen für anschließendes DHD-Verfahren zu erhalten. Von beiden Perioden wurden je eine große Untersuchung (auch unter Zumischung des 8376-Benzins vom Großversuch) durchgeführt. Bei der zweiten Periode wurden außerdem noch die Benzine bis 90 und 90-170 aus der Mischung (8376 + 6434-Bi) untersucht. Alle diese Untersuchungen befinden sich auf Tabelle I.

c) Versuch 3.) Ofen 6, Blatt 4326.

Die Einspritzprodukte der Ka 501/II (also einschließlich 6434-C-Mittelöl vom Großversuch) vom 18.-23.10.41 ließen sich einwandfrei benzinieren (bei 19,5 MV 58% Benzin bis 150° im Abstreifer = Leistung 0,82). Die Produkte hatten sehr hohen Anilinpunkt (50-51) und N-Gehalte zwischen 0,004 und 0,010 %. Mit dem Einspritzprodukt von Ka 501/II vom 24. und 25.10. (A.P. 47, 0,038 % N !) sank die Leistung innerhalb 48 Stunden auf 0,45, und erst nach Vorfahren auf 21,5 MV wurden mit dem Produkt vom 25.10. wieder über 50 % Benzin im Abstreifer erhalten. Der Grund für diesen Leistungsabfall dürfte sein, daß an Kammer 501 am 24. und 25.10. der A.P. des B-Produktes für einige Stunden auf ca. 37°C gesunken war. In der Zeit vom 19.-25.10. war an Kammer 501 zuerst Gelsenberger S-Mittelöl (P 1439), dann Scholvener S-Mittelöle (P 1271 und P 1468) und zwischendurch auch Mittelöl vom Großversuch Ka 804 aus schlesischer Kohle E 1242 (P 1494) eingesetzt worden. Das starke Absinken des Anilinpunktes des B-Produktes wurde beim Umstellen der Ka 501/I von P 1494 auf P 1439 beobachtet.

d) Versuch 4.) Ofen 6, Blatt 4346.

Nachdem auch den A.P.-Schwankungen am 24. und 25.10. die Kammer 501/I wieder konstant im A.P. lag, wurde am 29.10.41 vormittags eine 50 Ltr.-Probe Abstreifer hinter dem Ofen I herangezogen und daraus Benzin bis 175 herausgeschnitten. Das Mittelöl über 175° (= b-Mittelöl vom Großversuch ohne 6434-C-Mittelöl) wurde zuerst auf Benzin - 140° und dann auf Benzin - 170° gefahren unter Rückführung des C-Mittelöls vom Kleinversuch. Das Mittelöl mit A.P. 50 und 0,011 % N-Gehalt ließ sich ausgezeichnet benzinieren. Nach 4 Tagen mußte die Temperatur sogar von 19,5 auf 19 MV zurückgenommen werden, da die Spaltung zu hoch wurde (bei 19,5 MV 78 % Benzin - 150° = Leistung 1,06). In weiteren 11 Tagen lag dann der Ofen völlig konstant (bei 19 MV 55 % - 150° im Abstreifer = Leistung 0,75 unstabiliert). In beiden Perioden wurden große Untersuchungen durchgeführt nach demselben Schema wie in Versuch 2.). Die Ergebnisse befinden sich auf Tabelle II.

307

Tabelle II: Vorhydrierung (Großversuch) und Benzinierung (Kleinversuch) von P 1439 (Gelsenberger S-Mittelöl ohne S-Bi).

	Vorhydrierung		Benzinierung (140°Bi)	Mischbenzin -140°	Benzinierung (170°Bi)	Mischbenzin -170°	Fraktion -90° aus Mischbi -170°	Fraktion 90-170° aus Mischbi -170°
Einspritzprodukt	P 1439		P 1439-8376 B-M'Öl >175° v. Ka 501 vom 29.10.41	---	P 1439-8376 B-M'Öl >175° v. Ka 501 vom 29.10.41	---	---	---
Spez. Gewicht			0,871	---	0,871	---	---	---
Anilinpunkt			50	---	50	---	---	---
Siedegrenzen			181 - 316	---	181 - 316	---	---	---
% Phenolgehalt			0,03	---	0,03	---	---	---
% Stickstoff			0,011	---	0,011	---	---	---
Kontakt	8376		6434	---	6434	---	---	---
Druck			250	---	250	---	---	---
Temperatur (MV)			19	---	19	---	---	---
Durchsatz			1,5	---	1,5	---	---	---
Gas : Öl	Benzin bis		2,7	---	2,7	---	---	---
Spez. Gewicht	150°	170°	0,756	22 Teile	0,755	30 Teile	---	---
Benzinkonzentration %	19	27	47	8376-Bi	61	8376-Bi	25	75
Leistung	---	---	0,65	78 Teile	0,86	70 Teile	---	---
% Vergasung / B + V	---	---	17,7	6434-Bi	14,0	6434-Bi	---	---
Benzin	Spez. Gewicht	0,752	0,770	0,728	0,733	0,744	0,754	0,695
-----	Anilinpunkt	41/45	39/46	50/52	48/51	50/53	47/51	52/54
	Siedebeginn	52	54	49	44	57	58	44
	% - 70	5	2	8	8	3	3	49
	% - 100	50	20	61	59	38	34	95
	% - 150	---	76	---	---	89	85	---
	Endpunkt	144/98	181/98	143/98	147/99	175/98	176/98	105/98
Zusammensetzung								
	Paraffine	21	19	39	36	41	33	46
	Naphthene	72	71	57	59	54	61	51
	Aromaten	6	9	3	4	4	5	2
	Ungesättigte	1	1	1	1	1	1	1
	Jod-Zahl	---	---	---	0,9	---	0,9	0,4
O.Z.	Met.	67,0	61,0	74,0	72,5	71,0	68,5	78,5
	" + 0,09 Blei	---	---	---	---	---	83,5	---
	" + 0,12 Blei	87,0	81,5	91,0	90,0	88,0	86,5	96,0
Mittelöl	Spez. Gewicht	0,871	0,812	---	0,838	---	---	---
-----	Anilinpunkt	50	49	---	51	---	---	---
	Ofen / Datum 1941	Ka 501/29.10.	6/9.11.	---	6/15.11.	---	---	---
	Betriebsstunden	---	230	---	400	---	---	---
	Ofenblatt	---	4346	---	4346	---	4346	4346
Bemerkungen								

808

Tabelle I: Vorhydrierung (Großversuch) und Benzinierung (Kleinversuch von K 1242 - S - Bi + Mi von Ka 804 (schlesischer Kohle)).

	Vorhydrierung	Benzinierung (150°Bi)	Mischbenzin -150°	Benzinierung (170°Bi)	Mischbenzin -170°	Fraktion -90° aus Mischbi- -170	Fraktion C 70° aus Mischbi- -170
Einspritzprodukt	K 1242 - S-Bi + Mi = P 1494	P 1494-8376 M'Öl > 175 v. Ka 501 vom 14.10.41	---	P 1494-8376 E-M'Öl > 175 v. Ka 501 vom 14.10.41	---	---	---
Spez. Gewicht		0,874	---	0,874	---	---	---
Anilinpunkt		49	---	49	---	---	---
Siedegrenzen		196-322	---	196-322	---	---	---
% Phenolgehalt		0,03	---	0,03	---	---	---
% Stickstoff		0,005	---	0,005	---	---	---
Kontakt	8376	6434	---	6434	---	---	---
Druck		250	---	250	---	---	---
Temperatur MV		20,5	---	20,5	---	---	---
Durchsatz		1,5	---	1,5	---	---	---
Gas : Öl	Benzin bis	2,7	---	2,7	---	---	---
Spez. Gewicht	150° 170°	0,760	40 Teile	0,762	50 Teile	---	---
Benzinkonzentration %	ca.35 ca.45	48	8376-Bi	57	8376-Bi	24	76
Leistung	---	0,62	60 Teile	0,75	50 Teile	---	---
% Vergasung / B + V	---	19,5	6434-Bi	ca.17	6434-Bi	---	---
Benzin Spez. Gewicht	748 762	0,730	0,737	0,740	0,750	0,685	0,772
==== Anilinpunkt	43/47 43/45	50/54	47/51	49/52	46/50	52	44/50
Siedebeginn	47 48	52	50	55	52	---	92
% - 70	5 4	7	6	5	5	---	---
% - 100	48 30	58	54	47	39	ca. 90	5
% - 150	98 81	97	97	90	87	---	80
Endpunkt	150/98 177/98	151/98	151/98	173/98	177/99	---	176/99
Zusammensetzung							
Paraffine	21 14	43	34	38	32	ca. 40	31
Naphthene	73 63	52	60	57	62	ca. 58	62
Aromaten	5 2	4	5	4	5	ca. 1	6
Ungesättigte	1 1	1	1	1	1	ca. 1	1
Jodzahl	---	2,3	---	---	1,6	0,0	1,4
O.Z. Mot.	66,5 59,5	74	ca. 71	72,5	67	---	62
" + 0,12 Blei	86,0	92	ca. 89,5	---	86	---	---
Mittelöl Spez. Gewicht	0,874	0,822	---	0,830	---	---	---
==== Anilinpunkt	49	50	---	49	---	---	---
Ofen / Datum 1941	Ka 501/1410	9/23.10.	---	9/28.10.	---	---	---
Betriebsstunden	---	220	---	350	---	---	---
Ofenblatt	---	4319	4319	4319	4319	4319	4319
Bemerkungen							303

(10)  
Zurück an  
Vorzimmer Dr. Dr. Pierer

Hydrierung von Benzol zu Cyclohexan<sup>x)</sup>

Auf eine Anfrage von Herrn Dr. Seydel, Lu hin wurden bei uns Versuche durchgeführt, Benzol zu Cyclohexan zu hydrieren.

Die Versuche gaben befriedigende Ergebnisse. Die Anfallprodukte entsprechen in ihren Eigenschaften den Anforderungen. Die Ergebnisse befinden sich im einzelnen auf anhängender Tabelle. Bei der Hydrierung ist bei keinem Versuch nennenswerte Isomerisierung zu Methylcyclopentan aufgetreten.

gez. Günther

Gemeinsam mit

Dr. Peters	Dr. Fürst
" Graßl	" Lajus.
" Rotter	
Trofimow	

x) Vgl. auch Versuche Dr. Donath; Rtz. 26.11.41, 19586 i



Tabelle.

Hydrierung von Benzol zu Cyclohexan.

Versuch	1	2 a	2 b
Kontakt	6718	8376	8376
Temperatur °C	304	304	320
Durchsatz	1,0	0,5	0,5
Ofenblatt/Ofenvolumen (ccm)	4343/100	4324b/200	4324b/200
<b><u>A: Gesamtanfall</u></b>			
spez. Gewicht	0,776	0,775	0,777
AP I/II	30,1./30,2	30,1/30,1	29,2/29,9
Siedebeginn	79,5	-	80,4
	80,8/75	-	81/85
Siedeende °C/%	82,2/95	-	81,6/95
n <sub>D</sub> <sup>20</sup>	1,4260	-	1,4269
Stockpunkt °C	+ 4	+ 5	+ 4,5
<b><u>B: Vorlauf + Verlust %</u></b>			
spez. Gewicht	3,9	-	3,5
AP	0,763	-	-
n <sub>D</sub> <sup>20</sup>	31,5	-	-
	1,4197	-	-
<b><u>C: Fraktion 79,6-81,1°C %</u></b>			
spez. Gewicht	86,6	-	94,1
AP I/II	0,775	-	0,776
Siedebeginn	29,9/29,9	-	29,2/29,8
	80,1	-	80,6
	80,4/30	-	-
	80,8/75	-	-
Siedeende	80,6/95	-	80,9/95
n <sub>D</sub> <sup>20</sup>	1,4258	-	1,4270
Stockpunkt	+ 3,4	-	+ 5
<b><u>D: Rückstand %</u></b>			
spez. Gewicht	9,5	-	2,4
AP I/II	0,775	-	0,771
SB	32,2/32,3	-	33,6/33,8
	81	-	82,1
	81,6/30	-	83,5/80
	83,1/75	-	85,5/75
SE	93/93	-	93,0/91
n <sub>D</sub> <sup>20</sup>	1,4260	-	1,4250
Stockpunkt	-5,2	-	-19

Vapor φ  
⑩

A k t e n n o t i z

Telefonat mit Dr. Urban, Scholven  
am 16.1.1942.

Dr. Urban teilte telefonisch mit, daß eine 3-fach-Gasphasenkammer 5058 ausgefallen sei. Die dadurch entstandene Produktionsminderung beträgt 1 000 to Benzin.

Die Störung trat am Mittwoch den 14.1.42 7 Uhr früh ein. Die Kammer war erst 40 Tage alt. Zunächst zeigte im Ofen 1 ein Element etwas höhere Temperatur. Daraufhin zog auch im 2. Ofen die Temperatur an. Der Ofen 2 hatte nur 4 Kaltgasanschlüsse. Während der sofort durchgeführten Notentspannung stieg die Temperatur im 2. und 3. Ofen noch weiter an. Die Übergangsleitungen zwischen den Ofen wurden rotglühend.

Scholven fuhr erstmalig eine 3-fach 5058 Kammer in geradem Durchgang. Die Kammer ist von vornherein sehr unruhig gelaufen. Sie fuhr mit 16 to Einspritzung und 40 000 cbm Eingangsgas, sowie 20 000 cbm Kaltgas. Da die Vorheizung ausgelastet war und die Regeneratoren alt waren, war es erwünscht, daß die Temperatur im Ausgang des 3. Ofens hoch lag.

Die Einspritzung bestand aus Kohle-A-Mittelöl (>190° siedend) ohne Kohlebenzin, spezifisches Gewicht 0,985. Der Anfall spindelte 0,830 und enthielt 3% Benzin. Die Temperaturlage in den Ofen war wie folgt:

Ofen 1	Eingang	19	MV	30°	Klemmtemperatur	neuer Kon
	Ausgang	21	MV	30°	"	takt
Ofen 2	Eingang	21	MV	30°	"	200 Tage alter
	Ausgang	23	MV	30°	"	Kontakt
Ofen 3	Eingang	23	MV	30°	"	200 Tage alter
	Ausgang	23,5 (1)	MV	30°	"	Kontakt

912<sup>b</sup>

Der Gesamtdruck betrug 300 atm, der Wasserstoffpartialdruck nur 200 atm.

Auf einer inzwischen stattgefundenen Besprechung zwischen Scholven und Gelsenberg ergaben sich folgende Unterschiede:

Gelsenberg fährt seine 3-fach Kammern bei etwa 250 atm Wasserstoffpartialdruck, die Einspritzung hat ein spezifisches Gewicht von 0,955 und der Anfall von 0,815. Gelsenberg fährt das Kohle ein zusammen mit dem A-Mittelöl. Benzinkonzentration, die in der Einspritzung 15 % beträgt, steigt im Anfall auf 40 %.

Dr. Urban beabsichtigt beim Anfahren den Wasserstoffpartialdruck zu erhöhen, damit der 5058 bei tieferer Temperatur fahren kann. Bisher wird der gesamte Frischwasserstoff in den 6434-Kreislauf gegeben. Seit Anfang dieses Jahres sind bekanntlich die 5058- und 6434-Kreisläufe getrennt worden. Die Kammer wird ausgehaut und wird am Montag den 19.1.1942 mit dem gleichen Kontakt wieder anfahren.

Ich teilte Herrn Dr. Urban mit, daß die Temperaturen zu hoch gelegen hätten, sowohl im Ofen 1, der neuen Kontakt enthielt, als auch im Ofen 2, besonders aber im Ofen 3; und daß, wenn bei dieser hohen Temperaturlage ein Element anzieht, ein Durchgehen des ganzen Ofens garnicht mehr zu vermeiden sei. Es wäre zweckmäßig, die Kammer nicht im geraden Durchgang zu fahren, sondern mit Rückführung von etwa 25 % B-Mittelöl. Kälitz hat mit dieser Fahrweise bei Teerölverarbeitung recht gute Erfahrungen gemacht. Neuer 5058-Kontakt sei z.Zt. weder in Ludwigshafen noch in Leuna verfügbar; auch für den Ersatzkontakt 7846 W gelten lange Lieferfristen würden.

gez. Becker

Zurück an  
Vorzimmer Dir. Dr. Pfla

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

Zusammenfassung.

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

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

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

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

19867

314

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

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

### Versuchsbericht.

=====

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

### Vorhydrierung.

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

Der Ofen wurde unter folgenden Bedingungen angefahren:

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

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

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

Gasmenge : etwa 3 cbm Gas/kg Öl ohne Gaskreislauf.

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

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

Im Laufe des Versuches wurde die Temperatur mehrfach geändert (21 mV = 408°, 20 mV = 391°, 19,5 mV = 382°, 21 mV); anschließend wurde der Druck auf 200 atm (193 atm H<sub>2</sub>-Partialdruck) erniedrigt, wobei die Temperatur anfangs 21 mV, später 20 mV betrug; zum Schluß wurden <sup>bei</sup> 200 atm und 20 mV Öldurchsatz und Gasmenge auf die Hälfte zurückgenommen. Der Ofen war insgesamt 950 Stunden in Betrieb und wurde dann auf andere Öle umgestellt. Der Versuchsverlauf bis zu dem genannten Zeitpunkt ist auf Kurvenblatt 1 dargestellt.

#### Eigenschaften der Vorhydrierungsprodukte.

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

#### Vorhydrierungsbenzol.

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

- 4 -

Der Anilinpunkt I des Vorhydrierungsbenzins ist eine Funktion sowohl der Temperatur als auch des Druckes und des Durchsatzes (s. Kurvenblatt 2). Bei 200 atm liegt der A.P. 1,5 - 30 niedriger als bei 250 atm und scheint bei Erniedrigung der Vorhydrierungstemperatur stärker abzufallen als bei 250 atm (vgl. das entsprechende, aber stärker ausgeprägte Verhalten des Mittelblanilinpunktes weiter unten). Die Herabsetzung des Durchsatzes auf die Hälfte bei 200 atm hebt den A.P. etwa um denjenigen Betrag, um welchen er durch Herabsetzung des Druckes von 250 auf 200 atm erniedrigt wurde.

In den sonstigen Benzineigenschaften sind keine deutlichen Abhängigkeiten festzustellen.

#### Vorhydrierungsmittelöl.

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

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

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

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

#### Benzinierung der Vorhydrierungsmittelöle.

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

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

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

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

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

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

Versuchsdauer : 100-200 Stunden.

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



Vorhydrierungsmittelöl	7846 W-B-M'Öl	7846 W-B-M'Öl	5058 - B-M'Öl
Vorhydrierungstemperatur	22 mV	22,5 mV	19 mV
Spez. Gew. / 20°	0,870	0,861	0,856
A.P.	+ 47	+ 52	+ 44
Siedegrenzen	167 - 308	165 - 315	146 - 305
% Phenole	0,02	0,02	0,23
% N	0,009	0,009	0,008
<u>Benzinierung (Ofen/Blatt)</u>	6/4288	3/4237	7/3530
Temperatur	19,5 mV	19 mV	19 mV
<u>Abstreifer: Spez. Gew./20°</u>	0,732	0,744	0,747
% - 150°	75	66	67
<u>B1 - 150° (stabilisiert)</u> A.P. I/II °C	+ 50 / 53	+ 51 / 54	+ 49 / 53
% - 100	60	54	50
O.Z. Mot./Mot.M. + 0,12 Pb	75,5/93	74/90,5	74,5/91
Vergas./B1 -150° + Vergas.	21 %	20 %	20 %
M'Öl 150 A.P. °C	+ 47	+ 51	+ 45

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

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

eine Schwefelsäurewäsche der Mittelöle vorgenommen werden, wonach sämtliche Proben mit bis zu + 33° heruntergehenden Anilinpunkten einwandfrei benziniert waren. Die Wäsche wurde mit 50%iger  $H_2SO_4$  in einem Turm von etwa 1,5 m Höhe durchgeführt. Der chemische Raffinationsverlust ergab sich aus Bestimmungen des C-Gehaltes der Waschsäure zu 0,037 und 0,034 % bezogen auf den C-Gehalt des Öles, wobei gleichzeitig 0,0055 bzw. 0,0038 % N entfernt worden waren <sup>1)</sup>. Aus dem Verhältnis C : N ist zu entnehmen, daß praktisch nur Stickstoffverbindungen von der Schwefelsäure angegriffen werden.

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

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

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

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

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

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

Vergleich mit Kontakt 7846 (Tonerde-Molybdän-Nickel).

Die Ergebnisse mit K 7846 W 250 sollen abschließend noch kurz mit früheren mit K 7846 verglichen werden (vgl. Ber. 18 114 i. v. Dr. Reits v. 27.1.41). K 7846 ergab bei gleicher Temperatur erheblich niedrigere Anilinpunkte im Vorhydrierungsmittelöl entsprechend seinem geringeren Gehalt an aktiven Komponenten (85 g  $\text{MoO}_3$  + 30 g  $\text{Ni}_2\text{O}_3$  pro Ltr.). Bei 22,5 mV, 250 atm und Durchsatz 1,0 wurde ein mit A.P. + 37,5° gut benzinerbares Mittelöl erhalten, das im Phenolgehalt sich mit 0,02 den hier gezeichneten Phenolkurven einfügt, im Gesamtstickstoffgehalt mit 0,009 % aber anscheinend über der jetzigen N-Kurve lag. Der A.P. des Vorhydrierungsbenzins lag mit 33° niedriger als bei K 7846 W 250, die Benzinnmenge war (unter Berücksichtigung der verschiedenen Siedekurven des damals und des jetzt verwendeten Sumpfmittelöles) vergleichbar. Das 7846-Mittelöl ließ sich trotz seines niedrigen A.P. und des relativ hohen Gesamt-N-Gehaltes ohne  $\text{H}_2\text{SO}_4$ -Wäsche benzineren (Vorteil des Molybdän gegenüber dem Wolfram?), wobei die Benzinkonzentration im 6434-Abstreifer mit 60 % bei 19,5 mV Benzinerungstemperatur bemerkenswerterweise genau auf die 19,5 mV-Kurve von Kurvenblatt 3 fällt. Entsprechendes gilt auch für die Benzineigenschaften (A.P. I und II, D.Z.). Demnach ist der Vorteil in der DHD-Ausbeute und einer Erniedrigung des Wasserstoffverbrauches, die bei Kontakten vom Typ 7846 gegenüber K 5058 sich ergeben hatten, beim K 7846 W 250 nicht vorhanden. Sie werden erst durch Einführung einer  $\text{H}_2\text{SO}_4$ -Wäsche für das Vorhydrierungsmittelöl ermöglicht.

Gemeinsam mit

Dr. Donath  
" Peters  
" Honnenmacher  
" Günther  
" Füst  
" Dahn.

gez. Reits

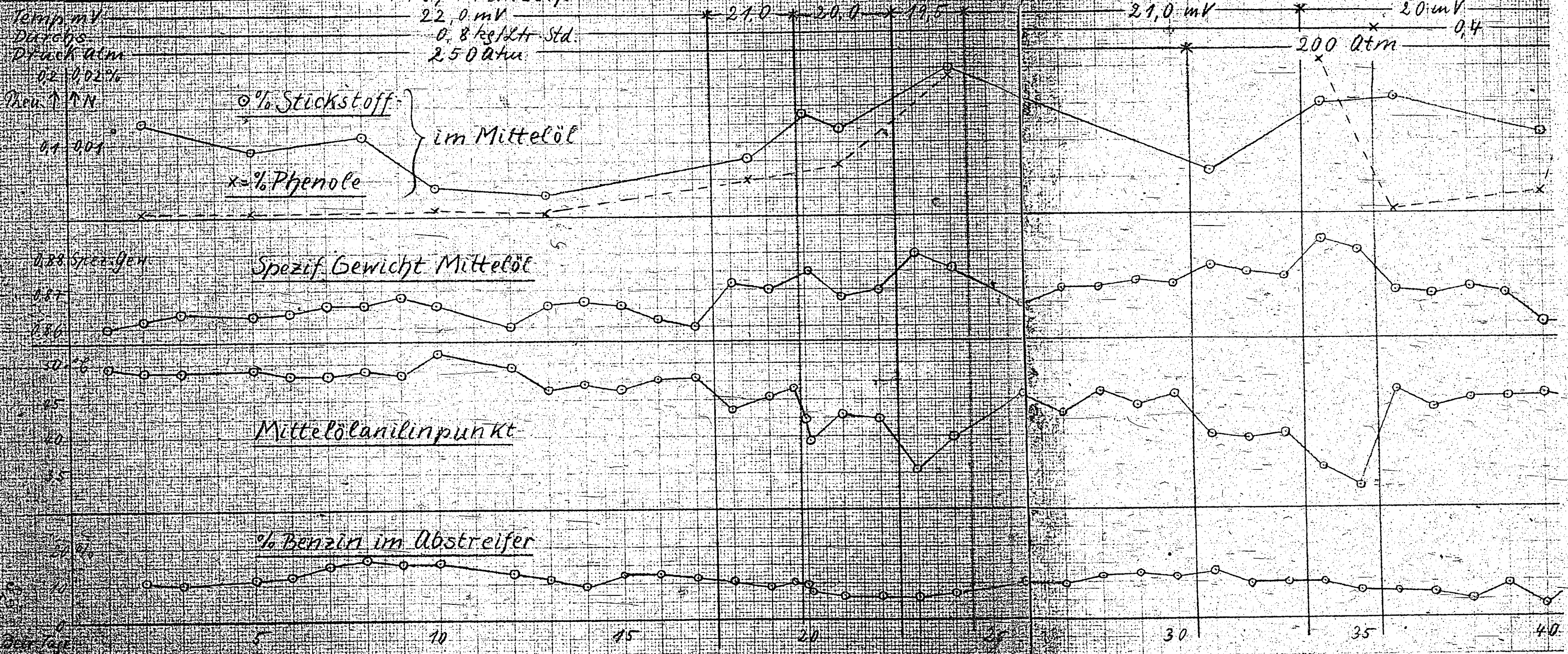
Ofen 315 / 1 Ltr. K 8376 Faß 4-8, 735 g		Steinkohle-Mittelöl Scholven										
Datum 1941		21.9. abc	29.9. abc	5.10. abc	7.10. c	10.10. abc	16.10. abc	17.10. c	20.10. bc	26.10. ab		
Betriebs-Stunden		120	312	456	504	576	720	740	812	948		
Druck atm	Ausgangs- material	250	---	---	---	---	---	200	---	---		
Temp. MV/40° Klemmentemp.	P 1271 red. v. 28.7.	22	---	21	20	19,5	21	---	20	---		
Durchsatz kg/Ltr./Std.		0,8	---	---	---	---	---	---	---	0,4		
cbm Gas / kg Öl		3,1	---	---	---	---	---	---	---	3,0		
% P 471	41	0,4	---	---	---	---	---	---	---	---		
Benzinkonzentration -150°		11,6	11,3	9,3	6,6	7,4	11,6	13,0	9,8	3,5		
Vorhydrierung:												
Benzin: Spez. Gew.		0,773	0,770	0,772	0,776	0,777	0,776	0,755	0,776	0,774		
A.P. I °C		+ 38,5	+ 38	+ 36,5	+ 37	+ 35,5	+ 37	+ 35,5	(+ 33,5)	+ 36,2		
Siedebeginn (ASTM)		92	89	89	93	90	92	90	93	90		
% - 100		21,5	19	24,5	9	22,5	21	18	17,5	23,5		
Endpunkt °C		148/98	155/98,5	149/99	151/98	155/98	150/98,5	148/98	153/98,5	150/98		
B-M-Öl: Spez. Gew.	0,972	0,863	0,866	0,870	0,868	0,876	0,871	0,876	0,893	0,860		
A.P. °C	-11,5	+ 49,2	+ 46,5	+ 45,5	+ 45	+ 40	+ 45,5	+ 40	+ 35,5	+ 45,5		
Siedebeginn °C	185	157	164	166	147	140	174	165	161	140		
% - 200°	3	24,5	16	15	21	22,5	12	13,5	13,5	17		
% - 250°	42	67	61	59,5	60,5	57	58	56	51,5	61		
Endpunkt °C	322/99	300	305/98,5	310/99	312/99	313/99	310/99	310/99	322/98,5	308/99		
Phenole		<0,02	0,005	0,05	0,07	0,19	---	---	0,23	0,03		
Stickstoff		0,009	0,003	0,008	0,012	0,020	---	0,006	0,015	0,011		
Vorhydrierungsmittelöl für Benzinierung			29.9.	5.10.	7.-9.10.	10.- 11.10.		17.-20.10.	20.-22.10.	22.- 26.10.		
			unge- waschen	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> - gewaschen	unge- waschen	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> - gewaschen	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> - gewaschen	unge- waschen	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> - gewaschen	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> - gewaschen		
Spez. Gewicht/20°C			0,870	0,872	0,872	0,870	0,874	0,876	0,878	0,878	0,882	0,870
A.P.			47	45	46	42	42	+ 37	+ 40	+ 40	+ 33	+ 44
Siedegrenzen			167/308	165/310	165/308	140/307	150/310	151/310	158/314	160/310	145/313	143/308
% Phenole			0,02	0,05	0,03	0,10	<0,02(?)	0,02	0,13	0,13	0,24	0,13
% N (Best. Lu)			0,009	0,008	0,004	0,006	0,008	0,007	0,007	0,001	0,011	0,006
mg N (Best. Me)			---	---	---	---	---	---	1,7	4,0	---	6,5
Benzinierung (Ofen/Ofen- blätt)			6/4288	6/4288	6/4288	7/4310	7/4322	3 / 4334	12/4383	6/4394	6/4394	10/4389
Temp. MV			19,5	19,5	19,5	20,5	19,5	19,5	20,5	20	20	19,5
Spez. Gew. Anfall/20°C			0,732	0,785	0,760	0,792	0,740	0,754	0,748	0,745	0,762	0,778
% - 150°			75	40	59	46	68	59	68	70	61	49
AP C-Mittelöl			47	46	47	+41	+42	+42	+44	+44	+41	+47
Benzin stabilis. Leistung			1,00	0,57	0,85	0,66	0,95	0,83	0,83	0,84	0,63	0,68
A.P. I/II			unstab.	unstab.	unstab.	unstab.	unstab.	unstab.	49/53	48/53	47/52	49/52
C.L. M.M./M.M. + 0,12% Pb			50/53	48/52	48/---	46/---	48/53	42/53	74/---	76/---	74/92,5	74,5/93
% - 100°			75,5/93	75/92,5	---	---	76/93	75/92	74/---	76/---	74/92,5	74,5/93
Vergasung (V/DI + V)			60	61	52	47	60	60	61	60	61	58
Beurteilung d. Benzinier- barkeit				lingt ab	*)	lingt ab			lingt langs.ab			lingt ab

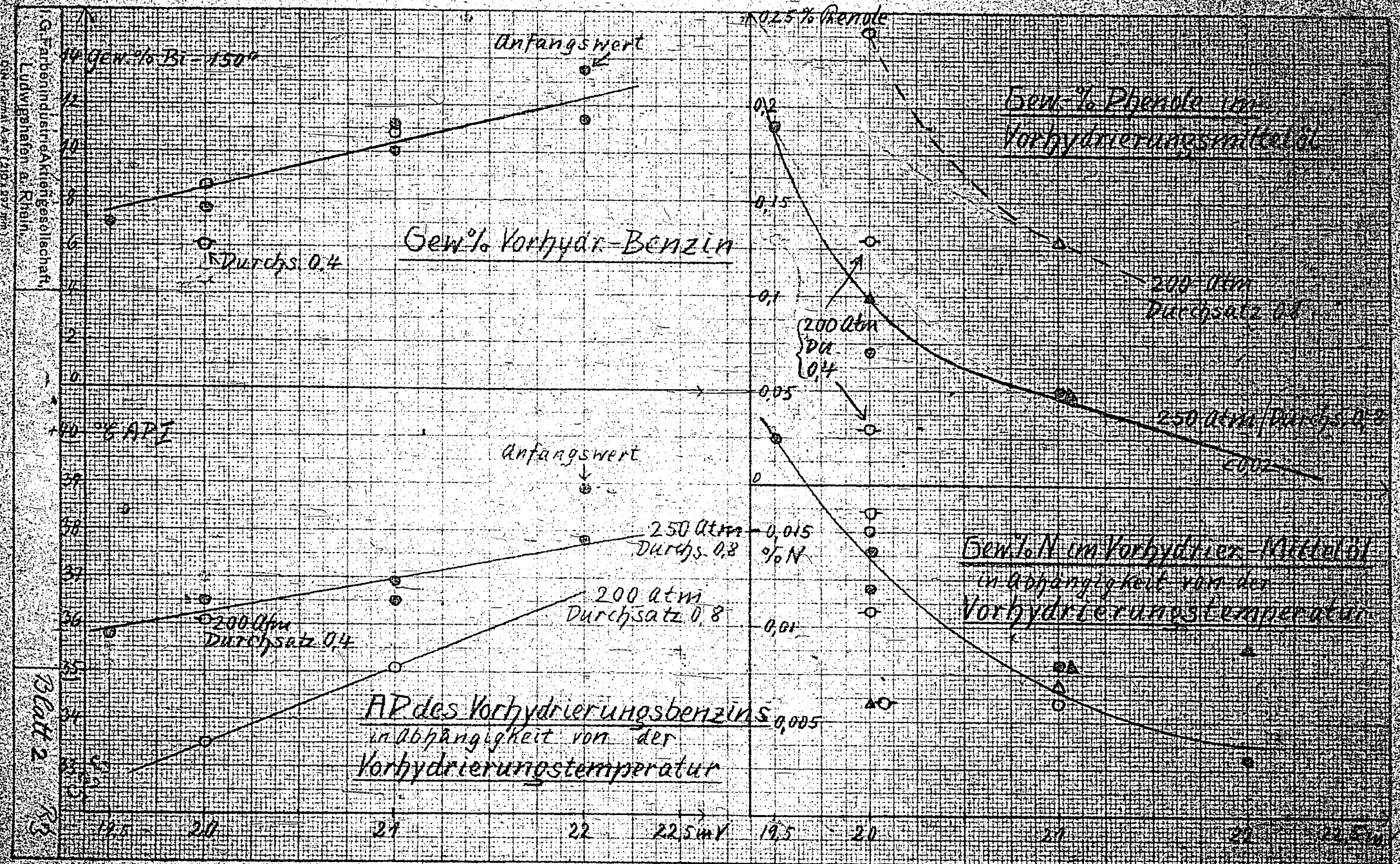
\*) Kost. hätte durch das ungewaschene M'Öl etwas an Aktivität verlieren.

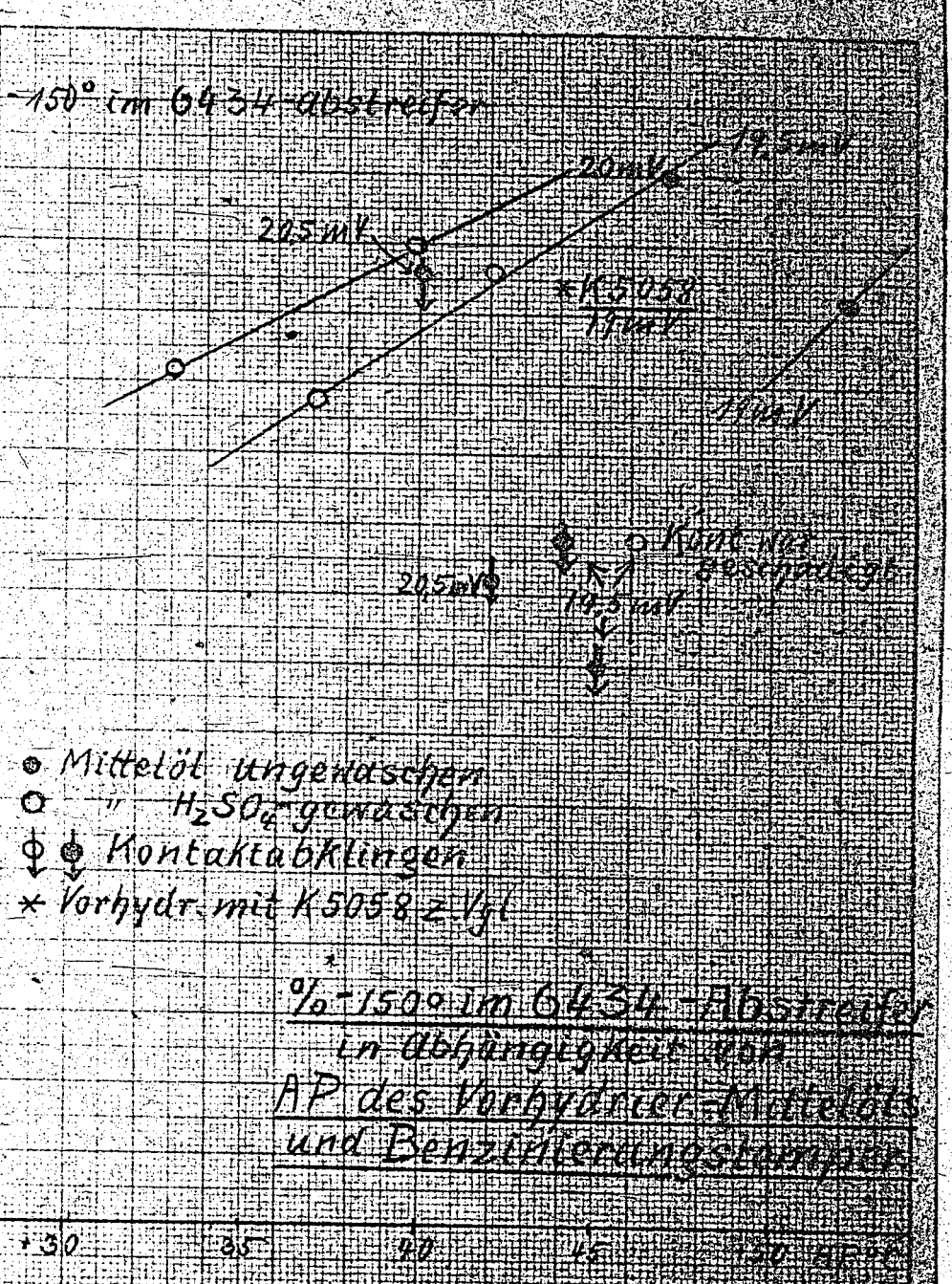
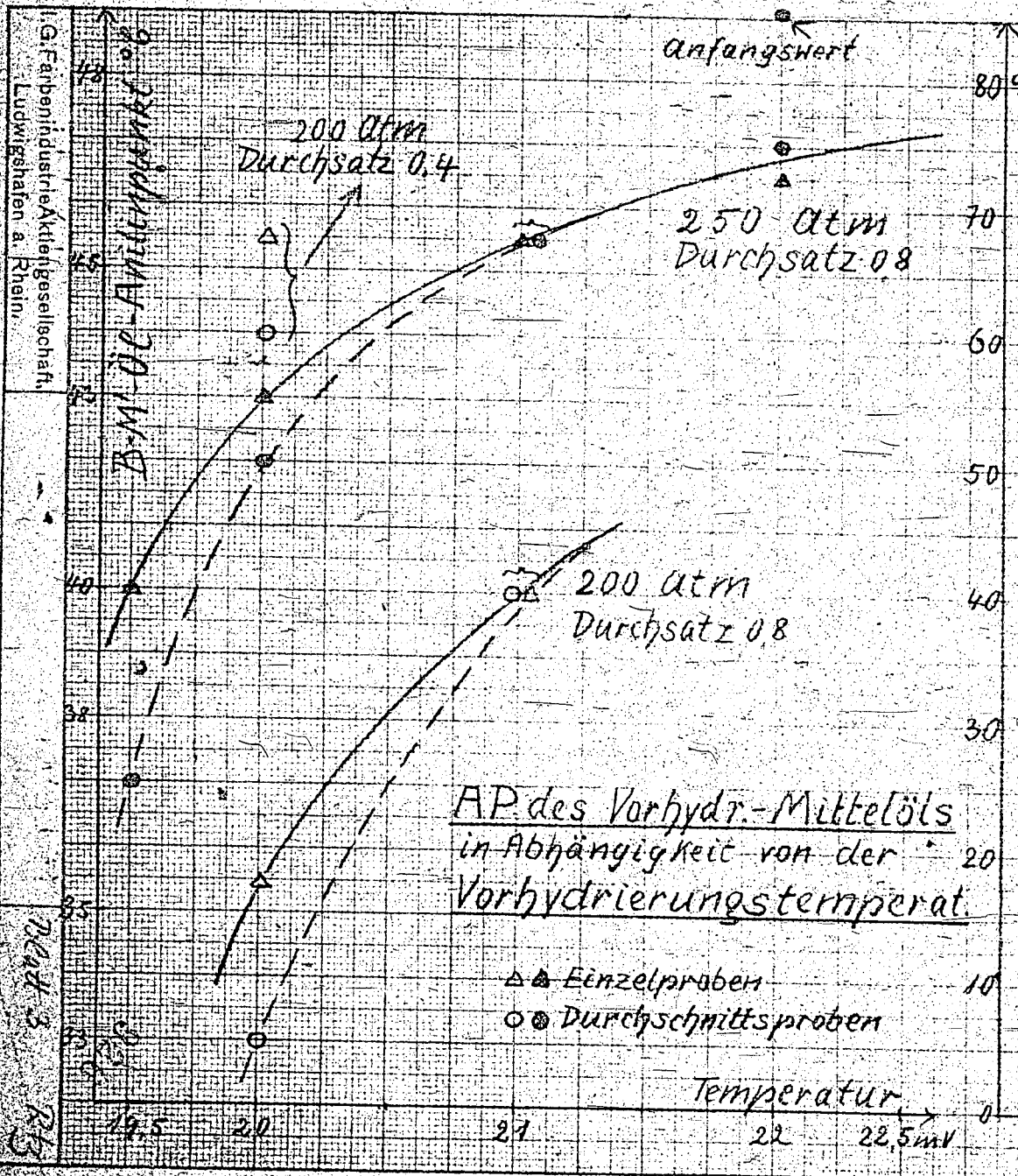
Farbchemische Ankergesellschaft  
 Laboratorium A. Stein  
 Hildesheim, A. Stein

Neu 345 / 1199 - 3 m. u. 2000

P 12.7.1 red. 28.7  
 22,0 mV  
 0,8 kg/Ltr Std.  
 250 atm

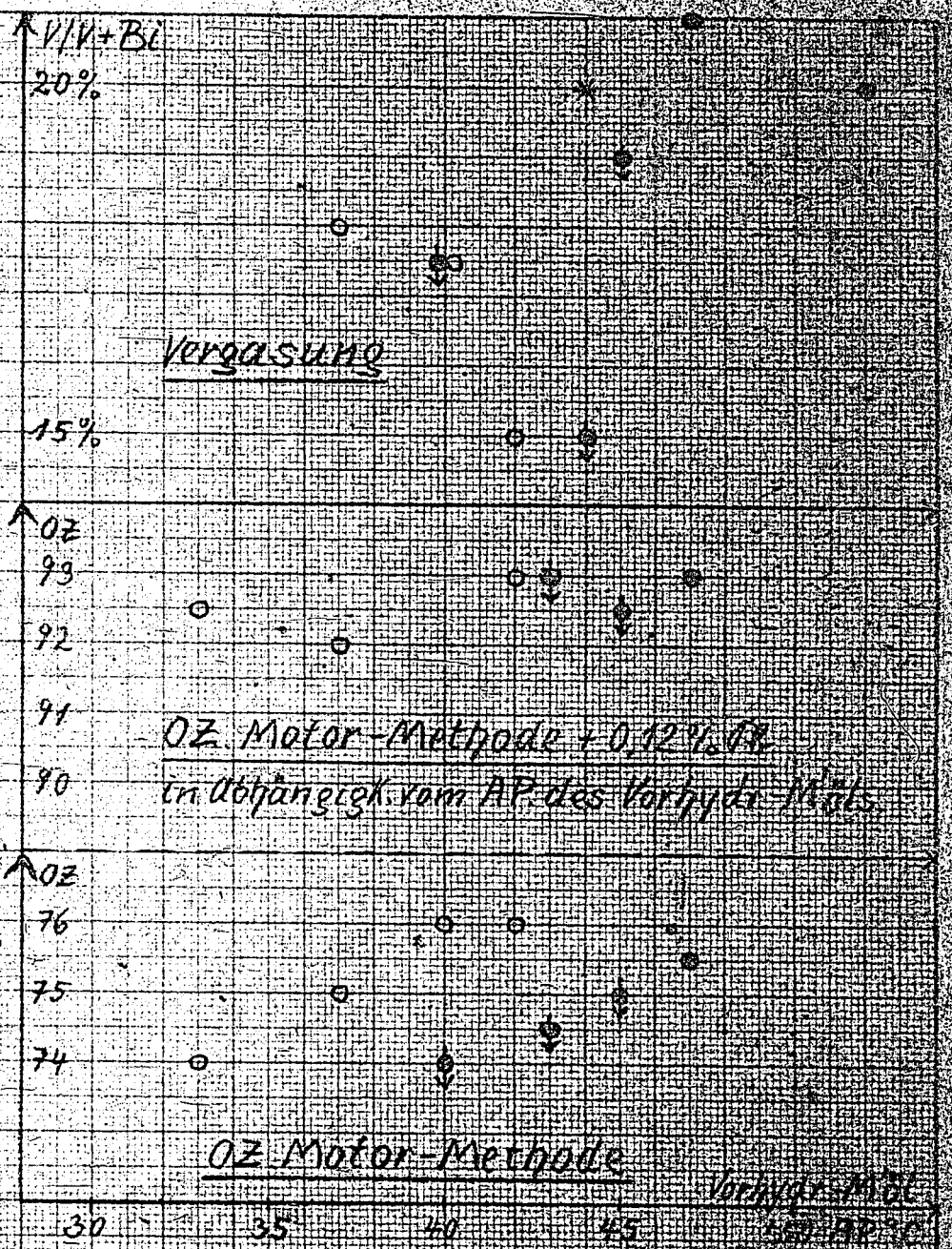
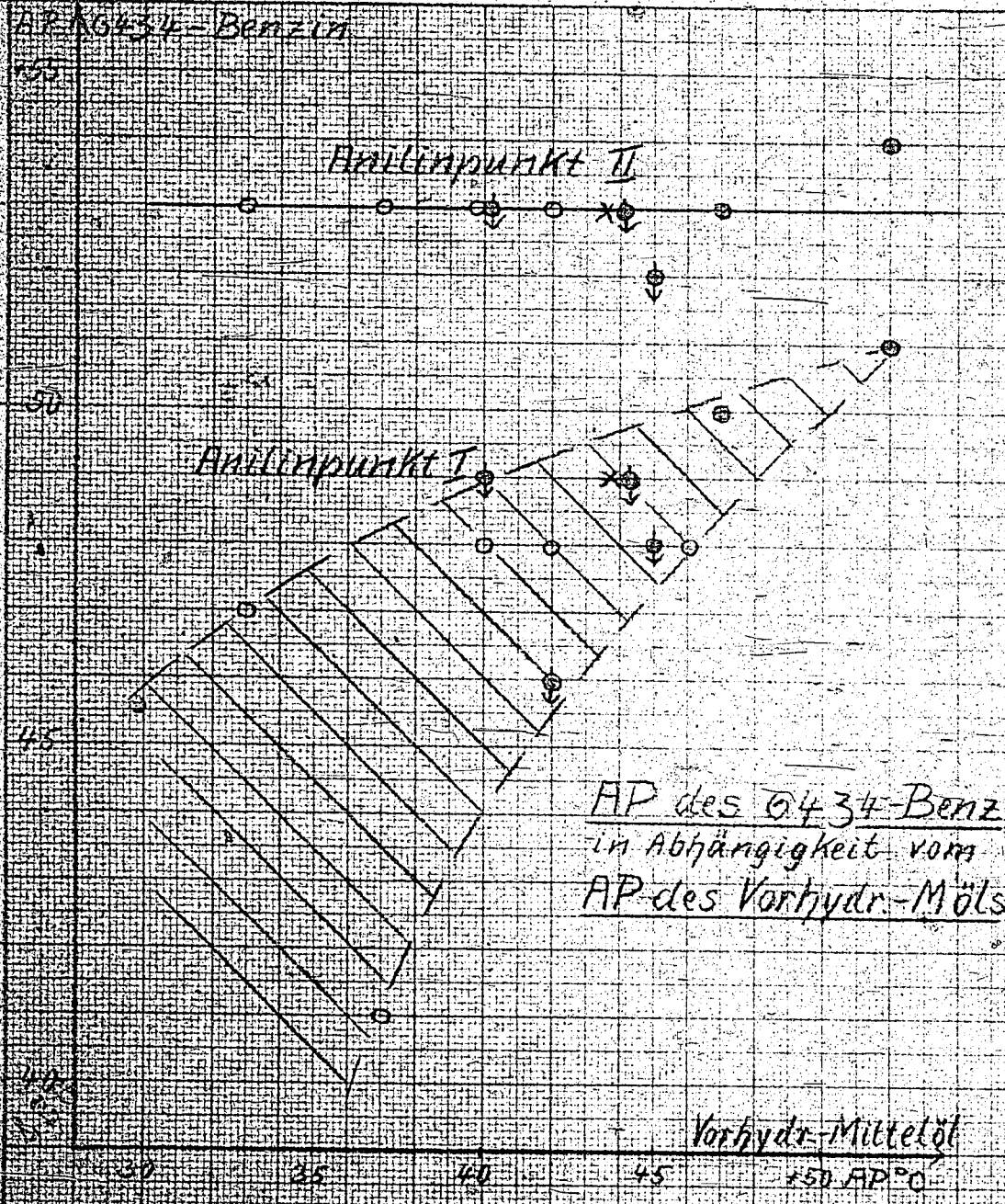








C. Faber-Ingenieur-Aktiengesellschaft  
Ludwigshafen am Rhein



BOH 11

Vapor  $\phi$

13

Zurück an  
Vorzimmer Dir. Dr. Plaf

Versuche zur Raffination von  
Fliegerbenzol, Rohbenzol und Schwerbenzolfractionen  
mit Tonerde-Wolfram-Nickel-Kontakt.

Z u s a m m e n f a s s u n g .

Die Versuche wurden in 2 hintereinandergeschalteten 500 ccm-Öfen mit Zwischenaufheizung durchgeführt, von denen der erste als Vorofen zur Aufhydrierung gummbildender Ungesättigter bei 10-12 MV gehalten wurde, während die Temperatur des zweiten zwischen 12 und 21 MV variiert wurde.

Raffination von Fliegerbenzol bei 50 Atm und einer Hauptofentemperatur von 15 MV ergibt ohne Spaltung, Aufhydrierung von Aromaten oder Vergasung ein Produkt mit gutem Bombentest.

Rohbenzol läßt sich unter gleichen Bedingungen ebenso raffinieren, wobei allerdings bereits nach 48 Stunden Verstopfung im Vorofen durch Gumbildung auf dem Kontakt auftrat. Der Trägerkontakt scheint demnach als Vorkontakt weniger aktiv zu sein als 5058, doch wurde der Gegenversuch mit 5058 nicht gemacht. Bei 19 MV findet schon merkliche Aufhydrierung statt.

Schwerbenzol vom Siedebereich 121-208° läßt sich bei 50 Atm nicht unter 19 MV raffinieren, wobei praktisch noch keine Aufhydrierung, aber eine geringe Polymerisation (3 % Neubildung > 200°) stattfindet. Auch in diesem Fall tritt Gumbildung im Vorofen auf. Bei 100 Atm und gleicher Temperatur findet schon merkliche Aufhydrierung statt. Die Anteile bis 165°, die ca. 80 Gew.% Aromaten enthielten, wurden in Mischung mit Steinkohleleichtbenzin im Überlademotor geprüft; die in ihnen enthaltenen Aromaten sind danach ebensogut wie DHD-Aromaten, während das zwischen 110 und 160° siedende Restbenzin eine Oktanzahl nach Motor-Methode von 57 hat. Betriebsstörungen traten bei 100 Atm in 140 Stunden nicht auf.

2008'

222 -

Eine Schwerbenzolfraktion von 225-265° von Krupp wurde bei 100 Atm und 18 bzw. 19 MV unter geringer Aufhydrierung raffiniert; Proben der raffinierten Produkte wurden an Krupp und an die Coloristische Abteilung Lu zur Prüfung ihrer Verwertbarkeit gesandt.

Es ist zu bemerken, daß inzwischen Vorhydrierungsversuche mit diesem Kontakttyp gezeigt haben, daß er im Vergleich zur Raffinationswirkung sehr stark hydriert und also für vorliegenden Zweck andere Kontakte z.B.  $\text{Al}_2\text{O}_3 + \text{MoO}_3$  ohne Ni besser geeignet erscheinen, da sie für gleiche Raffinationswirkung schwächer aufhydrieren.

### Die Versuche.

Es wurden einige Versuche zur Benzolraffination mit Kontakten ähnlicher Zusammensetzung wie K 8376 (K 7846 W 250)<sup>1)</sup> und bei Drucken zwischen 50 und 250 Atm ausgeführt. Es wurden zwei mit dem gleichen Kontakt gefüllte 500 cm-Öfen verwendet, von denen der erste als Vorofen zur Aufhydrierung der Gum-bildenden Ungesättigten bei 10-12 MV, der Zweite (Hauptofen) bei 12 bis 19 MV gehalten wurde. Die anfallenden Produkte wurden jeweils hinter dem Ofen mit 10%-iger Sodalösung gewaschen. Die Analysen der verwendeten Ausgangsstoffe sind in Tabelle 1, die Versuchsbedingungen und Hauptergebnisse in Tabelle 2 und 3 wiedergegeben.

#### 1.) Versuche mit Fliegerbenzol (P 1486)

Der Bombentest von Fliegerbenzol kann ohne merkliche Spaltung oder Aufhydrierung bei 50 Atm und einer Hauptofentemperatur von 15 MV (= 305°C) in Ordnung gebracht werden; 12 MV (= 253°C) waren noch nicht ausreichend. Der Schwefelsäuretest bleibt dabei schlechter als 10. Nach 60 Stunden Laufzeit wurde auf Schwerbenzol umgestellt. Zu den hohen Jodzahlen der Produkte, die höher als im Ausgangsbenzol sind, ist zu bemerken, daß die Methode Hanus 1940 in diesem Fall keine zuverlässigen Werte liefert und daß die wahren Werte unter 3 liegen dürften.

- 1) K 8238 = Aktive Tonerde, 10 HF, 16  $\text{WO}_3$ , 3  $\text{Ni}_2\text{O}_3$ , geschwefelt, gekörnt.  
K 8376 = Aktive Tonerde, 5% HF, 16  $\text{WO}_3$ , 3  $\text{Ni}_2\text{O}_3$ , geschwefelt, gekörnt.

2.) Versuche mit Schwerbenz 1 der Wifo (P 1488)  
bei 50 Atm.

Zur Erzielung eines guten Bombentestes und Schwefelsäuretestes im redestillierten Anfall  $-180^{\circ}$  (= ca. 80 %) ist in diesem Falle eine Hauptofentemperatur von 17 MV ( $339^{\circ}\text{C}$ ) noch nicht ausreichend, vielmehr eine solche von 19 MV ( $374^{\circ}\text{C}$ ) erforderlich. Aufhydrierung und Spaltung bleiben dabei noch sehr gering. Es findet eine geringe Neubildung hochmolekularer Anteile über  $200^{\circ}$  statt (bei 19 MV etwa 2,5%, bei tieferer Temperatur mehr). Nach 92 Betriebsstunden mit P 1488 (Gesamtbetriebszeit des Ofens 152 Std.) wurde der Kontakt ausgebaut. Auf den Kontakt des Vorofens hatten sich erhebliche Mengen Gum abgedehnt, die nach längerer Betriebszeit sicher zu einer Verstopfung des Ofens geführt hätten. Das Ausbaugewicht betrug 527 g gegen 400 g Einbau. Der Kontakt aus Ofen 2 zeigte ebenfalls eine geringe Gewichtszunahme von 400 g auf 432 g. Es wurde vermutet, daß durch etwas höhere Vorofentemperatur oder höheren  $\text{E}_2$ -Druck die Gumbildung hätte vermieden werden können.

3.) Versuche mit Rohbenzol von Auguste-Viktoria  
(P 1489)

Mit einem Kontaktneueinbau wurde Rohbenzol unter ähnlichen Bedingungen wie vorher Schwerbenzol verarbeitet, wobei sowohl bei 17 als auch schon bei 15 MV gute Teste (Bombentest und  $\text{H}_2\text{SO}_4$ -Test) erhalten wurden. Dabei traten allerdings schon nach 50 Betriebsstunden Betriebsstörungen durch Verstopfungen im Ofen 1 auf, die schließlich einen Ausbau des Vorofens erforderlich machten. Das Kontaktgewicht hatte von 400 auf 487 g zugenommen. Der Vorofen wurde darauf mit Kontakt 8476 gefüllt, da Kontakt 8238 nicht mehr zu Verfügung stand. Es wurde dann noch bei höherer Hauptofentemperatur und schließlich noch kurz mit  $10^{\circ}$  Atm Wasserstoffdruck gefahren. Wie aus folgender Gegenüberstellung zu entnehmen ist, findet in beiden Fällen schon eine merkliche Aufhydrierung statt:

836

<u>Druck</u> <u>Atm</u>	<u>Ofen 1</u> <u>MV</u>	<u>Ofen 2</u> <u>MV</u>	<u>Anfall</u>	<u>Spezif. Gew. / 20°</u>	<u>A.P. I</u>
50	10	15		0,879	- 58,4
50	10	17		0,874	- 55,4
50	10	19		0,863	- 41,0
50	11	21		0,851	- 35,0
100	12	19		0,836	- 21,0

Bei einem Versuch, bei 250 Atm zu fahren, ging die Temperatur im Vorofen hoch.

Es wurden dann Versuche mit Schwerbenzolen angeschlossen (s.u.) nach deren Beendigung, d.h. nach 600 Std. Betriebszeit des Ofens 2 bzw. 530 Std. Ofen 1 zur Prüfung der Kontaktaktivität nochmals auf Rohbenzol (P 1489) umgestellt wurde. Bei 50 Atm und Temperaturen Ofen 1/2 = 12/17,5 - 18 MV hatte der Anfall ein spezif. Gewicht von 0,867 - 0,870 bei 20° und einen Anilinpunkt von -45 bis -50°, welcher Wert sich den obigen gut einfügt.

4.) Versuche mit Schwerbenzol der Wifo (P188)  
bei 100 Atm.

Da sich bei 50 Atm am Vorofen mit P 1438 Schwierigkeiten ergeben hatten, wurde das Produkt nochmals bei 100 Atm gefahren mit dem Ziel, ein aromatenreiches Benzin als Mischkomponente für Hochleistungsbenzin zu erzeugen. Bei 12/19 MV tritt, verglichen mit 50 Atm und 10/19 MV schon eine beträchtliche Aufhydrierung und etwas Spaltung ein, während die Polymerisation etwas zurückgeht (A.P. -24° gegen -45°, 50% - 150° gegenüber 40 bei 50 Atm bzw. 32 im Ausgangsmaterial). Aus dem Anfall wurden 69% Benzin - 165°<sup>1)</sup> mit ca 80 Gew.% Aromaten, mit Oktanzahl Motor-Methode / Motor-Methode + 0,12 Pb 84/90 und einer Oktanzahl Motor-Methode der zwischen 110 und 166° siedenden Restbenzins von 57 herausgeschritten und mit Leichtbenzin Scholven von Oktanzahl Motor-Methode 79-80 im Verhältnis 1:0,75 vermischt.

1) Das Ausgangsöl hatte ebenf. etwa 70% - 165°; die Siedekurve ist demnach durch die Aufhydrierung nur auseinandergezogen worden ohne Spaltung hochsiedender Anteile.

Das Mischbenzin hatte 40 % bis 100°, 50 Gew.-% Aromaten, Oktanzahl Motor-Methode 78,5 bzw. mit 0,12 % Pb 88,5 und war in der Überladung im Minimum praktisch ebensogut wie DHD-Benzin aus Steinkohle, woraus sich unter Betrachtung des Restbenzins der hier untersuchten Mischung von ca 73 ergibt, daß die in dem Schwerbenzolraffinat enthaltenen Aromaten im motorischen Verhalten den DHD-Aromaten gleichwertig sind. Die Aromaten des Schwerbenzolraffinats bestanden zu 63 % aus Xylol und 22,6 % höheren Aromaten.

5.) Versuche mit einer Schwerbenzolfraktion von Krupp (P 1491).

Von diesem Produkt, das einen Siedebereich von 225 - 265° hatte, sollten raffinierendhydrierte Proben für Krupp hergestellt werden. Die Raffination wurde bei 100 Atm einmal unter schwächer hydrierenden, einmal unter etwas stärker hydrierenden und spaltenden Bedingungen durchgeführt (vgl. die folgende Gegenüberstellung mit dem Ausgangsöl).

	Temp. Ofen	2 Spez.Gew./15°	AP °C	β-200°	Gew.-% Arom.-200°
P 1491	-	1,010	-	0	-
Anfall	18 MV	0,958	-38,8	10	~ 65
Anfall	19 MV	0,922	-18,4	22	~ 50

Von den beiden Proben, die an Krupp abgesandt wurden, wurden auch kleine Proben an die Coloristische Abteilung Lu zur Prüfung ihrer Eignung als Lösungsmittel und dgl. geschickt (vgl. Memo Colorist. Abteilung vom 1.12.1941 Nr. 78704). Die Oktanzahlen und Cetanzahlen der Fraktion - 200° wurden in Mischungen mit I.G. Eichbenzin der Oktanzahl 43 ermittelt (vgl. Tabelle 3). Beim Fahren mit P 1491 trat einmal eine Verstopfung in der Ausgangsleitung auf, deren Ursache nicht geklärt wurde. Insgesamt war der Ofen 320 Std. mit P 1491 in Betrieb. Eine anschließende Prüfung mit P 1485 (s.o.) zeigte, daß sich die Aktivität des Kontaktes nicht geändert hatte. Der Kontaktausbau ergab bei Ofen 1 565 g (478 g Einbau), bei Ofen 2 410 g (400 g), also ebenfalls Ablagerungen auf dem Kontakt des Vorofens, wobei natürlich nicht geklärt ist,

ob diese noch aus der 1. Fahrperiode des Ofens bei 50 Atm stammten  
oder sich teilweise auch noch bei 100 Atm gebildet hatten.

Die Vergasung wurde bei den Raffinationsversuchen nicht  
genauer ermittelt; aus der Dichte des Ofengases läßt sich nur  
entnehmen, daß sie in keiner Fahrperiode mehr als etwa 1 %  
bezogen auf Einspr. ung betragen haben kann.

gez. Reitz-

Gemeinsam mit:

Dr. Donath

Dr. Sonnenmacher

La jus

Dr. Fürst

Dr. Dehn

633

Tabelle 1:

Ausgangsublen

	P 1486 v. 19.8.1941 (VMT 302 = Fliegerbenzol)	P 1489 v. 9.5.1941 (Rohbenzol Auguste- Viktoria)	P 1488 v. 20.8.1941 (Schwerbenzol v. Wifo-Neu- burg a.D.)	P 1491 v. 12.8.1941 (Schwerbenzol fraktion von Krupp = leicht- tes Mittelöl)
Spez. Gewicht/20°	0,875	0,887	0,896	1,006
Anilinpunkt °C	-	- 60,4	-	- 42° ber.
ASTM Siedebeginn °C	79	78	121	225°
80	-	4	-	-
90	63	66	-	-
100	82	79,5	-	-
110	90	85	-	-
120	93	88	-	-
130	96	90	2	-
140	98,5	91	10	-
150	-	92	32,5	-
160	-	93	62	-
170	-	94	79	-
180	-	95	85,5	-
190	-	96	93	-
200	-	97	94,5	-
230	-	-	-	10
240	-	-	-	65
250	-	-	-	92,5
260	-	-	-	97
Endpunkt °C	140/98,5	202/97,5	208/96	265/98
Jodzahl (Hanus 40/38)	3,50,8	-	50/7,1	20,4 <sup>1)</sup>
Schwefelsäuretest	ca 2	besser als 10	schlechter als 10	-
Phenole	-	-	-	1,0
Asche	-	-	-	Spuren

1) aus Bromzahl



Tabelle 5:

## Produktuntersuchungen

Kontakt Ausgangsil	Ofen I/II 8238 500/500 ccm		Ofen I 8476 500 ccm = 478 g, Ofen II wie vor-		-	Ofen II wie vor-	
	P 1489	400/400 g	P 1488	P 1488		P 1491	1491
Datum	4.9. a b	5.9. b c	12.9. b	13.-16.9.		19.9. abc	20./21.9.
Betriebsstunden	24	48	159	-		329	329
Druck Atm	-50	-	100	-		-	-
Temperatur MV Ofen 1	10	-	12	-		-	-
" " " 2	17	15	19	19		-	17,5
Durchsatz kg/Ltr.u.Std.(Ofen2)	1,0	-	-	-		-	-
cbm Gas/kg Öl	2,0	-	-	-		-	-
Spez. Gewicht/15°C	0,878	0,883	0,886	0,869		0,922	0,958
Anilinpunkt I	-55,4	-58,4	-21,4	-24,4		-18,4	-38,8
Dokortest	-	-	-	-		negativ	negativ
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> -Test	-	-	-	-		>10	>10
Cu-Streifen	-	-	-	-		gut	gut
Jodzahl (Hanus 1940)	4,4	6,6	-	6,5		17,8	19,3
ASTM Siedebeginn °C	75	76	114	119	Mischung	137	178
% - 90°C	67	66	-	-	1 Teil	-	-
% - 100°C	81	81,5	-	-	dto. red.	-	-
% - 120°C	89,5	88	1,5	-	- 165°	1	8
% - 150°C	94	94	52	48,5	0,75	4	0,5
% - 170°C	97	97	90	90	Leichtbenzol	21,5	1,5
% - 200°C	-	-	95,5	95	Scholven	88	75
% - 225°C	-	-	97	96	(KW 592748)	99	98
% - 250°C	-	-	98	97		250	260/99
Endpunkt °C	194/98,5	191/98,5	300/99	300/98,8		89,11	90,35
% C						10,82	9,42
% H							
Redestilliert	-165°	-165°	66,5%-165°	69%-165°		21,8%-200°	9,5%-200°
Spez. Gewicht/15°C	-	-	0,851	0,854	0,795	0,874	0,888
Anilinpunkt I/II	-	-	-24,6/ +48,2	-28,0/ +47,8	-0,3/ +50,1	-1,6/ +44,2	-17,4/ -
Gew.%-Aromaten	-	-	~75	~79	50,5	~51	~66
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> -Test	ca 2	5-7	<2	-	-	-	-
Jodzahl (Hanus 1940)	3,2	4,3	13,0	-	-	-	-
ASTM Siedebeginn °C			108	112	56	108	117
% - 100°C			-	-	40	-	-
% - 120°C			5	3	54	1	-
% - 140°C			56	51	71	6,5	3
% - 150°C			89	83	90	12,8	11
% - 180°C			-	-	-	53,0	56
Endpunkt °C			165/99	167/98,8	15/98	212/99	15/98,5
Bombentest + Pb: Abfall Atm	0	0	0	0	0	0	0
Glasschale vorher mg	0,8	0,2	0	0	1,6	0	0
Glasschale nachher mg	7,1	1,2	9,6	9,6	1,4	0	0
Cu-Schale + Pb mg	1,8	10,5/7,0	1,2	1,2	0	0	0
OZ Res.-Meth./Res.-Meth. + 0,12 % Pb					90,8/99	79,5/75	98,5/95
M.M./M.M. + 0,12 % Pb					84,2/90	78,5/88,5	In Mischung m. B1 OZ 43 (50 bzw. 25,75)
Cetanzahl						20	26
Überladung					(600H)	Mischung wie oben	50:50

Tabelle 2:

## Produktuntersuchungen

Kontakt Ausgangsgöl	8 2 3 8 / Ofen I/II = 500/500 ccm = 400/400 g					
	P 1486	-	P 1488	-	-	-
Datum 1941	21.8. b c	22.8. c	23.8. c / 24.8. a	24.8. c	26.8. a	31.8. b c I
Betriebsstunden	24	48	80	96	128	152
Druck Atm.	50	-	-	-	-	-
Temperatur Ofen 1 MV	10	-	-	-	-	-
Ofen 2 MV	12	15	15	12	17	19
Durchsatz kg/Ltr./Std. 1)	10	-	-	-	-	-
cbm Gas/kg Öl	2	-	-	-	-	-
Spez. Gewicht / 15°C	0,877	0,876	0,897 <sup>2)</sup>	0,910	0,899	0,892
Anilinpunkt I	-62,1	-61,7	-47,7	-44,9	-46,5	-45
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> -Test	>10	>10	>10	>10	>10	-
Jodzahl (Hanus 1940)	14,8	16,5	15,7	17,4	16,2	21,8
ASTM Siedebeginn °C	77	80	104	110	122	112
% - 90°C	58,5	64,5	-	-	-	-
% - 100°C	82	83	-	-	-	-
% - 120°C	93,5	93	5	1	-	2
% - 140°C	98	-	29,5	16,5	15	17
% - 180°C	-	-	82	79	77	84,5
% - 200°C	-	-	91	86	83	92
% - 250°C	-	-	94	92,5	90	95,5
Endpunkt °C	141/98,5	142/99	329/98	319/98	348/98,5	327/98,8
red. -180° Gew. %			85,4	81,5	77,1	76,5
Spez. Gewicht / 15°C			0,882 <sup>2)</sup>	0,885	0,881	0,873
Anilinpunkt I			-47,7	-47,3	-46,1	-46,2
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> -Test			<10	<10	<10	ca. 3
Jodzahl (Hanus 1940)			17,8	24,7	19,3	22,1
ASTM Siedebeginn °C			100	122	117	107
% - 110°C			3	-	-	-
% - 130°C			26,5	-	-	11,5
% - 140°C			39	23	29,5	33,5
% - 150°C			62	53	61	67
% - 160°C			83,5	84,5	84	88
% - 170°C			92	92	92	96
Endpunkt °C			184/99	187/99	183/99	174/99
Bombentest + Pb Abfall Atm	0	0	redest. 0,4	redest. 0,5	redest. 0	redest. 0
Glasschale vorher	20,9/13,2	2,0	54,4/37,4	44,8/23,1	40,3/22,7	1,2
Glasschale nachher mg	35,1/16,9	8,3	145/119,3	86/61,1	32,6/20,6	55,5/9,9
Cu-Schale mg + Pb	38,0	4,0	35,1	59,0	37,4	7,1

1) bezogen auf Ofen 2

2) Produkt enthielt anscheinend aus dem Laugeturm noch geringe Anteile des vorher gefahrenen leichteren Produktes/P-1486.

333

*Taper*  $\phi$  (14)

Zurück an  
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

Beschreibung der Parallelkleinversuche zum Grossversuch in  
Kammer 805 sowie eines neuen Bauerversuches der 800 at-Ben-  
sinnierung von Steinkohleverflüssigungsmittelöl mit Ferranaken-  
kontakten.

Zusammenfassung.

1.) Der Bericht umfasst folgende Teile:

- I. Stand des Verfahrens bei Beginn des Grossversuches in  
Kammer 805 auf Grund von Daten aus Zusammenstellungen  
von Dr. Donath (1,0 Ltr-Ofen), Dr. Günther und D. Gnehm, Tro-  
fimow (200 cem-Ofen).
- II. Fahrweise und rohe Ergebnisse des Grossversuchs in Kammer  
805, 5.10.42 - 10.2.43.
- III. Beschreibung und Diskussion der Parallelversuche zum  
Grossversuch in 200 cem-Ofen.
- IV. Beschreibung und Diskussion eines neuen Bauerversuches  
mit Kontakt 7501 in 200 cem-Ofen.

2.) Bei den älteren Versuchen in 200 cem-Ofen wurden mit den  
Kontakten 7421 (6109 + 20 % SnS + 1 % MoS<sub>2</sub>) und 7501 (6109 +  
1 % MoS<sub>2</sub>) bei Verarbeitung von geschwefeltem Steinkohlever-  
flüssigungsmittelöl (ohne Sumpfbenzin) folgende Ergebnisse  
erhalten:

Kontakt:	7421	7501
Ofenblatt	4811	3754
Temperatur	25,5 HV	25,5 HV
Benzin-Kons. -160°	50 %	67 %
Benzin-Leistg. -160°	0,44	0,58
Vergasung	17-18 %	12-13 %
% -100°C im Benzin	38 %	45 %
% Aromaten im Benzin	37-40 %	25-30 %
D.Z. Motor/0,12	78/90	76/89
Z-Mittelöl -AP.	0,0	18,0

Das Vorteil der höheren Aromatenkonzentration und Klopfzahl  
beim 7421 gegenüber dem 7501 stehen also die Nachteile ge-  
ringerer Spaltung, wesentlich höherer Vergasung und wahrschein-  
lich auch geringerer Beständigkeit der Kontaktaktivität ge-  
genüber.

- 3.) In allen unter II, III und IV beschriebenen Versuchen wurden die auf Grund der älteren (unter I beschriebenen) Versuche erwarteten Ergebnisse erzielt.
- 4.) Die Versuche verliefen unter schwachem Nachlassen der Kontaktaktivität. Auf Grund dieses Abklings, der geringer war als das bei ähnlichen Versuchen der 7019-300 at-Aromatisierung, kann mit grosstechnischen Betriebsdauern von einem Jahr gerechnet werden. Das Abklingen war unter den Bedingungen des unter IV beschriebenen Dauerversuchs mit erheblichem Anstieg der Vergasung verbunden.
- 5.) Fortlassen der Produktschwefelung bewirkt einen sofortigen Abfall der Hydrierwirkung, der sich durch Einsatz des weniger hydrierten B-Mittelöls noch verstärkt. Als vermutlich sekundäre Folgen dieses Effektes wurden beobachtet:
  1. ein Anstieg der Vergasung um mehrere Prozent, auf  $E_1 + V$  bezogen, bzw. um ca. 25 % auf die  $E_1$  der Vergasung selbst bezogen,
  2. eine erhebliche Beschleunigung des Abklings der Kontaktaktivität.
- 6.) Auf Grund der Ergebnisse des unter IV beschriebenen Versuches wurde ein weiterer Dauerversuch mit Kontakt 7501 angesetzt, der mindestens 1/4 Jahr unter dauernder Produktschwefelung laufen soll. Der Versuch läuft jetzt 50 Tage und gibt befriedigende Ergebnisse.

Versuche gemeinsam mit

Dr. Peters und  
Mitarbeitern

gez. Günther.

Beschreibung des Grossversuchs  
gemeinsam mit Dr. Simon,  
Dr. Süssenguth,

Untersuchungen durch  
Labor 576,  
Dr. Dehn,  
Dr. Meier.

3

In Verbindung mit dem Anführen eines Grossversuches der direkten 590 at-Benzinierung von Steinkohleverflüssigungsmittelöl mit Terranakontakt in Kammer 805 wurden im 200 ccm-Ofen Vergleichsversuche sowie weitere Versuche auf diesem Gebiet durchgeführt.

### I. Stand des Verfahrens bei Beginn des Grossversuchs.

Die Entwicklung dieses Verfahrens und der Stand bei Beginn des Grossversuchs waren etwa folgendes Versuchs von Dr. Donath vom Januar 1938 (vgl. Bericht 12711) mit Kontakt 5434 ergaben schon grundsätzlich ähnliche Ergebnisse wie die neuesten Versuche. Seit 1940 wurden im 200 ccm-Ofen neuerliche Versuche zur Kontaktentwicklung auf diesem Gebiet durchgeführt. Hierbei bewährten sich die Kontakte 7501 (Terrana HF + 1 %  $\text{MnO}_2$ ) und 7421 (Terrana HF + 20 %  $\text{MnO}_2$  + 1 %  $\text{MnO}_2$ ). Die Ergebnisse der meistens ca. 4 Wochen laufenden Versuche waren etwa folgendes:

Mit Kontakt 7501 wurde unter den Bedingungen 590 at  $\text{H}_2$ , Einspritzprodukt Steinkohleverflüssigungsmittelöl 160-325°C + B-Mittelöl über 160°C (ca. 1:1) + 0,5 %  $\text{O}_2$  und 2 ccm Gas/kg Öl zur Erreichung einer Benzinkonzentration von 50 % bei Durchsatz 1,0 eine Temperatur von 25 MV = 474°C benötigt. Die Vergasung betrug dabei 10 bis 14 %, das Gas enthielt 30 bis 40 Gew. % Butan und dieses wiederum 33-40 % iso-Butan. Das Benzin enthielt 25-30 % Aromaten, 40-50 % Naphthene und ca. 25 % Paraffine. Bei einem Gehalt von ca. 40 % an bis 100°C siedenden Anteilen hatte es die Okt. Mot. 75 / Mot. 012: 89. Der B-Mittelöl-Anilinpunkt lag bei ca. 29°C. Diese Ergebnisse sowie solche bei anderen Durchsätzen, Temperaturen und Drücken sind in den Berichten Rts 19251, 204041 und 209401 niedergelegt. Mit Kontakt 7421 wurden etwas schwächere Spaltung, höhere Vergasung (15 - 20 % und ca. 10 % mehr Aromaten im Benzin erhalten. Der B-Mittelöl-Anilinpunkt lag hierbei um 0°C. Die Kontaktaktivität schien nicht so beständig zu sein wie beim 7501.

Von Dezember 1941 bis April 1942 (114 Tage) lief bei Dr. Donath ein Dauerversuch mit Kontakt 7421 im 1,0 Ltr-Ofen, dessen Ergebnisse in den Berichten Rts 199671, 199921 und 206901 enthalten sind. Als hier am meisten interessierende seien davon angeführt:

- 1.) Der Kontakt arbeitete im 1,0 Ltr-Ofen bei wesentlich tieferer Temperatur als im 0,2 Ltr-Ofen.
- 2.) Bei Weglassen des  $\text{O}_2$ -Zusatzes zum Öl nahm die Spaltung etwas ab (Leistung von 0,45 auf 0,40). Der Aromatengehalt des Benzins stieg um ca. 10 % (?), der B-Mittelöl-Anilinpunkt sank um über 20° ab. Dies bedingte auch einen geringen Anstieg der Oktanzahl. Ein nachteiliger Einfluss auf die Höhe oder Zusammensetzung der Vergasung wurde nicht beobachtet. Im Laufe des Versuches musste die Temperatur von 22,5 auf 24 MV erhöht werden, um die Leistung konstant zu halten.

### II. Fahrweise und rohe Ergebnisse des Grossversuchs.

Der Grossversuch in Kammer 805 wurde Anfang Oktober angefahren. Am 5.10. wurde Produkt eingespritzt (Steinkohleverflüssigungsmittelöl Scholven ohne S-Benzin (P 1271) + B-Produkt 1:1, gaschwefelt). Im Verlauf der nächsten Tage wurden Temperatur und Durch-

Satz erhöht und das Mischungsverhältnis A- & B-Mittelöl richtig ein-  
gestellt. Am 13.10. wurde die Schwefelung fortgelassen. Am 25.10.  
wurde die Kammer abgestellt zur Vornahme einer Erweiterung des For-  
neisung. Am 28.10. waren die Arbeiten beendet und wurde wieder mit  
Einspritzung gefahren. Am 8.11. wurde auf P 1494 (S-BI + S-MI vom  
Grossversuch Kammer 804 aus schlesischer Kohle) ungeschwefelt, un-  
gestellt. Schon nach wenigen Tagen zeigten sich Schwierigkeiten im  
Wärmeübergang im Wärmeaustauscher, die, nachdem am 10.11. die Pro-  
duktschwefelung wieder aufgenommen worden war, am 12.11. zur Ab-  
stellung der Einspritzung und zu einer längeren Unterbrechung des  
Versuchs zwangen.

Am 11.11.43 wurde der Versuch von neuem angefahren, und nwa  
mit S-BI und MI aus Scholven (P 1421 + P 1303 + P 1271) bei Schwefe-  
lung des Produkts. Am 2.2. wurde dann auf das inzwischen redestil-  
lierte P 1494 (S-BI + MI aus schlesischer Kohle) umgestellt, am  
3.2. auf einen Rest Mittelöl ohne Benzin vom gleichen Versuch. Am  
10.2. wurde der Versuch abgestellt, da kein Einspritz-Produkt mehr  
vorhanden war.

Während des grössten Teiles des Versuchs betrug der Durch-  
satz an Einspritzprodukt ca. 1,0 l/h (an Frischprodukt ca. 0,5)  
und die Temperatur 23,5 MV, d.h. der Durchsatz war ebenso hoch,  
die Temperatur aber um 1,2 MV geringer als bei den vorausgegangenen  
Kleinversuchen in 200 ccn-Ofen. Die Benzinkonzentration im Abstrei-  
fer (und damit die Leistung) lag demgemäss auch niedriger als bei  
den Kleinversuchen. Die Leistung betrug bei Verarbeitung von Mittelöl  
allein ca. 0,35/170° (KI V. 0,45/165°) und bei Verarbeitung von  
S-MI + MI bei etwas höherer Temperatur ca. 0,50/170°. Die Phenolre-  
duktion war infolge der tieferen Temperatur auch etwas schlechter  
als bei den Kleinversuchen. Die Vergasung lag mit ca. 12-14 % etwa  
so wie bei den Kleinversuchen mit Kontakt 7501 und damit besser  
als bei den Kleinversuchen mit Kontakt 7421. Die Eigenschaften des  
erzeugten Benzins entsprachen den Erwartungen auf Grund der Klein-  
versuche. Im Vergleich zu dem in Abschnitt I beschriebenen Versuch  
in 1,0 Ltr-Ofen war in der Kammer 805 zur Erzielung gleicher Leistung  
eine wesentlich höhere Temperatur nötig.

### III. Parallelversuche zum Grossversuch.

A: Versuch Ofen 322 vom 2.10. - 22.11.42. Ofenblatt 4823.  
Kontakt 200 ccn 7421 Fass 5-12 = Einbau Kammer 805 v. 7.9.42.

Dieser Versuch wurde bei 600 at, Durchsatz 0,3 und 19,5 MV s  
382° C mit einem 1:1-Gemisch aus P 1271 (S-Mittelöl Scholven) und  
P 1497 (ätheres Aromatisierungs-B-Mittelöl aus Scholven), das mit  
0,5 %  $CS_2$  versetzt war, angefahren. Im Verlauf von 4 Tagen wurde  
der Durchsatz auf 1,0 und die Temperatur auf 24,5 MV vorgefahren.  
Die Gasmenge betrug von Anfang des Versuches an 400 ltr/h, um zu  
lange Verweilzeiten im Ofen zu vermeiden.

Am 9.10. (= 8. Betriebstag) wurde auf Einspritzprodukt der Kammer 805 umgestellt. Da dieses Produkt an der Kammer schon durch den Schwefelturn gegangen war, wurde kein weiterer Schwefel (in Form von  $CS_2$ ) dem Produkt zugesetzt. Von diesem Tag an wurde jeden dritten Tag an der Kammer 805 neues Produkt geholt und der Ofen jeweils darauf umgestellt. Da ab 23.10. die Kammer ohne Produktschwefelung fuhr, wurde auch der Versuch im Ofen 322 ab 15.10. mit ungeschwefeltem Produkt durchgeführt. Nach dem 1.11. wurde dem schwefelfreien Produkt (wie es im Grossversuch verwendet wurde) für den Kleinversuch wieder 0,5 %  $CS_2$  zugesetzt, um Studien über den Schwefelzuzusatz durchzuführen. Nach dem Abstellen der Kammer am 12.11. wurde der Kleinversuch noch weitere 10 Tage bis zum 22.11. weitergeführt. Die Ergebnisse sind auf Kurvenblatt I verzeichnet.

Nach der durch den Anstieg von Temperatur, Durchsatz, Benzinkonzentration und Leistung charakterisierten Anfahrperiode wurde mit P 1271 bei 24,5 MV und Durchsatz 1,0 Benzinkonzentration ca. 55 % bzw. 160 entsprechend Leistung 0,50 erhalten. Das Benzin hatte dabei Anilinpunkt 23 und enthielt 30-32 % Aromaten. Der B-Mittelöl-Anilinpunkt lag bei +12°C, die Vergasung betrug 12,7 %. Diese Ergebnisse entsprechen völlig den Erwartungen und besagen, dass der Kontakt von guter Aktivität war.

Nach der Umstellung auf das Einspritzprodukt der Kammer 803 (ebenfalls P 1271 - B-Produkt 1:2, geschwefelt), stieg die Benzinkonzentration noch etwas an, ebenso die Anilinpunkte von Benzin und Mittelöl, wahrscheinlich infolge des hohen B-Mittelölgehalts des Einspritzprodukts. Die Vergasung blieb innerhalb der Fehlergrenzen konstant (13,1 und 14,2 %).

Im Laufe der darauffolgenden Tage wurde mit der Kammer auf ungeschwefeltes Produkt umgestellt und der Durchsatz um 10 % auf 1,1 kg/l/h erhöht. Diese Massnahmen hatten während der nächsten 4 Tage keine eindeutige Änderung der Versuchsergebnisse zur Folge. Dann aber begann bei gleichzeitigem Absinken des Anilinpunkts des Einspritzproduktes von +3 auf -5°C die Konzentration rasch von 65 über 57 und 48 auf 30 % und damit die Leistung von 0,56 auf 0,27 abzusinken. Eine Erhöhung der Temperatur auf 25 MV brachte Konzentration und Leistung nur wieder auf 36 % bzw. 0,33. Mit dem Leistungsabfall war verbunden:

- a) ein Absinken des Benzin-Anilinpunkts von +30 auf +15°C entsprechend einer Erhöhung der Aromatenkonzentration von 27 auf fast 40 %.
- b) ein Absinken des B-Mittelöl-Anilinpunkts von +18 auf +2°C.
- c) ein Anstieg der Vergasung von ca. 12 auf ca. 18 %. Auf Grund dieser Ergebnisse wurde nach 17-tägigem Fahren ohne Schwefelung beschlossen, nunmehr wieder Schwefel zuzusetzen. Dies wurde so durchgeführt, dass weiterhin das ungeschwefelte Einspritzprodukt der Kammer 805 verwendet und dann 0,5 %  $CS_2$  zugefügt wurde. Diese Fahrweise unterscheidet sich von der normalen Fahrweise mit Schwefelzusatz dadurch, dass das im Einspritzprodukt enthaltene B-Mittelöl nicht vom Fahren mit Schwefelzusatz stammt, sondern vom Fahren ohne Schwefelzusatz, und infolgedessen einen tieferen Anilinpunkt hat, als es bei der normalen Fahrweise unter Produktschwefelung haben würde. Diese Massnahme hatte folgende Wirkung: Benzin- und B-Mittelöl-Anilinpunkt stiegen sofort um 8 bzw. 6 Punkte entsprechend

einer Abnahme des Aromatengehalts des Benzins um 6 Punkte. Die Spaltung (Benzinkonzentration und Leistung) nahm nicht zu, sondern eher sogar weiterhin langsam ab in einer Weise, die auf Abklingen der Spaltaktivität des Kontaktes schliessen lässt. Am 9.11. wurde dann mit der Kammer auf saupfbenzinhaltiges Einspritzprodukt aus schlesischer Kohle vom Grossversuch Kammer 804 umgestellt. Wie zu erwarten, stiegen daraufhin Benzinkonzentration und Leistung auf 42 % bzw. 0,40 an. Der Anilinpunkt des Benzins stieg um ca. 4 Punkte an. Der B-Mittelöl-Anilinpunkt stieg nicht an. Auch die Vergasung blieb bei etwa 18-20 %. Nach Abstellung der Kammer am 12.11. wurde der Versuch noch weitere 10 Tage mit dem letzten Einspritzprodukt der Kammer unter Schwefelzusatz weitergeführt. Die Ergebnisse blieben während dieser Periode konstant.

Zur Diskussion dieses Versuches ist zu sagen: Der Leistungsabfall nach dem 17. Betriebstag ist zweifelsohne nicht auf die 4 Tage vorher erfolgte Durchsatzerhöhung zurückzuführen. Als mögliche Gründe bleiben offen: Die 6 Tage vorher erfolgte Fortlassung der Schwefelung mit der anscheinend dadurch bedingten Senkung des B-Mittelöl-Anilinpunkts, oder ein möglicher sehr geringer Gehalt des A-Mittelöls an sehr hochsiedenden bzw. nichtverdampfenden Anteilen. (Hierbei ist an einen "Siedeschwanz" bzw. an Metallphenolate zu denken. In der Grossapparatur wird das A-Produkt im Gegensatz zur Kleinapparatur nicht redestilliert verwendet). Als wahrscheinlichere Ursache kann jedoch das Fortlassen der Schwefelung betrachtet werden.

Zum Einfluss der erneuten Produktschwefelung nach den Nachlassen der Kontaktaktivität ist zu sagen, dass bei normaler Schwefelfahrweise, also bei Verwendung von B-Mittelöl von der Schwefelfahrweise selbst, die Leistung vielleicht doch wieder angestiegen wäre. Der vorliegende Versuch erlaubt jedenfalls die Feststellung, dass der Schwefel direkt einen starken positiven Einfluss auf die Hydrierwirkung ausübt. Als sekundäre Wirkung dieses Einflusses ist eine Erhöhung der Spaltung als nicht unwahrscheinlich anzunehmen.

B: Versuch Ofen 328 vom 16.10. - 1.11.42, Ofenblatt 4869  
Kontakt: 200 ccm 7421 Pass 5-140 = Einbau Ra 805 v. 7.9.42.

Dieser Versuch lief erst an, nachdem die Kammer 10 Tage im Betrieb war. Den Versuchsverlauf zeigt Kurvenblatt II. Der Versuch wurde in der üblichen vorsichtigen Weise mit Steinkohlen-B-Mittelöl, Aromatisierungs-B-Mittelöl Scholven unter Zusatz von 0,5 %  $OS_2$  angefahren. Am 5. Tag waren die Temperatur- und Durchsatzbedingungen der Kammer 805 (25,7 MV und Durchsatz 1,0) erreicht. Die im Verhältnis zu anderen Versuchen in 200 ccm-Ofen relativ niedrige Temperatur gestattet nicht eine exakte Beurteilung der Aktivität des Kontaktes; auf Grund der vorhandenen Ergebnisse ist jedoch anzunehmen, dass die einwandfrei war. Am 6. Tag wurde auf das ungeschwefelte Einspritzprodukt der Kammer 805 umgestellt. Wenige Tage später schon sank die Konzentration rasch von 49 auf ca. 35 %, später sogar auf 22 % ab, die Leistungen entsprechend von 0,43 auf 0,32 und 0,20. Auch der Benzin- und der B-Mittelöl-Anilinpunkt sanken etwas ab. Die Vergasung war in der Anfahrperiode nicht bestimmt worden; sie kann da aber auf 12-13 % geschätzt werden. In der Fahrperiode mit dem ungeschwefelten, einwandfreien Einspritzprodukt der Kammer 805 wurden Vergasungen von 22,8, 15,4 und 23,3 % gemessen. Die zugehörigen



7

iso-Butan-Gehalte im Gesamtbutan lagen entsprechend der tiefen Temperatur bei 50,42 und 47 %, im Mittel also bei 46 %. Mit dem 10.11. = 25. Betriebstag wurde der Versuch nicht mehr parallel zur Kammer 805 gefahren. Es wurde wohl auf das benzinhaltige Einspritzprodukt der Kammer umgestellt, auf Wunsch von Dr. Simon aber vor dem Ofeneingang Wasser eingespritzt; hierdurch sollte festgestellt werden, ob eine solche Massnahme den Kontakt schädigt, um diese eventuell zur Behebung der Regenerationsschwierigkeiten bei der Kammer 805 in Anwendung zu bringen. Der Versuch lief dann noch weitere 5 Tage mit Wassereinspritzung, ohne dass nachteilige Folgen derselben zu bemerken gewesen wären. Danach musste der Versuch wegen Undichtwerden des Ofens abgestellt werden.

Zur Diskussion dieses Versuches ist etwa dasselbe zu sagen wie zu dem vorher beschriebenen Versuch im Ofen 322.

#### IV. Neuere Versuche im 200 ccm-Ofen.

Unter anderen wurde im 200 ccm-Ofen ein Versuch mit Kontakt 7501 von 90 Tagen Dauer besonders zur Feststellung des Einflusses der Schwefelung bei dieser Fahrweise durchgeführt (Ofen 329 vom 6.10.42 bis 4.1.1943, Ofenblatt 4850. Versuchsverlauf siehe Kurvenblatt III.)

Der Versuch wurde wie üblich bei niedriger Temperatur mit kleinem Durchsatz an Steinkohleverflüssigungs-A-Mittelöl + Aromatisierungs-B-Mittelöl Scholven unter Produktschwefelung angefahren. Nach Erhöhung der Temperatur auf 24,5 MV und des Durchsatzes auf 1,6 in mehreren Stufen wurde am 10. Tage auf eigenes B-Mittelöl umgestellt und am 15. Tag die Temperatur zur Einstellung einer Benzinzuleistung von 0,30 auf 25 MV erhöht. Diese Bedingungen wurden konstant weitere 24 Tage gehalten. Der Benzol-Anilinpunkt lag dabei bei 25-30 °C entsprechend einem Aromatengehalt von etwa 25-30 %. Der B-Mittelöl-Anilinpunkt lag bei ca. 18 °C. An Vergasungen wurden in dieser Periode bestimmt: 14,3; 16,1; 15,0; 16,7; 15,8; 16,5 und 13,1 % (Mittel 15,4 %) mit 37; 41; 45 und 40 % Iso-Butanengehalt im Gesamtbutan.

Nach dem 40. Betriebstag wurde die Schwefelung fertig gelassen. Dies hatte ein sofort einsetzendes Absinken des Benzolanilinpunktes von ca. 25 auf +15 °C entsprechend einem Anstieg des Aromatengehaltes von ca. 28 auf fast 40% sowie ein Absinken des B-Mittelöl-Anilinpunktes von ca. 18 auf 0 °C zur Folge. Benzinkonzentration und Leistung nahmen auch sofort von 52 auf 47 % bzw. von 0,50 auf 0,45 ab, blieben dann jedoch während der 17-tägigen Periode konstant. Vergasungen wurden zu 20,6 und 15,4 (im Mittel 18,0) % bestimmt mit 38 bzw. 41 % Iso-Butan im Gesamtbutan.

Nach dem 57. Tag wurde das Produkt wiederum geschwefelt. Die Hydrierung nahm sofort wieder zu, die Leistung jedoch nicht. Im Verlauf dieser 11-tägigen Periode zeigte sich sogar ein leichtes Abklingen der Hydrier- und Spaltaktivität des Kontaktes. Eine Vergasung wurde zu 17,3 % bestimmt. Sie lag damit wieder etwas tiefer als bei der Fahrperiode ohne Produktschwefelung im Mittel.

Nach dem 68. Betriebstag wurde der Schwefel wieder weg gelas-

sen. Dies bewirkte einen sofortigen Abfall des B-Mittelölanilinpunktes auf unter  $6^{\circ}\text{C}$  sowie anscheinend eine Beschleunigung des Abfalles der Spaltaktivität des Kontaktes. Die Vergasungen lagen nunmehr mit 23,4 und 20,5 % recht hoch. Am 82. Betriebstag wurden folgende Ergebnisse erhalten: Benzinkonzentration 35 % -150; Leistung 0,32; Benzin-Anilinpunkt  $17^{\circ}\text{C}$ ; Mittelöl-Anilinpunkt ca.  $-2^{\circ}\text{C}$ ; 35 % Aromaten im Benzin. Durch eine Temperaturerhöhung um  $1/2$  MV konnte die Leistung wieder auf ca. 0,40 gebracht werden.

Der Verlauf des Versuches ist auf Kurvenblatt III aufgezeichnet. Die Ergebnisse der grossen Untersuchungen befinden sich auf Tabelle I. Auf Tabelle II befinden sich zwei Restbenzinuntersuchungen, beide aus der Periode bis zum 40. Betriebstag (Paarweise unter Produktschwefelung, Benzingleistung ca. 0,50). Die Restbenzinanzahlen nach Motormethode sind mit 70,0 bzw. 70,3 sehr gut. Auf Kurvenblatt IV befinden sich die Anilinpunktkurven bei Fahrweise mit und ohne Produktschwefelung, jeweils aus den Perioden mit noch sehr guter und mit schon mehr oder weniger abgeklungener Spaltaktivität des Kontaktes. Hierbei ist besonders bemerkenswert, dass der Anilinpunkt in den oberen Mittelölfraktionen bei Weglassen der Produktschwefelung stark abfiel und bei Wiedereinsatz der Schwefelung nicht wieder wesentlich anstieg.

Zur Diskussion dieses Versuches ist zu sagen:

1) Im Kleinversuch wurde in drei Monaten ein mässiges Abklingen der Spalt- und Hydrierwirkung beobachtet. Dieses Abklingen, das bei gleichmässigerer Versuchsführung (dauernde Produktschwefelung) vielleicht noch geringer sein würde, ist schwächer, als das bei der 7010-250 at-Aromatisierung im gleichen Ofentyp und 1200 gross-technische Betriebszeiten von mehr als einem Jahr erwartet. Das Abklingen ist unter den Bedingungen, unter denen dieser Versuch durchgeführt wurde (Abfall der Leistung bei konstanter Temperatur) mit einem Anstieg der Vergasung verbunden. Frühere Versuche deuten darauf hin, dass die Verhältnisse betreffend der Vergasung günstiger liegen, wenn man durch Erhöhung der Temperatur die Leistung etwa konstant hält.

2) Hinsichtlich der Frage der Produktschwefelung ist festzustellen: Das Fortlassen der Produktschwefelung bewirkt primär einen Abfall der Hydrierwirkung, die sich in einem Abfall der Benzin- und B-Mittelölanilinpunkte und damit in einer Steigerung des Aromatengehalts des Benzins auswirkt. Durch den Abfall des B-Mittelölanilinpunktes fällt auch der Anilinpunkt des des B-Mittelöl enthaltenden Einspritzproduktes ab, wodurch diese Effekte noch sekundär verstärkt werden. Weiterhin zeigen die Versuchsergebnisse, dass das Fortlassen der Schwefelung (wohl ebenfalls sekundär) einen Anstieg der Vergasung bewirkt. Dies zeigt folgende Tabelle deutlich:

Periode	Betriebstage	Schwefelung	Zahl der Gasanalysen	Mittelwert der Analyse	Mittel aus 1+3 (geschwefelt)	Mittel aus 2+4 (ungeschwefelt)
1	0 - 40	ja	7	15,4		
2	41 - 57	nein	2	18,0	16,7	
3	58 - 68	ja	1	17,3		
4	69 - 90	nein	2	22,0		20,0

Schliesslich scheint das Fortlassen der Schwefelung auch noch eine erhebliche Beschleunigung des Abklingens zu bewirken.

3) Auf Grund der Ergebnisse dieses Versuches wurde ein neuer Dauer-  
versuch unter gleichen Bedingungen mit Produktschwefelung ange-  
setzt, der zur Zeit 50 Tage läuft (Ofen 329 seit 8.1.43, Blatt  
5000). Der Versuch soll mindestens ebensolange laufen wie der oben  
beschriebene Versuch, und zwar die ganze Zeit mit Produktschwe-  
felung. Der Versuch gab zu Beginn ausser einer etwas geringeren  
Leistung (0,42 gegenüber 0,52) praktisch dieselben Ergebnisse wie  
der oben beschriebene Versuch. Die Leistung ist bis jetzt auf etwa  
0,48 gefallen. Vergasungszahlen liegen noch nicht vor. Über diesen  
Versuch wird später noch eingehend berichtet werden.

Tabelle I.

Grosse Untersuchungen für den Dauerversuch mit Kontakt 7501, Ofenblatt 4850, Einspritzprodukt P 1271 + eigene Rü ca. 2:1, 600 a<sup>3</sup>

Probtag	7 12.10.42	11 16.10.	15 21.10.	21-24 26.-29.10.	30 4.11.	40 14.11.	47 21.11.	54 28.11.	64 8.12.	81-83 25.-27.12.
Temperatur (MV/°C)	24,5/	24,5/	24,5/	25,0/	25,0/	25,0/	25,0/	25,0/	25,0/	25,0/
Schwefelung (0,5% CS <sub>2</sub> )	ja	ja	ja	ja	ja	ja	nein	nein	ja	nein
Rückführung	P-1497(1:1)	P-1497(1:1)	B-M81(3:2)	B-M81(3:2)	B-M81(3:1)	B-M81(3:1)	B-M81(3:1)	B-M81(3:1)	B-M81(3:1)	B-M81(3:1)
Abstreifer: spez. Gew.	0,807	0,815	0,815	0,802	0,796	0,805	0,830	0,826	0,825	0,849
Benzin -160°: % im Anfall	49	49	44	55	57	53	45	51	46	38
Leistung	0,45	0,47	0,41	0,49	0,54	0,48	0,40	0,45	0,42	0,33
Vergasung/ V + B	14,3	16,5	15,9	16,2	16,5	13,1	20,6	15,4	17,5	23,4
% C <sub>4</sub> im Gas / % i. C <sub>4</sub> im O <sub>4</sub>	-/-	50/37	52/41	32/45	-/-	30/40	21/38	33/41	32/34	81/23
Benzin -160°: spez. Gew.	0,756	0,760	0,764	0,760	0,758	0,765	0,777	0,779	0,775	0,787
AP I/II	29/50	28/50	28/51	29/52	29/51	26/52	14/51	16/52	21/50	12/50
S.E.	40/00	46/00	46/00	47/00	52/00	47/00	64/00	42/00	58/00	70/00
- 70°C	69	69	64	67	66	63	61	65	61	60
100°C	47	44	39	48	39	41	41	39	33	21
150°C	93	91	93	95	93	95	96	95	92	92
S.E.	188/98	169/99	165/99	162/98	163/98	162/99	158/98	159/98	164/98	165/98
% Paraffine	25	25	27	28	28	27	21	24	23	20
Naphthene	50	49	45	45	46	43	38	37	44	38
Aromaten	24	25	26	26	25	28	39	37	32	40
Ungesättigte	1	1	2	1	1	2	2	2	1	2
Jodzahl	2,9	3,5	2,9	2,9	4,4	2,7	2,8	3,4	2,8	2,6
OS. Motor	76,8	75,1	74,5	76,0	75,2	75,0	76,5	76,5	75,0	75,5
Motor +0,12 Pb	88,5	89,5	89,8	90,4	88,5	88,0	88,0	90,0	88,2	88,2
B-Mittelöl 160°: spez. Gew.	0,861	0,866	0,860	0,860	0,864	0,867	0,875	0,878	0,875	0,890
A.P.	+ 19	+ 18	+ 19	+ 20	18	16	-1	+1	+7	-3
S.E.	160/00	168/00	171/00	168/00	169/00	167/00	162/00	172/00	165/00	175/00
% -225°C	78	49	73	78	77	72	61	71	73	55
S.E.	295/98	282/99	308/98	294/99	299/99	300/99	302/99	306/99	305/99	305/99
Phenolgehalt	0,50	0,70	0,45	0,40	0,98	0,84	0,60	0,70	0,85	0,80
Anilinpunkte von Fraktionen										
80-100	28	29	29	30	30	29	20	20	25	21
110-140	25	24	24	24	24	22	7	8	16	7
150-180	24	27	15	23	-	-	-	-	12	4
180-210	22	20	21	19	20	15	1	2	9	0
210-230	16	15	16	14	14	15	-5	-4	3	-7
240-270	21	20	19	19	17	18	-4	-2	0	-5
280-310	-	-	23	-	19	24	-2	-1	2	-4

Tabelle II:

Restbenzin-Untersuchungen bei der 600 st-Benzinierung von Steinkohle-  
verflüssigungsmittelöl mit Terranskontakt 7501 (Ofenblech 48'0).

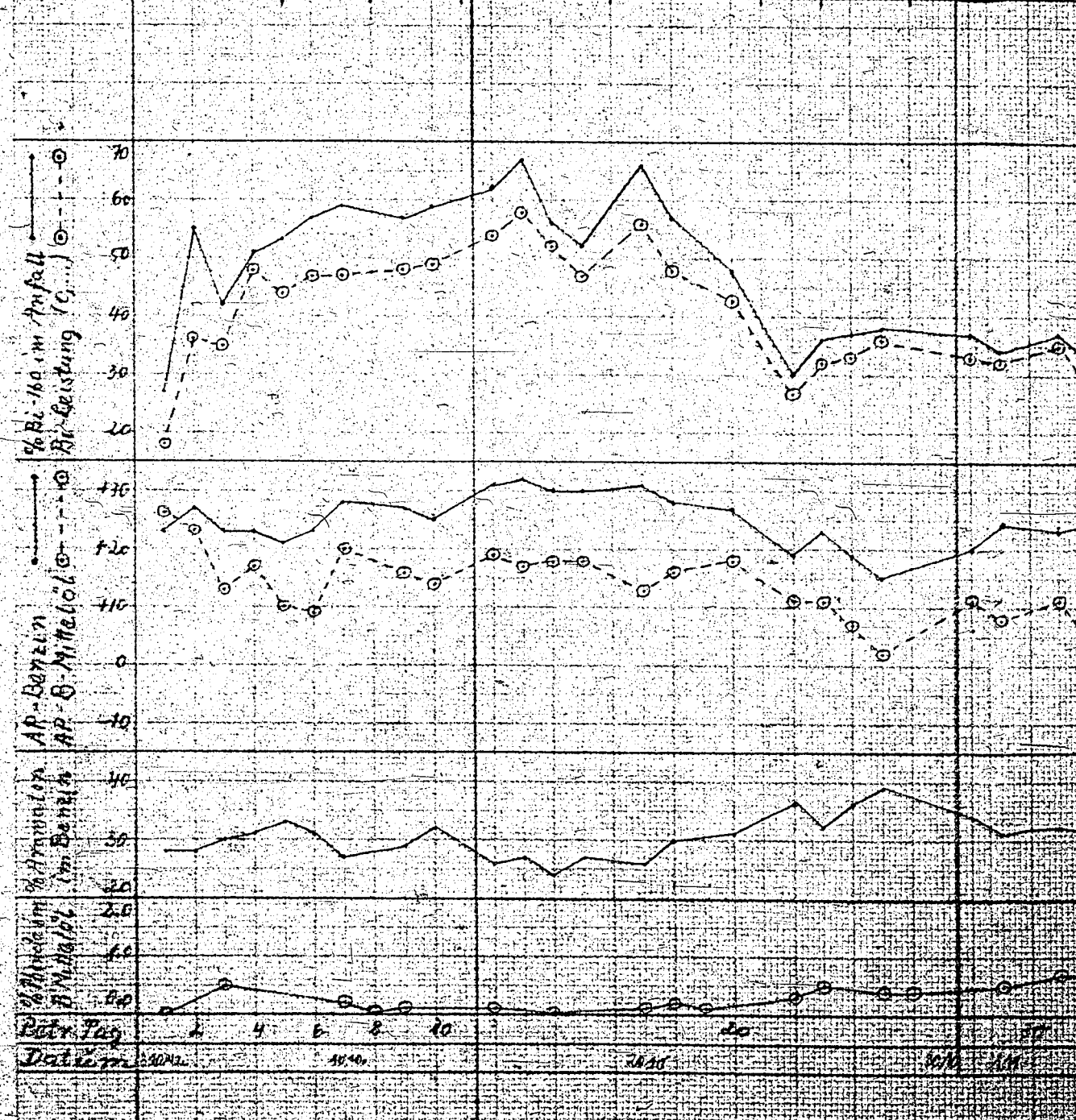
Datum/Betriebstag	26.-29.10.42/ 21 - 24		6.-11.11.42/32 - 37	
Produkt-Schwefelung	ja		ja	
	Original-Bi	Restbenzin	Original-Bi	Restbenzin
<b>Benzin &lt;math&gt;160^{\circ}&lt;/math&gt; im Anfall</b>	55	40	53	37
spes. Gewicht	0,760	0,736	0,772	0,745
AP I/II	29/52	30/51	27/30	49/51
S. B.	47/00	41/00	59/00	56/00
% - 70	07	10	02	05
100	46	52	45	49
150	95	95	96	96
S. E.	162/98	154/99	252/98	153/98
% Paraffine	28	37	26	34
Naphthene	45	62	48	64
Aromaten	26	1	26	2
Ungesättigte	1	0	0	0
O. Z. Motor	76,0	70,0	75,5	70,3
" Mot./O <sub>2</sub> -2 PD	90,5	-	89,0	-
Joßzahl	2,9	0	2,7	0
<b>Restbenzin &lt;math&gt;100^{\circ}&lt;/math&gt; im Anfall</b>				18
AP I				49/49
S. B.				50/00
% - 70				26
-100				95
S. E.				105/98
% Par. + Unges.				32
% Napht. + Arom.				68
O. Z. Motor				75,3
<b>Restbenzin &lt;math&gt;100-150^{\circ}&lt;/math&gt; C, % im Anfall</b>				19
AP I/II				50/52
S. B.				104/00
% -150				94
S. E.				168/98
% Par. + Unges.				39
% Napht. + Arom.				61
O. Z. Motor				62,3

84

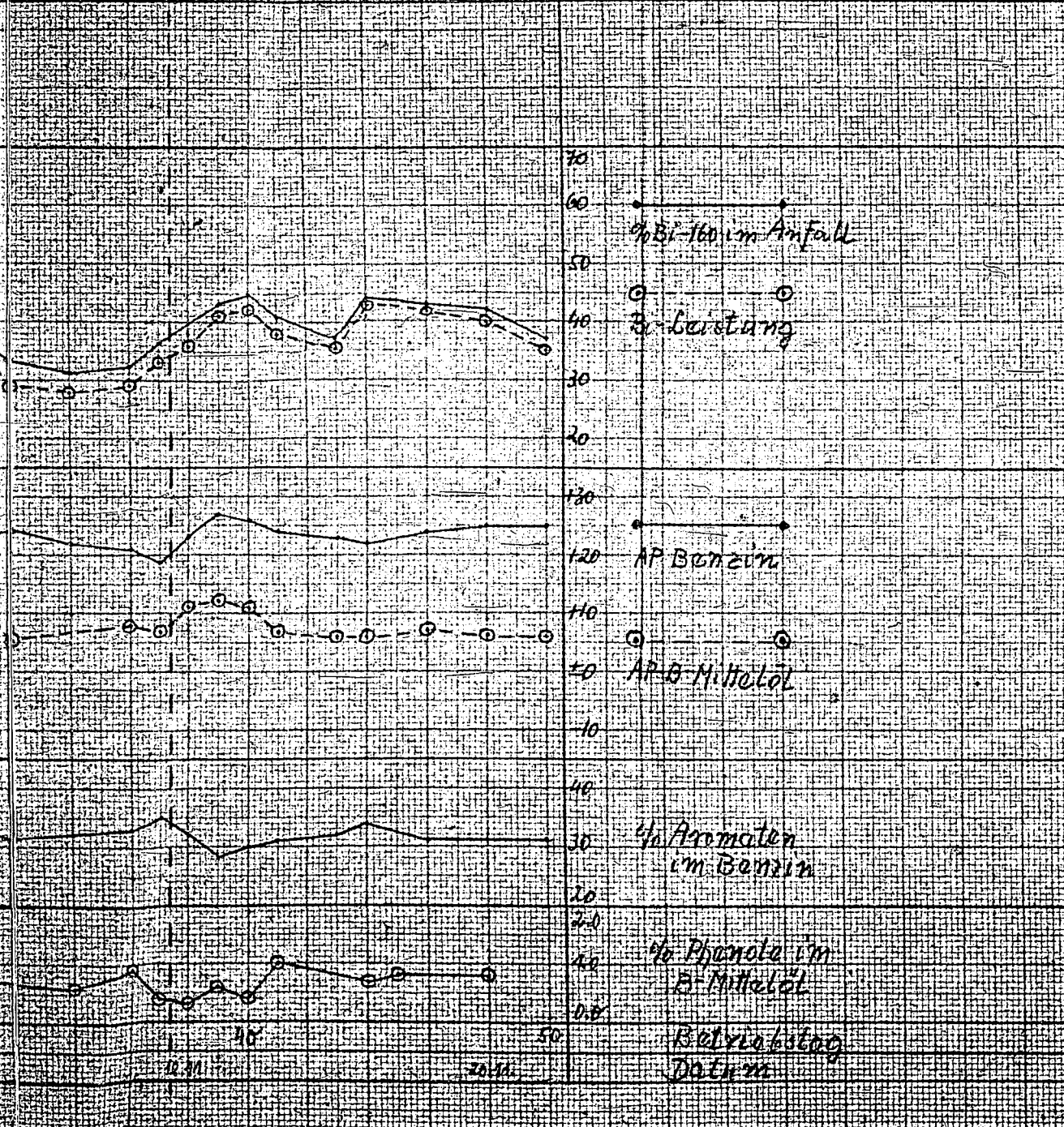
Kurvenblatt I - 600ct-Benzinherstellung, Parallelversuch von Ka 805, 5.10.12.1942

Kontakt: 200ccm 742.1 Fass 5-14 Ofenblatt 482.5

Produkt	P1271 } 1:1 +P1497 } geschwefelt			EP Ka 805 ohne SBI				
Durchsatz	0.6	0.8	1.0	1.1				
Temp. (MV)	22.5	24	24.5	25				
CS <sub>2</sub> -Zus.								
% Vergasig.	12.7		13.1	14.2	10.8	21.0	18.9	16.1
ZCu/iCu	60/40		2100/26		46/37			
AP-E-Produkt	-19.5	+3	-1	+8	+7	-5	-3	4



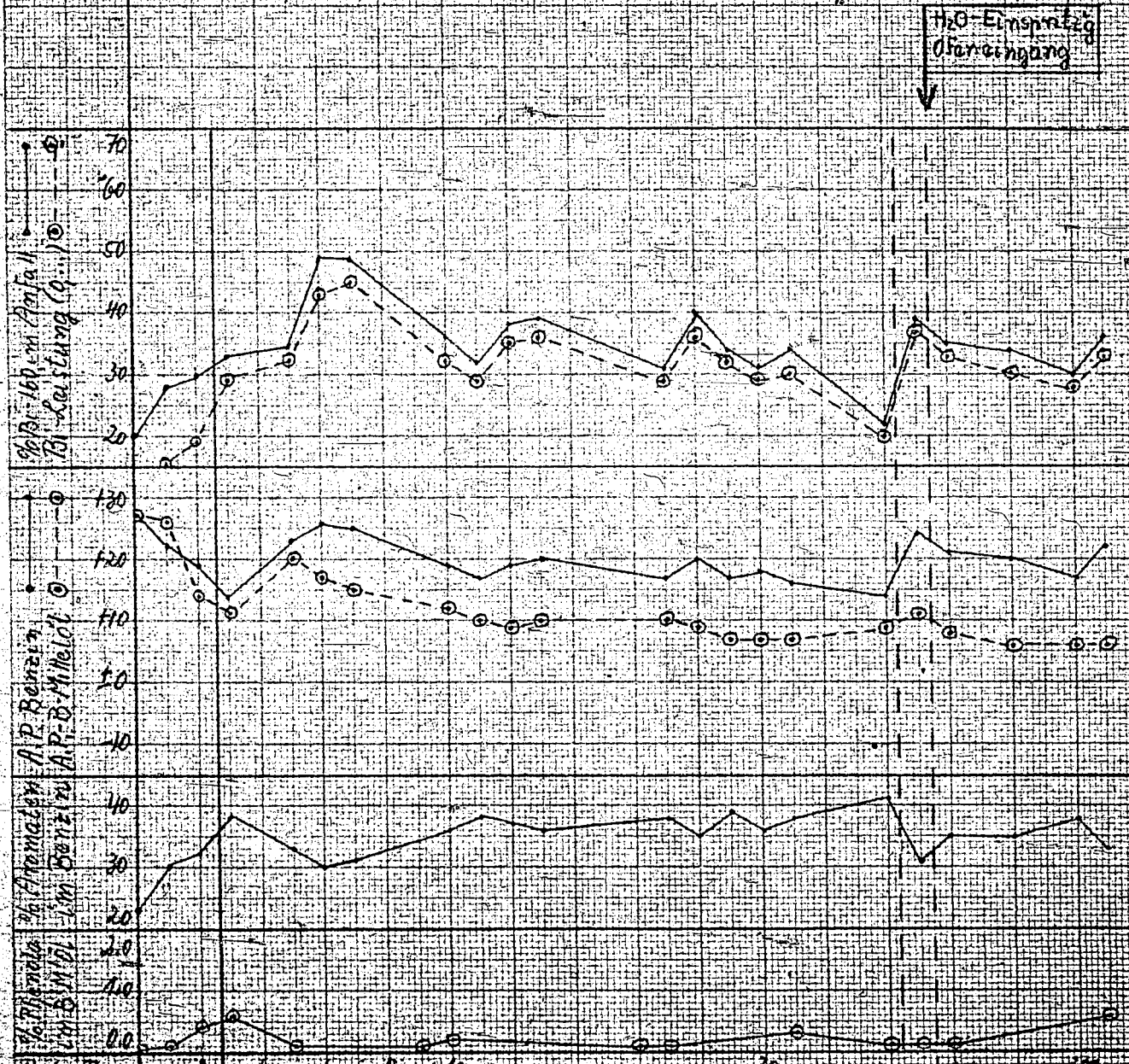
Produkt	do. mit SBI		
Durchsatz			
Temperatur			
Schwefelung			
Vergasung	15.5	18.9	19.9
% Cu im Gas / % iCu im Cu	24/23	53/32	
AP-Dianspritz-Produkt			



Kurzprotokoll II - 600-er-Benzinierung, II-Versuch zu Nr. 805, 16.10. - 18.11.42

Kontakt: Zoonem 7421 Fass S/14, Ofenblech 4869.

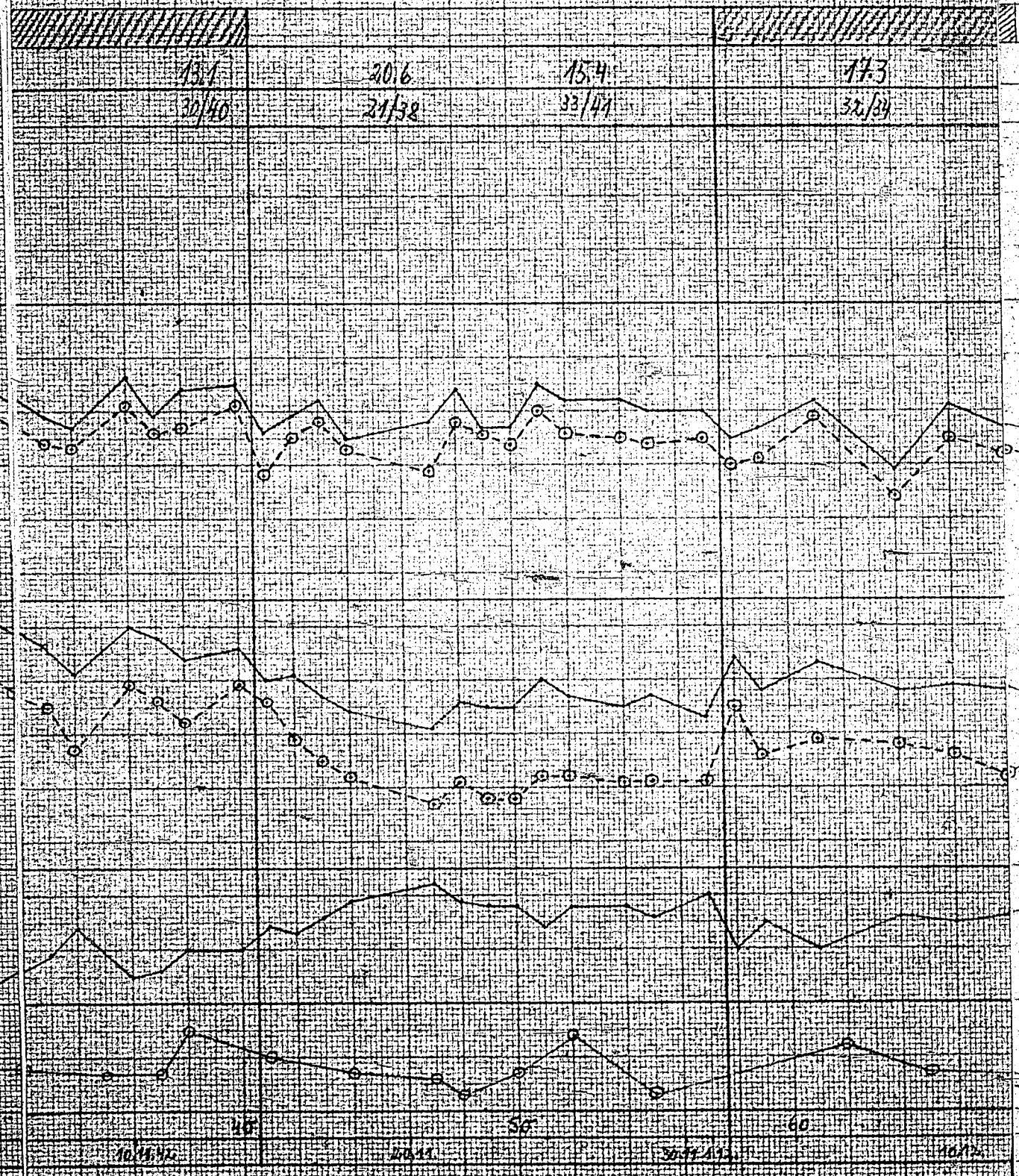
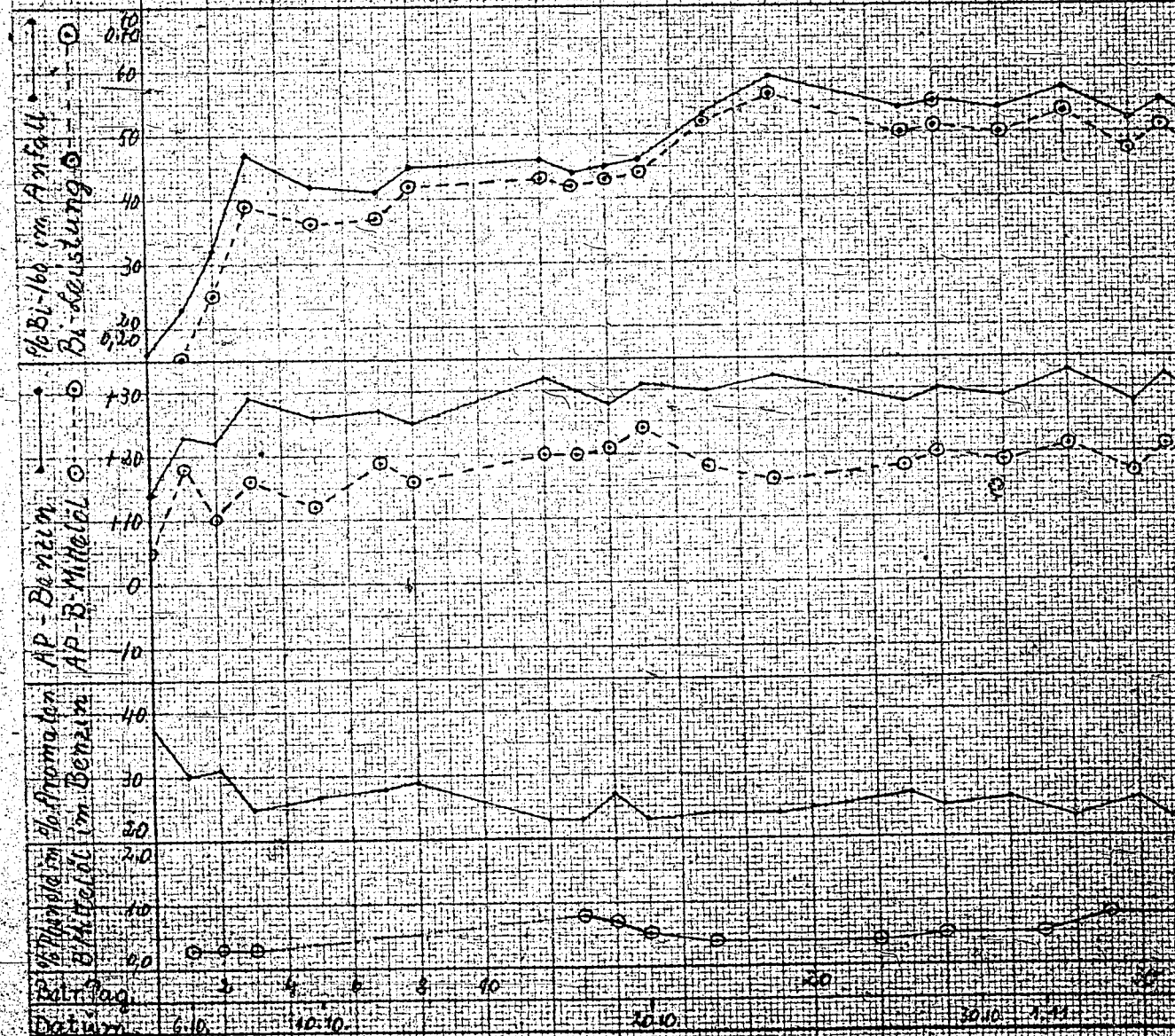
Produkt	P. 805 P. 1497	E.P.K. 805 (ohne SBl)	do (mit SBl)
Durchsatz	0,6   0,7   0,85	1,0	
Temp. (°C)	22 <sup>s</sup>   23   25 <sup>s</sup>   25 <sup>s</sup>		
Schmelzzeit	[Hatched Box]		
% Vorgas		22,8	15,4
Zu-/ab		38/50	44/42
AP-Ergebnis	19,5	+7	-5
		-3	-4
		-6	-3
		+1	-3



H<sub>2</sub>O-Einspritzung  
Ofenringang

Kurvenblatt 3 - 600at-Benzinierung von Steinkohle mit FL-MO (P1221)  
 Kontakt: 200mm 1501 (Farfara + 1% MoS<sub>2</sub> geschw.) - OF 62 4850

Produkt	P1221 P1491 1:1	P1221 eig. Pm 1:1				
Durchsatz	0,6 0,8 1,0					
Temp. (MW)	22,5 24 24	25 MW				
CS-Zusatz	/					
% Vergasg.	14,3	16,5	15,0	16,7	15,8	16,5
ZCu / zCu		50/37	52/44		32/45	



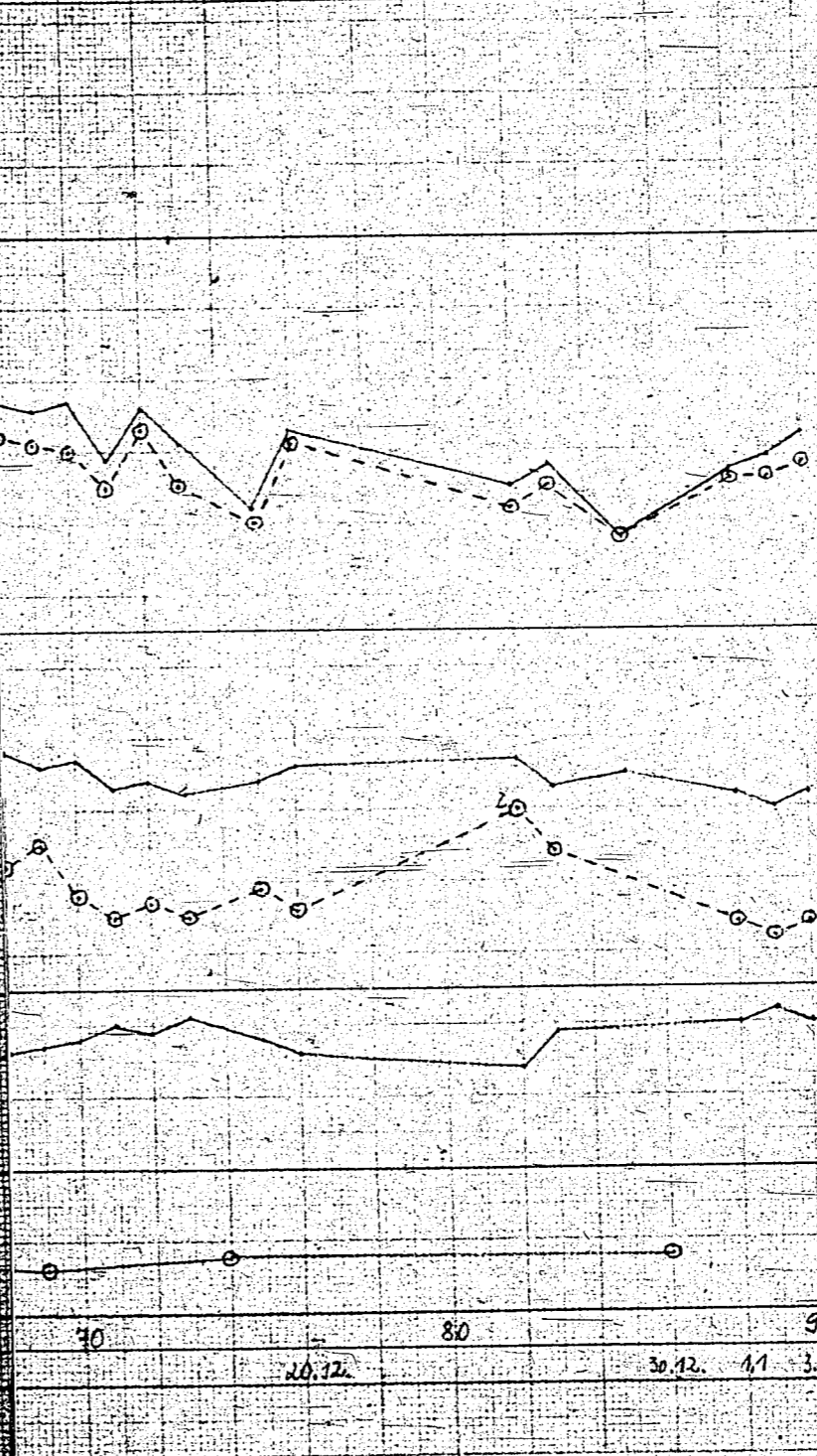


15.7 20.6 15.7 11.3  
30/30 21/32 32/47 20/29



Produkt  
Durchsatz  
Temperatur (MP)  
CS<sub>2</sub>-Zusatz  
Vergasung  
%C<sub>4</sub> im Gas / %iC<sub>4</sub> im C<sub>4</sub>.

25.5 MP  
23.4 20.5  
31/23



70  
60  
50  
40  
30  
20  
10  
0

%Bi-160 im Anfall.  
Bi-Leistung

+30  
+20  
+10  
0  
-10

AP Benzin  
APB-Mittelöl

40  
30  
20  
10  
0

% Aromaten im Benzin  
% Phenole im B-Mittelöl

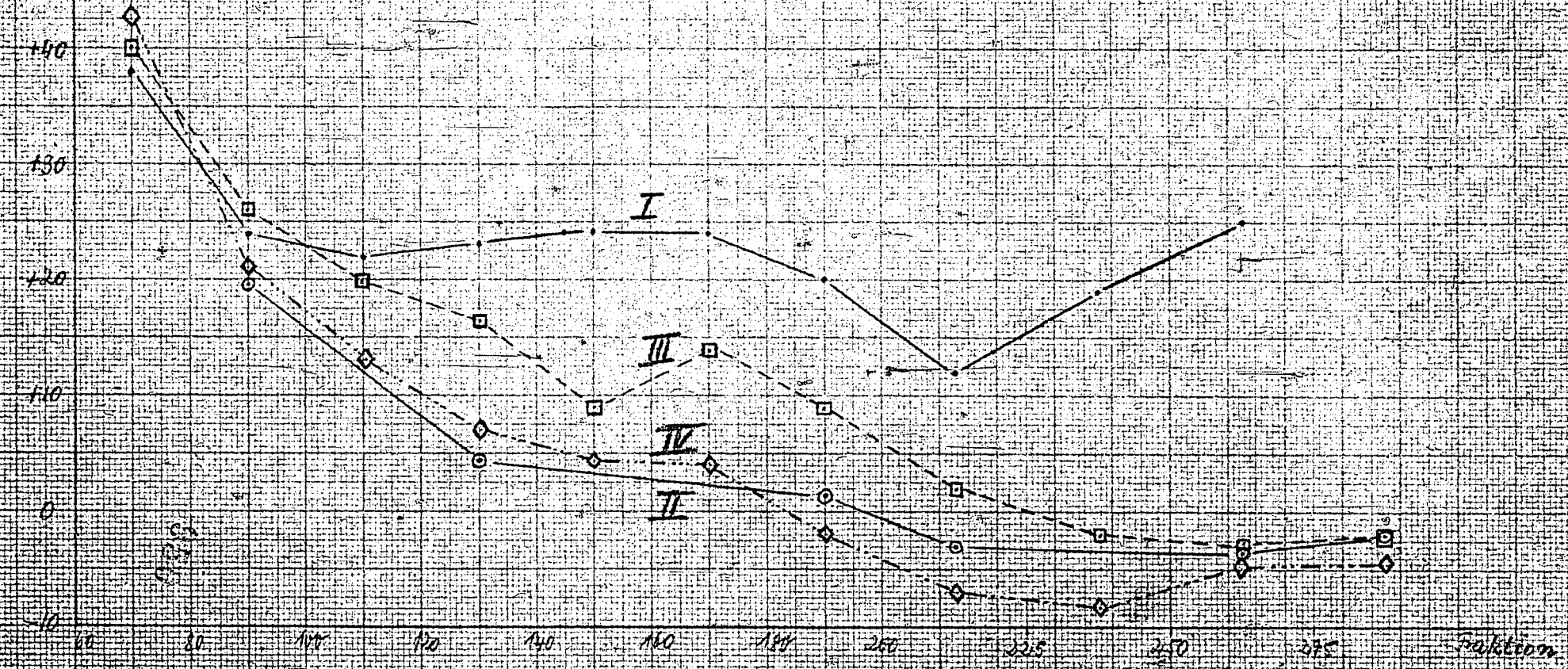
90  
80  
70  
60  
50  
40  
30  
20  
10  
0

Betriebstag  
Datum

Kurvenblatt 4: A.P. Kurven zum Dauerversuch mit Kontakt 7501, Blatt 4850

- —•—• I: 16.10. - 11. Betr. Tag - Prod. geschwefelt - Akt. noch sehr gut
- —○—○ II: 21.11. - 47. " " - " ungeschwefelt - Akt. " " "
- —□—□ III: 8.12. - 64. " " - " geschwefelt - Akt. mässig abgaktungen.
- ◇ —◇—◇ IV: 25.12. - 81. " " - " ungeschwefelt - Akt. stark abgaktungen.

A.P.



I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft  
Ludwigshafen a. Rhein

DIN - Formblatt A 4 T 210 (297 mm)

W. Müller, 25.2.43

Falken

Vapor  $\phi$  (15)

Hochdruckversuchs  
Lu 558

Zurück an  
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

7. Juni 1941 Rtz/R

600 atm Aromatisierung von Sumpfbenzin + Mittelöl  
aus schlesischer Kohle K 1197 über Kontakt 7978;  
Vergleich mit Scholvener Hydrierkohle.<sup>1)</sup>

Zusammenfassung.

Bei der 540-atm-Aromatisierung von Mittelöl (mit und ohne Sumpfbenzinzusatz) aus ober-schlesischer Kohle (Reinitz-Grube) über einen Kontakt auf Bleicherdebasis wurden folgende Zahlen erhalten:

Ausgangsöl	Oberschlesische Kohle (K 1197)		Scholvener M'Öl
	S-Mittelöl	S-M'öl+S-Bi55:45	zum Vergleich
Durchsatz	1,1	1,5	1,1
Beznzinleistung	0,35 <sup>3)</sup>	0,64 <i>Neuleist.</i> 0,32	0,40
Vergas./Bl V	20	10	22
Benzin $\phi$ -100	43	30	42
Endpunkt	165	165	165
Gew. % Aromaten	41,5	32	44
O.Z.Mot.Meth. (J.G.Mot.)	79	74	80
O.Z.M.-M.+O, 12Pb (J.G.Mot.)	90	90	90
Restbenzin <sup>2)</sup>			
O.Z.Mot.Meth.	70,5	65	70,5
Benzinqualität (geschätzt)	mittleres C <sub>3</sub>	schlechter als B <sub>1</sub>	gutes C <sub>3</sub>

Bei S-Bi-Zusatz kann durch Erhöhung des Sumpfbenzins erreicht werden, daß die B<sub>1</sub>-Neuleistung nur unwesentlich zurückgeht u. die Vergas. Bz. auf B<sub>1</sub>-Neubildung ausgeführt kann. Der Vergleich mit der Verarbeitung von Scholvener Verflüssigung (letzte Spalte) zeigt, dass aus ober-schlesischer Kohle etwa die gleiche Benzinqualität bei etwa gleicher Vergasung erreicht wird, wie aus Scholvener Hydrierkohle. Auch die Benzinleistungen dürften in beiden Fällen etwa gleich sein. Der etwas niedrigere Wert für schlesische Kohle ist vermutlich nur auf etwas höheres Kontaktalter und eine gewisse Kontaktschädigung durch Verarbeitung von Braunkohleprodukten in einer vorangehenden Fahrperiode zurückzuführen.

Die erhaltenen Benzine mussten mit verdünnter Schwefelsäure und Natronlauge raffiniert werden.

Fußnoten siehe nächste Seite.

851

Über Bombenteste und Überladeverhalten der Benzine sind die Untersuchungen noch nicht abgeschlossen. Aus <sup>Rest-</sup> Benzin-Oktananzahl und Aromatengehalt lässt sich abschätzen, dass ohne S-Benzinzusatz C<sub>3</sub>-Qualität erreicht wird, während man bei Mitverarbeitung von 45 % S-Benzin weit unter dieser Qualität bleibt. Von beiden Fahrweisen stehen noch je 50 Ltr. Schwefelsäure + Natronlauge raffiniertes Produkt für weitere Untersuchungen zur Verfügung.

#### Versuchsbericht.

Sumpfbenzin und Mittelöl aus oberschlesischer Steinkohle K 1107, die im 10-Ltr.-Ofen 451 von Dr. v. Hartmann nach der Heizölfahrweise erhalten worden sind, wurden im 2-Ltr.-Ofen über einen Aromatisierungskontakt bei 540 atm (Wasserstoffpartialdruck im Eingangsgas etwa 525 atm) verarbeitet, und zwar

- 1) Mittelöl allein mit Durchsatz 0,3 und 1,1 kg/Ltr. Kontakt und Stunde.
- 2) S-Benzin <sup>200°</sup> + Mittelöl im Anfallverhältnis der Heizölfahrweise gemischt (45:55) mit Durchsatz 1,5.

Als Kontakt wurde der uns Ende Januar ds. Jhres. von Dr. Winkler-Welheim zugeschickte, auf Bleicherdebasis aufgebaute Kontakt (K 7978) verwendet, der vor Verarbeitung der Verflüssigung aus schlesischer Kohle schon nahezu 2000 Stunden mit verschiedenen anderen Produkten (Verflüssigungsmittelölen teilweise mit Sumpfbenzinzusatz aus Ruhrkohle, Kokereiteer (Ruhr), Steinkohlenteerpech, Mitteldeutsche Braunkohle, bei Drucken zwischen 600 und 450 atm) insbesondere mit Scholvener Verflüssigung in Betrieb gewesen war. Die Verarbeitung der Verflüssigung aus schlesischer Kohle ist im folgenden der von Scholvener Verflüssigung gegenübergestellt und zwar in einzelnen folgenden Fahrperioden

- 1) Mittelöl allein mit Durchsatz 1,1 kg/Ltr. Kontakt und Std. bei 450 atm
  - 2) S-Benzin <sup>175°</sup> + Mittelöl im Anfallverhältnis der Mittelölfahrweise gemischt (25:75) mit Durchsatz 1,5 bei 450 atm und
  - 3) Mittelöl allein mit Durchsatz 1,1 und 0,8 bei 540 atm.
- Zu diesem Vergleich ist zu bemerken, dass die Daten mit Scholvener

#### Fußnoten von Seite 1

- 1) Über die Aromatisierung von Scholvener M'öl mit dem gleichen Kontakt wurde schon kurz berichtet (Ber. 131861 Dr. Reitz v. 13.2.41)
- 2) Aus den Daten der angehängten Tabelle auf 50% 490° und 41° <sup>952</sup> umgerechnet
- 3) Zu diesem Wert vgl. 1. Bemerkung weiter unten

Verflüssigung zwischen der 900. und 1600. Betriebsstunde gewonnen wurden, die mit schlesischer Kohle zwischen der 1900. und 2200. Stunde, also bei erheblich höherem Kontaktalter, sodass bei Beurteilung der Leistung damit zu rechnen ist, dass der Kontakt inzwischen infolge des mehrfachen Wechsels von Produkt und Fahrbedingungen, insbesondere durch die Verarbeitung von Braunkohlenprodukten etwas an Aktivität verloren haben konnte. Ein eigentliches Abklingen des verwendeten Kontaktes wurde nicht festgestellt, im grossen ist nach unseren Versuchen mit einer mindestens halbjährigen Lebensdauer des Kontaktes zu rechnen. Zu beachten ist ferner, dass die Versuche mit Scholvener Verflüssigung teilweise, wie oben angegeben, bei etwas niedrigerem Druck ausgeführt wurden, und dass ferner die S-Benzinzusätze entsprechend den verschiedenen Fahrweisen ~~wurde~~ in Oberschlesien und Scholven erheblich verschieden sind.

Ergebnisse mit Verflüssigung aus schlesischer Kohle.

(vgl. angehängtes Kurvenblatt. Die Versuchsbedingungen und weitere Einzelheiten über die Eigenschaften der erhaltenen Produkte sind der Tabelle zu entnehmen).

1) Mittelöl allein: Mit einer durchschnittlichen Leistung von 0,35 und einer Vergasung<sup>1)</sup> von etwa 20 % bei Durchsatz 1,1 und etwa 25 % bei Durchsatz 0,8 wurde ein Benzin -165° erhalten, das 41 Gew.% Aromaten (nach Anilinpunktmethode), knapp 40 % bis 100°, die sehr hohe Jodzahl von etwa 13 sowie Oktanzahlen nach Res.-Methode 90 und nach Motor-Methode bzw. Mot.Meth.+ 0,12 % Pb 79 bzw. 90<sup>2)</sup> aufwies. Das an der Destillierkolonne nach einer Sodawäsche anfallende Benzin war nicht leichtbeständig und hatte einen starken Beigeruch (wahrscheinlich Phenole<sup>3)</sup> u. Amine), der durch eine kombinierte Wäsche mit 10% iger H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> und 20 %iger NaOH beseitigt werden konnte. Das so raffinierte Benzin wurde zur Untersuchung des Überladeverhältnisses an den technischen Prüfstand in Oppau gesandt. Nach der Restbenzin-Oktan-zahl 73 ist mit Sicherheit zu erwarten, dass das Benzin C<sub>3</sub>-Qualität besitzt. Der Bombentest des raffinierten Benzins wird noch untersucht.

2) Mittelöl + S-Benzin 55:45: Das Ausgangsöl enthielt etwa 35 % bis 165°. Aus ihm wurde bei einem gegenüber der Verarbeitung ohne Sumpfbenzin erhöhten Durchsatz 165-er Benzin mit einer durchschnittlichen

1) bezogen auf Benzin + Vergasung, unter Korrektur der gefundenen Werte für nicht ganz richtigen Benzinendpunkt. 95

2) bestimmt am J.G. Motor. 3) Bei der Fahrweise mit S-Bi-Zusatz werden 0,3 % Phenole im unraffinierten Bi gefunden und 0,06 % N

Leistung von 0,64 und einer Vergasung von 10-11% erhalten. Die Benzinleistung errechnet sich (unter der natürlich nicht <sup>ganz</sup> zureifenden Annahme, dass von dem mit der Einspritzung schon eingeführten Benzin nichts vergast wird) zu 0,40<sup>32</sup>. Das Benzin enthielt etwa 32 Gew.% Aromaten, hatte auffallenderweise weniger % bis 100 (etwa 30) als das aus Mittelöl allein erhaltene und noch schwächere Jodzahlen als letzteres (etwa 20). Die Oktanzahlen nach Mot.Meth. bzw. Mot.Meth.+0,12 Pb lagen bei 74 und 90. Über Lichtbeständigkeit und Geruch gilt das gleiche wie für das aus Mittelöl erhaltene Benzin. Überladeverhalten und Bombentest des wie oben raffinierten Benzins werden noch untersucht. Es ist zu erwarten, dass die Qualität dieses Benzins, das nur eine Restbenzinoktanzahl von 62 hat, nicht über der von 87er-Benzin liegt.

Vergleich mit den Ergebnissen mit Scholvener Verflüssigung.

(vgl. a. Tabelle).

Benzinleistung: Unter Berücksichtigung des verschiedenen Kontaktalters in den Fahrperioden mit Scholvener Verflüssigung und Verflüssigung aus O.S.-Kohle und der Möglichkeit einer gewissen Kontaktschädigung infolge der Verarbeitung von Braunkohle-Mittelöl und-S-Bi zwischen diesen beiden Fahrperioden ergibt sich, dass die Benzinleistung bei beiden Produkten vermutlich gleich ist. Dieser Punkt soll bei Gelegenheit nochmals geprüft werden. Gefunden wurden bei der Verarbeitung von Benzin-freiem Mittelöl

Schol. 0,40	O.S. (höheres Kontaktalter <del>0,35</del> u. ev. Kontaktschädigung in früherer Fahrperiode). 0,35
<u>Aromatengehalt des Benzins</u>	
Mittelöl benzinfrei	Schol. 44 Gew.% O.S. 41,5 Gew. %
" + 25 % S-Benzin	" 37 " "
" + 45 % S-Benzin	" 32 " "

Aus Scholvener Verflüssigung werden etwa mehr Aromaten erhalten.

Anilinpunkt des B-Mittelöls

Während die S-Benzin-freien Ausgangsöle in beiden Fälle etwa den gleichen A.P. hatten (-20°), liegt der des B-Mittelöls bei Scholvener Verflüssigung tiefer als der des Ausgangsöls (-26°), bei O.S. Verflüssigung dagegen umgekehrt höher (-16°). Dieser Unterschied geht mit dem Unterschied im Aromatengehalt der beiden Benzine parallel.

Vergasung.

Die Vergasung ist für die Verarbeitung von Mittelöl allein bei O.S.-Kohle und Scholvener Verflüssigung ungefähr gleich.

~~Ergebnis der möglichen Fehlerbreite.~~ (O.S. 1 Versuch bei Durchsatz 1,1 20 % Scholv. Mittel von 2 Versuchen unter gleichen Bedingungen 22 %). <sup>Auch</sup> Bei S-Benzinzusatz ist in Anbetracht der verschiedenen Mischungsverhältnisse kein Unterschied festzustellen. Man kann ~~ungefähr~~ <sup>ungefähr</sup> damit rechnen, dass bei S-Benzinzusatz die Vergasung auf ~~ungesetztes Mittel~~ <sup>Benzinwertbildung bezogen</sup> ~~ungefähr~~ konstant bleibt, wenn man für das durchgesetzte S-Benzin eine Vergasung von 10 % annimmt. Die Zusammensetzung der Vergasung, die für O.S. nicht näher bestimmt wurde, kann für Scholven und O.S. als gleich angesehen werden, wonach mit knapp 40 % Butan in der Vergasung und knapp 30 % iso-Butan in Butan gerechnet werden kann. Die Restbenzine scheinen nach Umrechnung auf gleiche Siedekurve gleich zu sein, was sich auch aus der Übereinstimmung des Anilinpunktes II ergibt.

Zusammenfassend lässt sich aussagen, dass in der Verarbeitung von schlesischer und scholvener Kohle keine grösseren Unterschiede festzustellen sind. Sieht man wie oben näher ausgeführt, die Leistungen als gleich an, so ergibt sich lediglich bei O.S. ein etwas geringerer Aromatengehalt als bei Scholven. Die beobachtete schlechtere Raffination und schlechtere Jodzahl bei O.S. sind vermutlich ebenfalls nur auf höheres Kontaktalter und eine gewissen vorangegangene Kontaktschädigung zurückzuführen.

- Gemeinsam mit:
- Dr. Donath
- Dr. Nonnenmacher
- Dr. Fürst
- Lajus
- Dr. Meier
- Dr. Dehn

gez. Reitz

Ofen 308/III

1780 ccm, Kontakt 7978 (Welheim-Kontakt 1000)

Ruhrkohle (Scholven)

Oberschlesische Kohle

Datum 1941		23.3.ab	27.3.ab	29.3.ab	11.4.ab	8.4.bc	5.5.aIIb	7.5.ab	9.5.bcI	12.-13.5. bII caI					
Betr.-Std.		935	1031'	1079	1391	1577	1977	2025	2077	2142					
Druck atm.	Ausgangs-	450	Ausgangs-	450	Ausgangs-	540	Ausgangs-	540	Ausgangs-	540					
Temp. mV	material	26,5	material	26,5	material	26,5	material	26,5	material	26,5					
Durchsatz kg/Ltr./Std.	M'Öl	1,1	M'Öl+S-B	1,5	M'Öl	1,1	M'Öl	0,8	M'Öl	1,5					
% Frischöl	Scholven	50	Scholven	50	Scholven	50	Scholven	60	Oberschl.	60					
cbm Gas /kg Öl		3	3	3	3	3	3	3	3	3					
Benzinkonzentr. %		36	40	39	42	52	45	38	51	57,8					
Leistung (Neuleistung)		0,35	0,56(0,37)	0,53(0,38)	0,43	0,35	0,30	0,39	0,79(0,64)	0,64(0,32)					
Vergas./Bl + V		22,8	15,7	15,0	22,0 <sup>2)</sup>	-	25,7	20,1	10,6	9,2					
Benzin: Spez.Gew.	P 1421	0,770	P1421 v.	0,771	0,772	P1421	0,774	P 1271	0,784	K 1197-	0,766	0,778	K 1197-	0,788	0,776
A.P. I/II °C	v.165-	+9,0/	165-325 <sup>0</sup>	+15/	+16,5/	v.165-	+7,7/	red.v.	+7,5/	S-M'Öl	+13/	+11/	S-M'Öl v.	+15/50,5	+20,5/
Siedebeginn	325	50,5	v.11.2.	50,2	50,5	325	51	red.v.	50,5	v.0f.451	51,5	50	22.3.-9.4.	50,5	+50,5
% - 70	v.11.2.4	36	41 + P	36	37	v.5.4.41	39	29.1.41	34	v.22.3.-	40	45	41 + S-B1	50	45
% - 100		11,5	1305 v.	12	10		8,5		8,5	9.4.41	11	5	v.0f.451	5	5
% - 150		43,5	29.1.41	47	46		39,5		42,5		48	38	55:45	27	31
Endpunkt °C		92	75:25	89	88		90		87		-	89		77	88
Gasverlust		153/		165/	166/		164/		165/		148/	175/		178/	165/
Zus.: Paraffine		95		97	97		98		97		97	97		97,5	97
(xx) Naphthene		38		1,8	1,8		1,8		2,0		2,0	2,0		1,0	1,8
Aromaten		19		20,5	20,5		20,5		19,5		23	19,5		22	24
Ungesättigte		35		39,5	40		35		36		36,5	39,5		40,5	43,5
Jodzahl		43		37	36,5		44,5		44,5		40,5	41		37,5 <sup>3)</sup>	32,5
O.Z. Res.-M. x)		3		3	3,0		-		-		-	-		-	-
H.M./M.M.+ 0,12 Pb <sup>z)</sup>		-		13,2	8,4		9,5		8,1		12,2	13,8		18,1	22,5
B-M'Öl: Spez.Gew.	0,974	0,925	0,904	0,932	0,931	0,956	0,919	0,962	0,920	0,954	0,906	0,916	0,882	0,919 <sup>3)</sup>	0,902
A.P. °C	-20	-26,5	-10,5	-26,5	-24,5	-15	-22,5	-19	-20,5	-20,5	-14,5	-16,5	-	-18 <sup>3)</sup>	-11
Siedebeginn °C	173	186	54	192	194	158	183	160	191	190	182	195	69	198	184
% - 200	9,5	14	37,5	4,5	5	17,5	17,5	16,5	9,5	1	31	9	49,5	10	27,5
% - 250	40	75	60,5	72,5	70,5	54	75,5	51	77	52	82	74	72	76	81
% - 300	79	93,5	86	95,5	94	89	93,5	85	95	89,5	98	97,5	92	95	97
Endpunkt °C	330/	325/	323/	324/	324/	322/	310/	330/	317/985	323/	304/	310/	322/	310/	315/
Phenole	98,5	98,5	97	98,5	98,5	99	98	98	98	98	99	99	98	98	98
Stickstoff	17,4	1,4	13	-	2,0	(-17)	0,7	(16-19)	0,5	28,7	1,3	-	-	-	-
Restbenzin: %-100 °C		48		55							56			42	
Endpunkt °C		166		164							151/98			171/96,5	
O.Z. Mot./Mut.+0,12Pb <sup>xx)</sup>		70/90		67,5/	87,5						73/90			61,8/	85

x) I.G. Motor umgerechnet auf Best.Meth.nach 1.5.41

xx) CFR Motor

xxx) Gewichts %

1) Korr.für E.P. 165<sup>0</sup> und richtige Anfallmenge (Gesamtanfall/Einspritzung = 11,1)

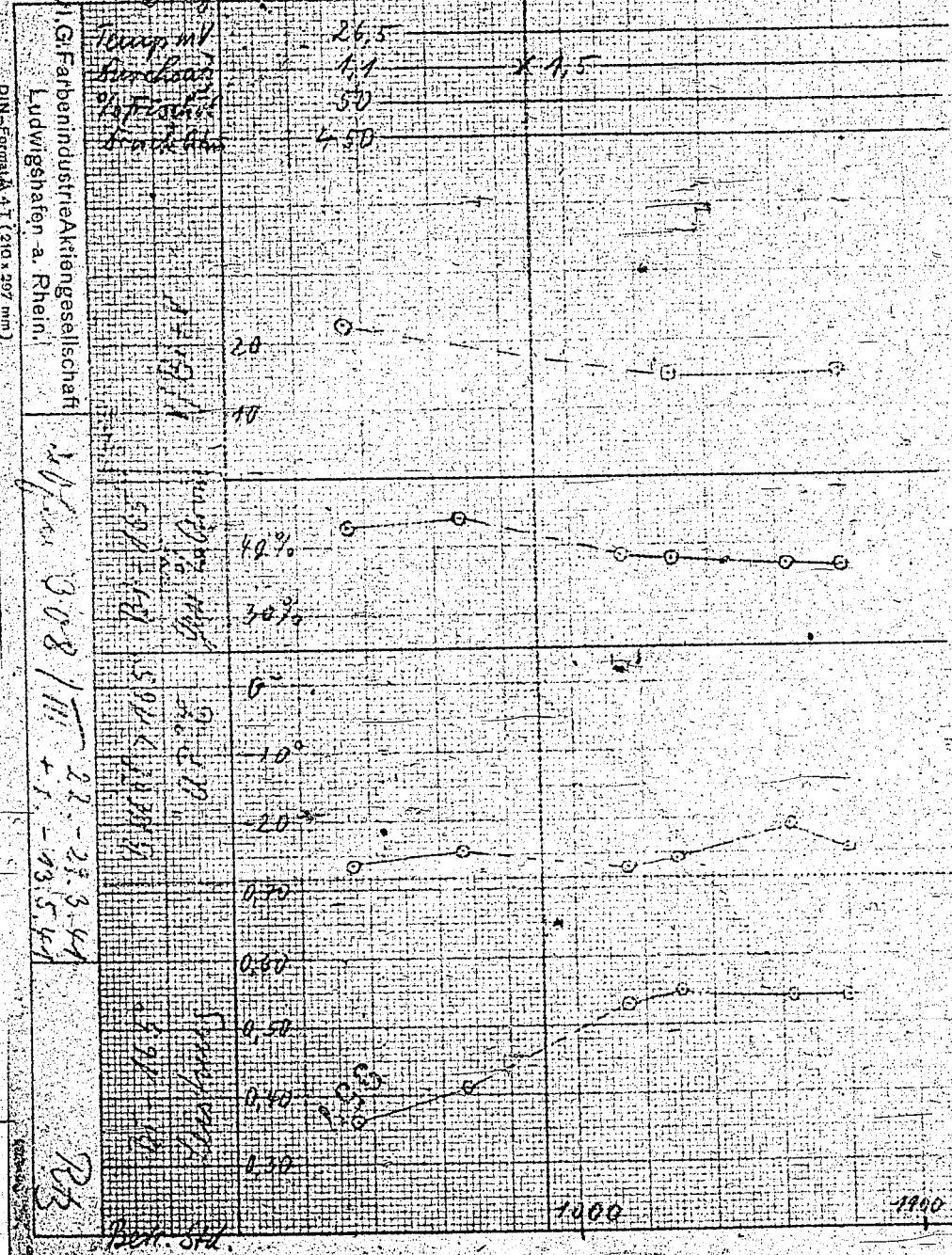
2) Mittel aus 2 Bestimmungen am 8. und 11.4.

3) Nach Feststellen auf Sumpfbenzinzusatz war hier das richtige Rückführungsleichgewicht offenbar noch nicht eingestellt.



12299

Schölvien  
 PA4 21  
 Ausgangsfl: 1405-325 dho + P 130.5 3:1

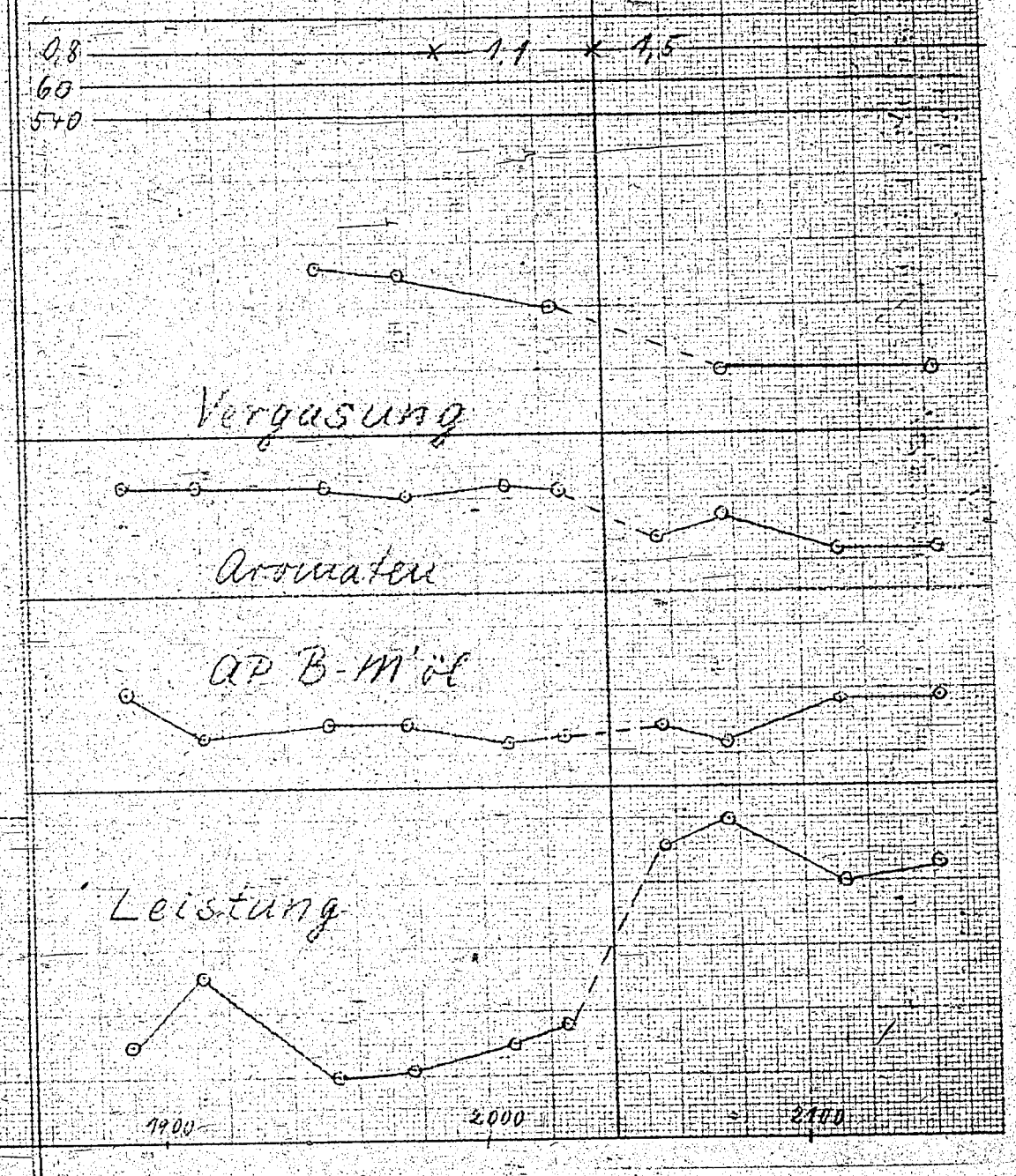


IIG Farbenindustrie Aktiengesellschaft  
 Ludwigshafen a. Rhein.  
 DIN-Format A 4 I (210 x 297 mm)

20 Liter 3008 / III 22-23.3-44  
 + I - 03.5.44

RB

Her-Schiesien  
 K 1197 - S-M Öl v. Hoffm 457 dho + S-B 55:45



1. Februar 1943 Gg/Fu

Zurück an  
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

Benzinierung von DHD-Rückstand  
Ka 501 vom 11.4. - 7.5.1942.

Zusammenfassung:

Rückstände aus dem DHD-Abstreifer, über  $165^{\circ}$  siedend, redestilliert auf Endpunkt ca.  $300^{\circ}$ , wurden nach Vorhydrierung bzw. direkt über 6434 in Benzin übergeführt, das wieder in die DHD-Anlage eingesetzt wurde. Im ersten Falle wurde der Rückstand (Anilinpunkt  $-48^{\circ}\text{C}$ ) über Kontakt 8376 bei Temperaturen von  $333 - 343^{\circ}\text{C}$ , bei Drucken von  $180 - 270\text{ atm}$ , und einem Durchsatz von ca.  $0,9\text{ kg/Ltr Kat.}$  und Stunde auf einen Anilinpunkt von  $+8$  bis  $+10^{\circ}$  aufhydriert, das  $-170^{\circ}$  siedende Benzin aus dem Abstreiferanfall abdestilliert und das b-Mittelöl mit Anilinpunkt von ca.  $+9^{\circ}\text{C}$  über Kontakt 6434 unter einem  $\text{H}_2$ -Partialdruck von  $240\text{ atm}$ , bei  $392 - 400^{\circ}\text{C}$  und Durchsatz  $1,36\text{ kg/Ltr Kat.}$  und Stunde benzinert. Die Benzinleistung in der zweiten Stufe betrug dabei bis zu  $0,82\text{ kg/Ltr. Kat.}$  und Stunde, die Leistung für beide Stufen betrug bis zu  $0,48$  bei einer Vergasung von  $9 - 11\%$ . Im zweiten Falle wurde der Rückstand in Mischung mit Rückführmittelöl direkt über Kontakt 6434 bei einer mittleren Ofentemperatur bis zu  $403^{\circ}\text{C}$  in Benzin  $-170^{\circ}$  umgewandelt. Bei einem Produktdurchsatz von  $0,75\text{ kg/Ltr. Kat.}$  und Stunde wurde eine Benzinleistung von  $0,48$  erreicht.

Die Benzine aus einstufiger bzw. zweistufiger Verarbeitung unterscheiden sich in der Hauptsache in folgenden Punkten (vgl. Tab.VIII):

- 1) Das bei einstufiger Benzinierung erhaltene Benzin enthält mehr Niedrigsiedende.
- 2) Der Aromatengehalt beträgt  $29\%$  gegen  $34\%$  bei Benzin aus zweistufiger Verarbeitung.
- 3) Bei etwa gleicher Grundoktanzahl (O.Z.  $74 - 75\text{ M-M}$ ) ist die Bleiempfindlichkeit des Einstufen-Benzins höher.

Die Überladekurve liegt zwischen  $B_4$  und  $CV_2^b$  und läuft parallel der  $B_4$ -Kurve.

Beide Benzine sind ihrer Zusammensetzung nach für DHD sehr gut geeignet.

Unter Mitarbeit von:

Dr. Süßenguth  
Dr. Löcker  
Dr. Hirsberger / Majus  
Dr. Dehn

gez. Gieg  
gez. Simon

### Versuchsbericht.

Bei der Destillation des DHD-Abstreifers aus rumänischem Benzin war ein über  $165^{\circ}\text{C}$  siedender Rückstand in einer Menge von ca. 1,5 - 2 % des Abstreifers angefallen. Dieser Rückstand wurde in der Kombinationskammer 501, bestehend aus Vorhydrierungs-, Benzinierungsöfen, gemeinsamen Abstreifer, je 2 Regeneratoren und einen elektrischen Vorheizbenziner benzinert. Das erhaltene Benzin,  $< 170^{\circ}$  siedend, wurde als Ausgangsprodukt in die DHD-Anlage zurückgegeben.

In den Vorhydrierungsöfen waren 750 Ltr. = 680 kg Kontakt 8376 in Gestalt von 10 mm Pillen, in 6 Feldern unterteilt, eingebaut. Das letzte Feld des Ofens war mit 115 Ltr. frischem Kontakt 8376 gefüllt, während die übrigen Felder bereits früher gebrauchten Kontakt aus dem Vorhydrierungsversuch von Steinkohlenmittelölen enthielten. Der Benzinierungsöfen enthält 740 Ltr. = 556 kg Kontakt 6434, ebenfalls als 10 mm Pillen und in 6 Feldern eingefüllt. Dieser Kontakt war bei früheren Versuchen schon eingesetzt. Gas und Produktdämpfe wurden bei beiden Öfen von oben nach unten geführt.

Die Verarbeitung wurde in 2 Versuchsperioden in verschiedener Weise vorgenommen. In der ersten Versuchsperiode (11.4.-29.4.42) wurde das auf einen Endpunkt von ca.  $300^{\circ}\text{C}$  destillierte Einspritzprodukt mit einem Anilinpunkt von  $- 48^{\circ}\text{C}$  über Kontakt 8376 zu einem Abstreiferprodukt mit Anilinpunkt von  $+ 8 - + 10^{\circ}\text{C}$  aufhydriert. Die Abtrennung des über  $300^{\circ}$  siedenden Anteils des DHD-Rückstandes wurde lediglich zur Gewinnung eines Weichmachermittels für besondere Zwecke vorgenommen. Nach destillativem Abtrennen des bis  $170^{\circ}$  siedenden Benzins aus dem Vorhydrierungsabstreifer wurde das verbleibende Mittelöl über Kontakt 6434 restlos benzinert. Während in der Anfahrperiode des Vorhydrierungsöfens der Eingangsdruck des Kreislaufgases auf ca. 190 Atmosphären und die mittlere Ofentemperatur auf ca.  $340 - 343^{\circ}\text{C}$  ( $17,0 - 17,2$  MV bei  $40^{\circ}$  Klemmentemperatur) eingestellt war, wurde mit der Aufnahme der Einspritzung des Benzinierungsöfens der Gesamtdruck auf 270 Atmosphären vorgefahren und die mittlere Ofentemperatur auf ca.  $333 - 340^{\circ}\text{C}$  ( $16,6 - 17,0$  MV) gesenkt. Der Wasserstoffpartialdruck betrug durchweg 89 - 90 %. In der Vorhydrierung wurde bei einem mittleren Frischöldurchsatz von ca. 0,9 kg/Ltr. Kat. und Stunde eine mittlere Leistung an 170er Benzin von 0,37 erreicht. Das Produkt-Ofengasverhältnis war auf 1:2,9 durchschnittlich eingestellt, die Kaltgasmenge betrug im Mittel  $1,8 \text{ m}^3$  pro 1 kg Einspritzung. Das Benzin mit einem Siedebeginn von ca.  $80^{\circ}\text{C}$  hatte im Mittel etwa 35 % Aromaten, die sich nach der  $\text{SO}_2$ -Extraktion des Benzins in 0,6 % Benzol, 2,4 % Toluol, 16,6 % Xylol und 75,6 % höhere Aromaten aufteilten. Der Klopfwert des Benzins aus der Periode des dem 6434 angepassten Druckes betrug 71 O.Z. nach der Motormethode und mit 0,12 % Bleitetraäthyl etwa 80 O.Z. Das anfallende b-Mittelöl wies im Mittel einen Anilinpunkt von  $+ 9^{\circ}\text{C}$  auf. Die Betriebsbedingungen des 8376-Ofens der einzelnen Tage und teilweise die Betriebsergebnisse sind aus Kurvenblatt I und aus den Tabellen I und II a-e zu ersehen.

Die Benzinierung des Gemisches von b + c-Mittelöl über Kontakt 6434 wurde bei einer mittleren Ofentemperatur von 392 - 400°C (20 - 20,5 MV) durchgeführt. Bei einem Durchsatz bis zu 1,36 kg/Ltr. Kat und Stunde betrug die Benzinleistung bis zu 0,82. Das Benzin mit einem Aromatengehalt von ca. 31 %, einem Siedebeginn von ca. 50° und einem Gehalt von ca. 24 % Benzin - 100°C ergab die Oktanzahlen 85,5 nach der Research-Methode, 75,5 nach der Motor-Methode und mit 0,12 % Bleitetraäthyl 88 nach der Motor-Methode. Bei der Zerlegung mit SO<sub>2</sub> wurde dies Benzin in 33,5 % Extrakt und 61 % Restbenzin zerlegt. Dieser Extrakt war zusammengesetzt aus: 3,4 % Benzol, 13 % Toluol, 29,4 % Xylol und 48,4 % höheren Aromaten. Betriebsbedingungen und -ergebnisse sind in den Tabellen III und IV a-e aufgeführt.

Der Gesamtabsstreifer enthielt im Mittel 46 % Benzin - 170° siedend. Dies Benzin enthielt ca. 29 - 32 % Aromaten, die mittels der SO<sub>2</sub>-Extraktion sich in 2,8 % Benzol, 7,6 % Toluol, 23,4 % Xylol und 59,6 % höhere Aromaten zerlegen ließen. Die Klopfwerte betragen 86 OZ. nach der Research-Methode, 75 OZ. nach der Motor-Methode und mit 0,12 % Bleitetraäthyl 86-89 OZ. nach der Motor-Methode.

Die Produkt-Untersuchungen sind in den Tabellen Va-d enthalten.

Der Gesamtverlust aus Vergasung und Destillationsverlust betrug über die gesamte Periode etwa 10 %, bezogen auf das Einspritzprodukt. Die Zusammensetzung der Vergasung enthält die Tabelle VI.

In der zweiten Versuchsperiode (1. - 7.5.42) wurde der DHD-Rückstand unter Rückführung des b-Mittelöls im Verhältnis 1:1 über Kontakt 6434 auf Grund von Kleinapparaturversuchen (Dr. Peters/Dr. Günther) in Benzin übergeführt. Bei einem mittleren Durchsatz von 0,75 kg Einspritzung pro Ltr. Kat und Stunde und einer mittleren Ofentemperatur bis zu 403°C (20,7 MV) wurde eine Benzinleistung von 0,48 erreicht. Das Produkt-Gasverhältnis betrug hierbei 1:3,5 und die Kaltgasmenge schwankte zwischen 0,1 und 0,3 m<sup>3</sup> je 1 kg Einspritzung.

Das bis 170° siedende Benzin, mit einem Aromatengehalt von ca. 31% im Mittel, hatte bei Dampfdruck 0,6 die Klopfwerte 75 nach der Motor-Methode. Das b-Mittelöl wurde auf einen zwischen -4 bis -10°C betragenden Anilinpunkt aufhydriert.

Die Betriebsergebnisse dieser Versuchsperiode sind aus Tabelle VII ersichtlich.

Der Schwefelgehalt sämtlicher Einspritzprodukte wurde auf einen Gehalt von 0,3 % S eingestellt. Dies wurde durch Überleiten des Produktes über festen Schwefel erreicht.

Ein Vergleich der in den verschiedenen Stufen bzw. Betriebsperioden angefallenen Benzine enthält Tabelle VIII. Danach unterscheiden sich die durch zweistufige und einstufige Verarbeitung gewonnenen Benzine dadurch, daß bei einstufiger Benzinierung (geringer Durchsatz bei 6434) weitgehendere Spaltung zu Niedrigsiedenden eintritt und weiterhin mehr Paraffine auf Kosten der Aromaten gebildet sind. Im Klopfverhalten drückt sich dies bei etwa gleicher O.Z. in einer erhöhten Bleitempfindlichkeit aus. Das in einstufiger Benzinierung erhaltene Benzin wurde in seinem Überladeverhalten untersucht und mit B<sub>1</sub> einerseits und CV<sub>2</sub>b andererseits verglichen (siehe Kurvenblatt II)<sup>4</sup>. Dagegen liegt das Benzin zwischen beiden Vergleichsstoffen im Gesamtverlauf parallel zu B<sub>1</sub> also flacher als CV<sub>2</sub>b. Die Untersuchungsdaten dieses Benzins sind in Tabelle IX zusammengefaßt.

### Versuchsverlauf.

- 9.4.42 Kammer nach Auffüllung mit Frischgas auf 200 Atmosphären mit einem Gasdurchgang von 2000 m<sup>3</sup>/h je Ofen hochgeheizt. Temperaturerhöhung bis 12 MV stündlich 1 MV, über 12 MV stündlich 1/2 MV --, Ofen I auf 17,5 MV und Ofen II auf 15 MV.
- 11.4.42 Ofen I bei 17,5 MV mit Einspritzung. Einspritzprodukt: DHD-Rückstand > 165°, wird bei 15°C durch Überleiten über elementaren Schwefel geschwefelt, Durchsatz auf 0,8 kg/Ltr. Kat und Stunde gesteigert. 20 Ltr. Wasser/h vor Regenerator II eingespritzt.
- Wegen des hohen Abstreifer-Anilinpunktes von + 18 bis + 22°C wird Durchsatz auf 0,92 kg/Ltr. Kat und Stunde vorgefahren.
- 12.4.42 Weil die Temperaturlage des VorhydrierungsOfens sehr unruhig ist, wird dem DHD-Rückstand 10% b-Produkt aus dem anfallenden Abstreifer zugesetzt.
- 13.4.42 Wegen des noch zu hohen Abstreiferanilinpunktes von + 15°C bis + 21°C wird die mittlere Ofentemperatur von 17,6 MV auf 17,2 MV gesenkt. Die getroffenen Maßnahmen zur Senkung des Abstreifer-A.P. reichen nicht aus, deshalb wird noch der Eingangsdruck auf 182 Atmosphären gesenkt. Abstreifer-A.P. stellt sich jetzt zwischen + 5 bis + 10°C ein.
- 14.4.42 Wegen zu starker Schwefelung des Einspritzproduktes wird nur noch die Hälfte über den Schwefelturm geleitet.
- Aus technischen Gründen wird der Eingangsdruck von 182 auf 190 Atmosphären erhöht.
- 15.4.42 Mittlere Temperatur von Ofen I auf 17,0 MV erniedrigt, Einspritzung von Ofen II bei mittlerer Temperatur von 17 MV mit b-Produkt angefahren, Temperatur auf 19 MV vorgefahren und Eingangsdruck mit Rücksicht auf Kat. 6434 auf 220 Atm erhöht.
- 16.4.42 Temperatur von Ofen I auf 16,9 MV gesenkt und Temperatur von Ofen II auf 20 MV erhöht.
- 17.4.42 Eingangsdruck auf 270 Atmosphären erhöht, Temperatur von Ofen I auf 16,6 MV erniedrigt, Durchsatz Ofen II auf 1 kg/Ltr. Kat und Stunde eingestellt.
- 20.4.42 Einspritzung von Ofen II auf Durchsatz 1,10 kg/Ltr. Kat und Stunde vorgefahren.
- 22.4.42 Wegen zu schwacher Aufhydrierung des Abstreiferproduktes von Ofen I wird Durchsatz auf 0,86 kg/Ltr. Kat und Stunde reduziert, die mittlere Ofentemperatur wird auf 16,9 MV vorgefahren und 2/3 des Einspritzproduktes werden über den Schwefelturm gefahren.
- Bei Ofen II wird Einspritzung auf Durchsatz 1,15 kg/Ltr. Kat. und Stunde und Temperatur auf 20,1 MV vorgefahren.
- 23.4.42 Die mittlere Temperatur des Ofens I auf 17,1 MV und die von Ofen II auf 20,3 MV erhöht.

- 25.4.42 Einspritzung Ofen I wegen Produktverbrauchs abgestellt und Temperatur des Ofens auf 15 MV zurückgefahren. Einspritzung Ofen II auf Durchsatz 1,21 kg/Ltr. Kat und Stunde vorgefahren.
- 26.4.42 Kreislaufmenge Ofen I auf 1900 m<sup>3</sup>/h zurückgefahren und die von Ofen II auf 2200 m<sup>3</sup>/h erhöht, Einspritzung auf Durchsatz 1,28 kg/Ltr. Kat und Stunde vorgefahren.
- 27.4.42 Temperatur des Ofens II auf 20,5 MV und Einspritzung auf Durchsatz 1,35 kg/Ltr. Kat und Stunde erhöht.
- 29.4.42 Einspritzung Ofen II wegen Produktverbrauchs abgestellt und die Temperatur des Ofens zurückgefahren.
- 
- 1.5.42 Temperatur Ofen II auf 19 MV vorgefahren, Einspritzung : DHD-Rückstand (nicht destilliert) + b-Mittelöl aus DHD-Rückstand und Kat. 7019 b-Mittelöl; a : b = 1 : 1. 30 Ltr. Wasser vor Regenerator II eingefahren.
- 2.5.42 10<sup>08</sup>-10<sup>50</sup> Stromausfall infolge Störung in der elektrischen Zentrale-Op, Kompressor abgestellt, infolge zu niedrigen Frischgasdrucks infolge Störung am Nullgas in der Wasserstoffreinigung in Op wird die Einspritzung 13,45 h abgestellt.
- 16<sup>35</sup> Nach Wiedernerstellung des Frischgasdruckes von 230 Atm wird Kompressor, Wasser- und Einspritzpumpe wieder angefahren, Druck auf 270 Atmosphären vorgefahren, Einspritzung auf Durchsatz 0,81 und mittlere Ofentemperatur auf 20,5 MV erhöht.
- 3.5.42 Mittlere Ofentemperatur auf 20,7 MV erhöht, 14<sup>00</sup> Wegen Undichtwerden des Deckels von Ofen II wird der Druck zunächst auf 200 Atm zurückgenommen, infolge Entzündung des ausströmenden Gases wird der Druck durch zusätzliche Entspannung auf 180 Atm gesenkt, wobei die Flamme erlischt, 16,15 h Einspritzung und Wasserpumpe abgestellt, Ofen wird trocken und kalt gefahren und entspannt.
- 4.5.42 Ofen am oberen Deckel nachgezogen, wieder unter Druck gesetzt und hochgeheizt.
- 5.5.42 9<sup>00</sup> Ofen wieder mit Einspritzung, Druck auf 270 Atm, Ofentemperatur 20,7 MV, Einspritzung 0,8 kg Durchsatz.
- 7.5.42 21<sup>00</sup> Einspritzung wegen Produktverbrauchs abgestellt, Druck und Temperatur zurückgefahren, Kammer entspannt.

---

Der Vorhydrierungskontakt wurde nicht ausgebaut und später zur Raffination von Zeitzer PTH-Paraffin weiter verwendet. Der 6434-Kontakt hatte normale Festigkeit.

Betriebsbedingungen und Betriebsergebnisse des VorhydrierungsOfens

Tabelle I

April 1942		11.	12.	13.	14.	15.	16.	17.	18.	19.	20.	21.	22.	23.	24.	25.
Gesamtdruck:	Atm	200	200	182	190	190	220	270	=	=	=	=	=	=	=	270
H <sub>2</sub> -Partialdruck:	Atm	178	=	162	169	=	197	240								
Mittlere Temp. MV		17 <sup>7</sup>	17 <sup>6</sup>	17 <sup>2</sup>	17 <sup>2</sup>	17 <sup>0</sup>	16 <sup>9</sup>	16 <sup>6</sup>	16 <sup>6</sup>	16 <sup>6</sup>	16 <sup>7</sup>	16 <sup>7</sup>	16 <sup>9</sup>	17 <sup>1</sup>	17 <sup>1</sup>	17 <sup>1</sup>
Durchsatz: kg/Ltr. Kat u. h		0,73	0,92	0,92	0,93	0,92	0,93	0,92	0,92	0,92	0,92	0,92	0,86	0,86	0,86	0,87
Ofengas: m <sup>3</sup> /kg u. h		3,58	2,86	2,85	2,84	2,85	2,84	2,87	2,83	2,85	2,87	2,85	3,02	3,07	3,05	3,16
Kaltgas: m <sup>3</sup> /kg u. h		1,04	1,52	1,87	1,78	1,30	1,98	2,08	1,99	1,81	1,61	1,80	1,79	1,60	1,41	1,63
Frischgas: m <sup>3</sup> /kg u. h		0,67	0,65	0,61	0,53											
Einspritzung: Spez. Gew./15°C		0,912	0,909	0,909	0,915	0,91	0,913	0,916	0,918	0,920	0,920	0,922	0,922	0,924	0,921	0,918
A.P. °C		-47,8	-41,8	-44,0	-47,4	-46,0	-48,6	-48,4	-48,0	-47,8	-47,6	-48,0	-48,2	-45,6	-38,6	-32,4
S.B. °C		130	106	113	148	150	148	147	147	124	146	144	146	111	120	132
- 170°	%		14,5		6,0	10,5	7,5	7,0	7,5	8,0	5,5	12	5,5	8	18	13
- 180°		33	36	34	24,0	29,0	27,0	24,0	25,0	27,0	19,0	24	19	25	30	27
- 250°		95	94	94	93,0	94,0	93,0	92,0	92,0	91,5	90,0	91,0	89,5	91	89	85
E.P. °C / %		280/98,2	270/98	275/98	279/98	277/98	275/98,5	283/98	283/98	290/98,5	294/93	290/98,5	299/98	293/98	304/98	327/98,2
Absstreiferprodukt Spez. Gew./15°C		0,848	0,852	0,860	0,862	-	-	-	-	-	-	0,870	-	0,867	0,862	-
A.P. I		+25,3	+17,7	+9,7	+7,5	-	-	-	-	-	-	-3,0	-	-	+7,8	-
A.P. II		+58,8	+48,2	+48,2	+47,9	-	-	-	-	-	-	+45,0	-	-	+47,3	-
% Aromaten		36	33	40,5	42	-	-	-	-	-	-	53,5	-	-	41	-
% B1 - 170°		46,1	44	36,5	39	-	-	-	-	-	-	29,4	-	22,0	31,5	-
Ri-Leistung		0,30	0,41	0,34	0,37	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Benzin: Spez. Gew./15°C		0,821	0,823	0,824	0,829							0,834			0,826	
A.P. I		+28,1	+22,7	+17,3	+13,8							+3,5			+17,7	
A.P. II		+50,2	+50,7	+51,0	+50,8							+50,2			+49,4	
Aromaten		27,1	39,0	36,0	39,0							47,5			34,5	
S.B. °C		127	116	100	120							73			83	
% - 130°		0,2	1,5	3,0	1,5							6,0			15,0	
% - 160°		64,0	64,0	70,0	63,5							66,0			80,0	
E.P. / °C		180/98	182/98	178/98	179/98							180/98			178/98,9	
b-Mittelöl: Spez. Gew./15°C		0,870	0,875	0,880	0,882							0,896			0,890	
A.P. I		+23,5	+14,4	+5,5	+3,8							-11,6			+2,3	
S.B. °C		179	179	172	181							181			182	
% - 200°		57	63	74	61,5							51			43	
% - 250°		93,5	95	96,5	94							92			90	
E.P. °C / %		274/98,5	265/98,5	258/98,5	258/98							283/98,5			293/98,5	

## Untersuchungen des Binspritzproduktes vom Vorhydrierungssofen Ka 501

Datum	21.4.42	24.4.42
Spez. Gew./15°	0,922	0,921
A.P. I °C	-48,0	-38,6
Jodzahl	19,3	
Heizwert	9689	9685
Verbr.-Wärme	10180	10201
<u>Siedeanalyse</u>		
S.B. °C	144	120
- 150°	0,5	1,5
160	1,5	7,0
170	17,0	18,0
180	24,0	30,0
200	62,5	59,0
225	83,5	79,0
250	91,0	88,0
275	96,0	94,0
300	-	97,0
E.P. °C/%	290/98,5	304/98
Rü	1,4	1,8
Verl.	0,1	0,2
<u>Elementaranalyse</u>		
C	90,31	89,63
H	9,10	9,55
O	0,37	0,60
N	0,027	0,05
S	0,18	0,16
Cl	< 0,01	< 0,01

## Fraktion-Zerlegung der Probe vom 21.4.42

T	Gew. %	Spez. Gew./15°	A.P. I
-160°	5,5	0,843	- 21,4 ber.
160-180	32,8	0,880	- 44,4 "
180-200	24,5	0,907	- 50,4 "
200-225	14,0	0,953	- 53,0 "
225-250	11,0	0,988	- 53,0 "
250-275	6,7	1,002	- 53,6 "
275	5,2	1,042	
Verl.	0,3		

## Fraktion-Zerlegung der Probe vom 24.4.42

125-160	12,0	0,838	- 5,9 ber.
160-180	26,2	0,878	- 29,5 "
180-200	21,8	0,910	- 47,7 "
200-225	16,2	0,955	- 50,5 "
225-250	11,4	0,982	- 53,9 "
> 250	12,2	1,030	
Verl.	0,2		



## Untersuchungen des Abstreiferproduktes vom Verhydrirungssofen Ka 501

Datum	21.4.42	24.4.42
Spez. Gew./15°	0,870	0,862
A.P. I	- 3,0ber.	+ 7,8
A.P. II	+45,0	+47,3
Aromaten %	53,5	41,0
Jodzahl	8,7	
Heiswert cal.	9998	10065
Verbr.-Wärme "	10621	10712
<u>Siedeanalyse</u>		
S.S. °C	95	66
- 80°	-	1,0
- 100°	-	2,0
- 125°	2,5	3,0
- 150°	4,0	12,0
- 160°	5,5	22,5
- 170°	15,0	33,0
- 180°	36,0	48,0
- 200°	72,0	74,0
- 225°	88,0	87,5
- 250°	96,0	94,0
- 275°		
E.P. °C / %	272/98,0	264/98,0
Rü	1,0	1,4
Verl.	1,0	0,6
<u>2 kg Zerlegung</u>		
- 170° tab.	29,4	31,5
> 170°	67,0	66,0
Verl.	3,6	2,5
<u>Elementaranalyse</u>		
C %	88,42	87,88
H "	11,55	11,96
O "	0,00	0,02
N "	< 0,01	< 0,01
S "	0,028	0,12
Cl "	< 0,01	< 0,01

Untersuchungen des Abstreiferprodukts am Vorwarmerofen Ka 501

Fractions-Zerlegungen

Abstreifer-Produkt vom 21.4.1942

Fraktionen	Gew. %	Spez. Gew. / 15°	A.P. I	A.P. II	Aromaten
94-120	2,7	0,686	+ 40,3	-	-
120-140	1,1	0,798	+ 16,8	-	-
140-160	9,5	0,822	+ 9,7	-	-
160-180	27,9	0,857	- 6,8 ber.	+ 50,7	42,5
180-200	28,7	0,889	- 12,0 "	+ 48,4	59,5
200-220	16,7	0,905	- 14,4 "	+ 44,5	ca. 61,0
220-240	8,1	0,920	- 10,4 "	+ 45,8	62,5
> 240	5,0	0,950	+ 4,6 "	+ 50,3	63,5
Verlust	0,3				

Abstreifer-Produkt vom 24.4.42

- 75°	1,7	0,725	+ 46,7	-	-
75-100	1,4	0,758	+ 35,7	-	-
100-120	1,7	0,775	+ 29,4	-	-
120-140	5,6	0,795	+ 25,3	-	-
140-160	6,6	0,812	+ 21,7	+ 48,5	26,4
160-180	31,2	0,848	+ 7,5	+ 51,0	32,5
180-200	22,1	0,878	- 3,1	+ 49,1	43,0
200-225	15,6	0,902	- 5,9 ber.	+ 44,0	48,0
225-250	7,7	0,918	- 2,1	+ 46,0	57,0
> 250	8,2	0,940	+ 28,8	+ 51,5	57,5
Verlust	0,2				

Untersuchungen des Vorhydrierungsbenzins und des b-Mittelöls 170° aus  
DHD-Rückstand 165°

Datum:	Benzin - 170°		b-Mittelöl 170°	
	21.4.42	24.4.42	21.4.42	24.4.42
Spez. Gew./15°	0,834	0,826	Spez. Gew./15°	0,896
A.P. I	+ 3,5	7,7	A.P. I	-11,6 ber.
A.P. II	+50,2	1,4	Jodzahl	
Cu-Streifen	gut	ange- griffen	Heizwert cal.	9957
Dokortest	negativ	negativ	Verbr.wärme cal.	10557
Dampfdruck	0,055	0,046		9972
				10597
<u>Klopffwerte</u>				
OE-Research	90,0	-		
" Motor	75,0	71,0		
" " +0,12%Pb	84,5	-		
Jodzahl	7,5			
Heizwerte cal.	10082	10126		
Verbr.wärme "	10726	10815		
<u>Siedeanalyse</u>			<u>Siedeanalyse</u>	
A.S.T.M.			100 cm <sup>3</sup> Engler	
S.B. °C	73	83	S.B.	181
- 80 %	0,5	-	- 200°	51
90	1,0	1,0	225	82
100	2,0	2,0	250	92
110	2,5	3,5	275	97
120	3,0	6,0	E.P. °C/%	283/98,5
130	6,0	15,0	RM	1,4
140	11,0	28,0	Verl.	0,1
150	28,0	46,5		
160	66,0	80,0	<u>Elementar-</u>	
170	91,5	95,0	<u>analyse:</u>	
E. °C/%	180/98	178/98,9	C	88,80
V flust	1,4	1,0	H	11,12
	0,6	0,1	O	0,05
			N	0,01
			S	0,01
			Cl	0,01
<u>Zusammensetzung</u>				
Paraffine	23,0	21		
Naphthene	29,0	44		
Aromaten	47,5	34,5		
Ungesättigte	0,5	0,5		
<u>Elementaranalyse</u>				
C %	87,97	87,22		
H "	11,93	12,76		
O "	0,07	0,00		
N "	0,01	0,01		
S "	0,01	0,024		
Cl "	0,01	0,01		

Restbenzinuntersuchung des 8376-Benzins  
vom 24.4.1942

Produkt	Gesamtprodukt	Restbenzin Raffinat	Extrakt
Gew. %		65,0	33,0
Spez. Gew. / 15°	0,826	0,793	0,876
A.P. I °C	+ 17,7	+ 48,3	- 55,6
A.P. II "	+ 49,4	+ 50,6	
<u>A.S.F.M. Kurve</u>			
S.E. °C	83	81	
- 90	1,0	0,5	
- 100	2,0	2,0	
- 110	3,5	4,5	
- 120	6,0	10,5	
- 130	15,0	20,0	
- 140	28,0	32,5	
- 150	46,5	52,5	
- 160	80,0	82,0	
- 170	95,0	94,5	
E.P. °C / %	178/98	177/98,6	
Rückstand	1,0	1,1	
Verlust	1,0	0,3	
<u>Zusammensetzung</u>			
Paraffine	22,0	31,0	
Naphthene	43,0	66,0	
Aromaten	34,5	3,0	
Ungesättigte	0,5	-	
<u>Klopfwerte 02</u>			
Motor		60,8	
" + 0,12 Pb		78,5	

Restbenzinuntersuchung des 8376-Benzins  
vom 24.4.1942

Produkt	Gesamtprodukt	Restbenzin Raffinat	Extrakt
Gew. %		65,0	33,0
Spez. Gew. / 15°	0,826	0,793	0,876
A.P. I °C	+ 17,7	+ 48,3	- 55,6
A.P. II "	+ 49,4	+ 50,6	
<u>A.S.T.M. Kurve</u>			
S.E. °C	83	81	
- 90	1,0	0,5	
- 100	2,0	2,0	
- 110	3,5	4,5	
- 120	6,0	10,5	
- 130	15,0	20,0	
- 140	28,0	32,5	
- 150	46,5	52,5	
- 160	80,0	82,0	
- 170	95,0	94,5	
E.P. °C / %	178/98	177/98,6	
Rückstand	1,0	1,1	
Verlust	1,0	0,3	
<u>Zusammensetzung</u>			
Paraffine	22,0	31,0	
Naphthene	43,0	65,0	
Aromaten	34,5	3,0	
Ungesättigte	0,5	-	
<u>Klopffwerte OZ</u>			
Motor		60,8	
" + 0,12 Pb		78,5	

Betriebsbedingungen und Betriebsergebnisse des Benzinierofens

	15.	16.	17.	18.	19.	20.	21.	22.	23.	24.	25.	26.	27.	28.	29.
April 1942															
Gesamtdruck	190	220	270	=	=	=	=	=	=	=	=	=	=	=	=
H <sub>2</sub> -Partialdruck	169	197	240	=	=	=	=	=	=	=	=	=	=	=	=
mittlere Temp. °C	-19	20	20	20	20	20	20	20 <sup>1</sup>	20 <sup>3</sup>	20 <sup>3</sup>	20 <sup>3</sup>	20 <sup>3</sup>	20 <sup>3</sup>	20 <sup>3</sup>	20 <sup>3</sup>
Durchsatz/kg/Ltr. Kat. und h	0,84	0,96	1,01	1,02	1,02	1,02	1,07	1,09	1,13	1,14	1,20	1,25	1,35	1,36	1,28
Gasstrom m <sup>3</sup> /kg und h	3,21	2,40	2,28	2,25	2,13	2,25	2,15	2,10	2,03	2,01	1,91	2,37	2,21	2,16	2,34
Kat. m <sup>3</sup> /kg und h		0,03	0,43	0,50	0,68	0,75	0,50	0,26	0,26	0,34	0,19	0,17	0,13	0,25	0,29
Erlös m <sup>3</sup> /kg und h												0,46	0,51	0,44	0,48
<u>Einspritzung: Spez.Gew./15°C</u>	0,865	0,876	0,874	0,875	0,871	0,874	0,877	0,879	0,880	0,880	0,881	0,882	0,882	0,876	0,815
A.P. I °C	+18	+8,9	+10,1	+10,7	+5,6	+7,5	+4,1	+2,8	+2,1	+2,7	+5,7	+2,2	+1,5	+5,8	+4,7
S.B. °C	187	170	170	172	168	167	169	168	168	171	+170	173	164	167	166
- 200°	74	74	72	71	70	75	73,5	69	68	69	57	63	70	74	75
- 225°	91	91	91	90,5	89	90	90	96	89	90	84	87	89	93	93,5
E.P. °C / h	244/98	247/98	244/98	258/98,5	262/98	243/98	249/98	264/98	265/98	256/98	294/98,5	277/98	269/98	256/98	258/98,5
<u>Mastralferrocl. Spez.Gew./15°C</u>			0,795	0,806		0,801	0,808		0,804	0,811		0,812	0,807	0,800	0,795
A.P. I °C							+18,6			+15,7		+17,1	+17,1	+16,1	+19,3
A.P. II °C							+50,3			+50,0		+50,2	+50,6	+51,1	+52,2
Arachaten %							34			37,0		35,5	36	35,5	35,5
S.B. °C			37	40		39	43		42	+37		38	36	39	28
- 100°			17,5	14,0		13,5	15		13,5	13		11	14	14,5	19
- 150°			40,0	36,0		37,0	36		37	37		31	36	33,5	41
- 170°			58,5	53,0		57,5	56		58	54		48	57	53	57
- 200°			85	78,0		85,0	91		88	85		83,5	85	83,5	87
E.P. °C / h			223/91	227/94		233/92	235/94		225/94	235/94		233/93	229/93,5	229/90	222/93
<u>Benzol: Spez.Gew./15°C</u>							0,790		0,786		0,767	0,773	0,786	0,786	0,783
A.P. I °C							+21,8		+21,7		+20,7	+25,2	+22,8	+27,2	+27,2
A.P. II °C							+51,3		+51,4		+52,1	+52,4	+51,3	+52,2	+52,2
Arachaten %							32,5		32,5		28,5	30	32	28,5	28,5
S.B. °C							50		54		29	32	52	29	29
- 70°							3,5		6,0		13	12	4,5	15	15
- 100°							23,0		25,5		29	29	24	31,5	31,5
- 170°							95,0		96,5		90	93	93,5	94	94
E.P. °C / h							175/97		175/98,5		176/93	176/95,5	180/98	174/96	174/96
<u>Mittelcl: Spez.Gew./15°C</u>							0,875		0,878		0,874	0,876	0,872	0,870	0,870
A.P. I °C							+5,7		+5,0		+6,9	+5,1	+6,3	+6,1	+6,1
S.B. °C							180		177		177	179	174	179	179
- 240°							67,0		67		64	64	67	68	68
- 225°							91,5		91		91	92	91	93	93
E.P. °C / h							253/98,5		256/98		254	256/98	256/98	247/98	247/98

Untersuchungen des Einspritzproduktes vom Benzinierungssofen Ka 501  
(b-Mittelöl aus DHD-Rückstand 165°C)

Datum	21.4.42	24.4.42	28.4.42
Spez. Gew./15°	0,877	0,880	0,870
A.P. I } % Aromaten	+ 4,1	+ 2,7	+ 5,5)
A.P. } % Aromaten	-	-	+ 50,9) 46,5 %
Jodzahl	7,3	-	3,5
Heizwert cal.	9988	10023	10006
Verbr.wärme cal.	10615	10659	10637
<u>Siedeanalyse</u>			
S.B. °C	169	171	172
- 170° %	0,5	-	-
- 180° %	24,5	12,0	11,0
- 200° %	73,5	69,0	72,0
- 225° %	90,0	90,0	94,0
- 250° %	-	97,0	-
E.P. °C / %	249/98,0	256/98,0	229/98,0
RU	178	1,9	1,3
Verl. %	0,2	0,1	0,7
<u>Elementaranalyse</u>			
C	88,10	88,02	88,44
H	11,62	11,77	11,69
O	0,09	0,00	0,00
N	< 0,01	Spuren	< 0,01
S	0,17	0,25	0,16
Cl	< 0,01	< 0,01	< 0,01

Fractions-Verleugungen:Probe vom 21.4.1942

155 - 180°	27,5	0,853	+ 4,2	+ 49,7	46,5
180 - 200°	45,6	0,871	- 3,0 ber.	+ 46,9	54,5
200 - 225°	15,1	0,898	- 4,6 "	+ 48,1	57,5
225 - 245°	6,3	0,915	- 0,4 "	+ 51,6	55,0
> 245°	5,5	0,935	-	-	-
Verlust	0,0	-	-	-	-

Probe vom 24.4.1942

125 - 180°	29,0	0,853	+ 3,0	+ 52,0	49,5
180 - 200°	42,3	0,872	- 0,7	+ 49,7	50,5
200 - 225°	16,5	0,898	- 4,7 ber.	+ 46,7	56,5
225 - 248°	5,8	0,913	- 0,7 "	+ 49,2	56,0
> 248°	6,2	0,934	+ 17,1	-	-
Verlust	-	-	-	-	-

Probe vom 28.4.1942

158 - 180°	28,3	0,852	+ 3,8	+ 51,7	44,5
180 - 200°	49,1	0,868	+ 3,4	+ 50,6	45,5
200 - 225°	15,5	0,895	+ 1,1	+ 52,9	51,5
> 225°	6,8	0,925	- 3,6 ber.	-	-
Verlust	0,3	-	-	-	-

## Untersuchungen des Abstreiferproduktes vom Benzinerungssofen

Datum	21.4.42	24.4.42	28.4.42
Spez. Gew. / 15°	0,803	0,811	0,800
A.P. I	+ 18,6	+ 15,7	+ 18,1
A.P. II	+ 50,3	+ 50,0	+ 51,1
Aromaten %	34,0	37,0	35,5
Jodzahl	6,5		3,2
Heizwert cal.	10 131	10 137	10 095
Verbrennungswärme cal.	10 808	10 799	10 769
<u>Siedeanalyse</u>			
S.B. °C	43	37	39
50° %	2,0	1,0	1,5
70°	6,0	5,0	5,0
100°	15,0	13,0	14,5
125°	22,5	22,0	22,0
150°	36,0	37,0	33,5
160°	44,0	44,0	42,0
170°	56,0	54,0	53,0
180°	68,0	68,0	64,0
200°	91,0	85,0	83,5
225°	92,0	91,5	89,5
S.P. °C / %	235/94,0	235/94,0	229/90,0
Kü	1,2	1,3	1,0
Verl.	4,8	4,7	9,0
<u>Zerlegung des Abstr.</u>			
- 170° stab.	55,2	50,3	54,1
170°	38,0	42,8	37,8
Verlust	6,8	6,9	8,1
<u>Elementaranalyse</u>			
C	87,47	87,90	87,57
H	12,54	12,26	12,49
O	0,00	0,00	0,00
N	0,017	0,01	0,01
S	0,012	0,10	0,014
Cl	0,01	0,01	0,01