

3450 - 30/5.01 - 25

Untersuchung von Crackbenzin und Kreislaufbenzin.

Analyse von Crackbenzin bzw. Co-Kreislaufbenzin  
nach Aufklärung durchs Feindestillations

Dichte d<sub>20</sub>.

Crackbenzin aus Ölantage RLL: 11 Proben.

Co-Kreislaufbenzin aus Druckversuchsanlage: 19 Proben aus den öfen 9, 10 und 11.

Fraktion	Cm.	Crackbenzin		Co-Kreislaufbenzin	
		φ	Streuung	φ	Streuung
bis 38°		0, ...	0, ...	0, ...	0, ...
38 " 51	C <sub>5</sub>	-	-	642	638 bis 653
51 " 71	C <sub>6</sub>	657	649 bis 669	652	636 " 661
71 " 101	C <sub>7</sub>	677	674 " 680	672	667 " 678
101 " 130	C <sub>8</sub>	711	707 " 777	696	694 " 708
130 " 151	C <sub>9</sub>	728	724 " 735	716	713 " 720
151 " 175	C <sub>10</sub>	740	735 " 746	731	726 " 735
175 " 200	C <sub>11</sub>	747	743 " 754	742	739 " 748
200 " 220	C <sub>12</sub>	755	750 " 764	751	744 " 756
220 " 240	C <sub>13</sub>	767	763 " 772	761	758 " 766
240 " 268	C <sub>14</sub>	773	770 " 777	767	764 " 772
268 " 292	C <sub>15</sub>	781	779 " 782	774	771 " 780
292 " 309	C <sub>16</sub>	-	-	780	777 " 784
		-	-	784	780 " 787

1629 N 3

Korrosion

19. Febr. 36

Einfluss des Cl Gehalts auf die Korrosion

von V2A durch Salpetersäure Typ 4 Supra<sup>4</sup>

Damit konnte die Konzentration des Cl auf 200 mg/l gehalten werden, warden Metalllösung und 49%ige Salpetersäure in einem kleinen Vorversuch Menge und Stoffen dann stetig, gemeinsam, in das Labor aufgeföhrt, in dem  $\frac{1}{2}$  je 1 Probe des Typs 4 Supra 4 Messung. Danach je 14 Tage = 330 Stück.

Lösung 49%ig	t	Oberfläche	Gewichtswert mg	Gewichtswert mg/m <sup>2</sup>	Aussehen
kalt ohne Cl Zusatz	20°	99 x 41 x 2 = 86,3 cm <sup>2</sup>	+0	+0	unverändert bleichhell
kalt 200 mg Cl/l Zusatz	20°	100 x 41 x 2 = 87,6 cm <sup>2</sup>	+0	+0	dgl.
warm ohne Cl Zusatz	50-60°	99 x 41 x 2 = 86,3 cm <sup>2</sup>	-6	-2	hellgrün, glänzend
warm 200 mg Cl/l Zusatz	50-60°	99 x 42 x 2 = 88,8 cm <sup>2</sup>	-13	-4	blau an- lauf Farbe, glänzend

Bis 200 mg Cl in Salpetersäure erhöhen die Angriffstiefe des V2A - Supra bei 55° von 2 auf 4 mg/m<sup>2</sup> h. Im der Höhe ist der Zusatz ohne jeden Einfluss.

Merkmale klar!

Cl wirkt bei normalem V<sub>2</sub>O<sub>5</sub> - Gehalt die in feinkristalline Korrosion, durch fast voll. Belegungszeit nicht feststellbar.

Al.

# Untersuchung des Prackbenzins.

Gleichzeitige Aufklärung des aus Gasöl bzw. Kaltgasöl gewonnenen Prackbenzins im Fraktionier durch Feindestillation.

Rechnerisch erfolgt wurde

1) beim Prackbenzin aus Gasöl a) der Anteil Tripfhondennad bis 200° ohne Destillationsrückstand b) der Anteil 30-200° C.

2) beim Prackbenzin aus Kaltgasöl a) der Anteil Tripfhondennad bis 280° C ohne Destillationsrückstand b) der Anteil 30-200° C.

Die Werte sind das Mittel aus der Analyse von jeweils 4 Proben.

1) Prackbenzin aus Gasöl				2) Prackbenz. aus Kaltgasöl			
C <sub>n</sub>	Fraktion	a) T. K. bis 200°	b) 30° bis 200°	C <sub>n</sub>	Fraktion	a) T. K. bis 280°	b) 30° bis 200°
		gew. %	gew. %			gew. %	gew. %
C <sub>3-5</sub>	T. K.	-	-	C <sub>3-5</sub>	T. K.	6,6	-
C <sub>5</sub>	30 - 50°	3,9	4,2	C <sub>5</sub>	30 - 50°	2,-	3,4
C <sub>6</sub>	50 - 71°	12,3	13,2	C <sub>6</sub>	50 - 71°	7,6	12,7
C <sub>7</sub>	71 - 101°	14,7	15,8	C <sub>7</sub>	71 - 101°	8,4	14,1
C <sub>8</sub>	101 - 130°	14,7	15,9	C <sub>8</sub>	101 - 130°	9,1	15,3
C <sub>9</sub>	130 - 151°	15,-	16,1	C <sub>9</sub>	130 - 151°	8,8	14,8
C <sub>10</sub>	151 - 175°	19,6	21,1	C <sub>10</sub>	151 - 175°	11,1	18,7
C <sub>11</sub>	175 - 200°	12,8	13,7	C <sub>11</sub>	175 - 200°	12,5	21,-
-	-	-	-	C <sub>12</sub>	200 - 220°	8,5	-
-	-	-	-	C <sub>13</sub>	220 - 240°	8,3	-
-	-	-	-	C <sub>14</sub>	240 - 260°	8,8	-
-	-	-	-	C <sub>15</sub>	260 - 280°	8,3	-
-	-	100 %	100 %	-	-	100 %	100 %

Die Zusammensetzung der verschiedenen analytischen Benzolproben schwankt gemäß den Destillationsverhältnissen im ziemlich weiten Grenzen. Das errechnete Mittel ist also nur ein Anhaltspunkt.

1665/ Nr 3.

Kornverlust  
18. Feb. 36.

Fleischverlust auf Kollwanz-Korn-  
gehobener Rolle.

Plan 4 wie Nr 1 und 2.

Anordnung wie Nr 2. Stromung 2,8 l / Hl. zu Anfang des Versuchs.

Dauer 7 Tage = 168 Hl. = 11. bis 18. Feb. 36.

Temperaturen	1. Tag	2. Tag
	21,6°	22,7°
	22,2°	22,2°
	24,1°	24,3°
	23,9°	

Mittelwert zwischen 19,5-26,0°  
22,9° C

Die 3 Eisenplättchen waren frisch, ungebrannt. Reinigung mit Säuremasse dem Kopfe anständig.

	Nr 1	2	3
Oberfläche 70x30x5 mm	52 cm <sup>2</sup>	52 cm <sup>2</sup>	52 cm <sup>2</sup>
Anfangsgewicht	79,561 g	79,323 g	79,247 g
Gewichtsverlust (ungegärt)	272 mg	267 mg	269 mg
" " (gegärt)	273 mg	271 mg	302 mg
" " je m <sup>2</sup> H geernt.	<del>272</del> 313 mg	<del>267</del> 311 mg	<del>269</del> 345 mg
φ 308 mg/m <sup>2</sup> H			

Kollwanzanalyse:

Os Gehalte:			
vor Korn. apparat	12/2	8,2	mg/l
hinten	"	12/2	8,2 "
vor	"	14/2	8,3 "
hinten	"	14/2	8,3 "
vor	"	17/2	8,- "

Carbonat kiste	2,2	DH
Sulfat "	26,9	"
Gesamt kiste	29,1	DH
SO <sub>3</sub>	182	mg/l
Al	99	"
Fe	2,8	"
Eindampfrest	950	"
F H	7,2	
Mittel N <sub>2</sub>	76	mg/l
Ammon. N <sub>2</sub>	16	"
Gesamt N <sub>2</sub>	92	"

ll

3794.

S. 1

Vorbereitung

Septemb. 44.

## Verbrenungsanalyse von diesen Ölen.

Katzenpflanzöl, Einwaage 200 mg etwa, angefeuchtet durch Malozat, Ab-  
schlung Pöthy. Höchstgrad der mittel mehrte Verbrenungen, oft  
Daueriger. Methode nicht genau genug.

Olefine  $C_m H_{2m}$  haben alle den gleichen Wert d.h.  $16,7 H_2/100 C$ .

	Verzuchs- Nr.	Verbrenung ergibt $\rho$			
		C %	H <sub>2</sub> %	C+H <sub>2</sub> %	H <sub>2</sub> zu 100 C
Fe Kreislaufbenzin Fr. 60-200°, mit Zink geeignet, Rohöl, Jodzahl = 43, mittel nachbehandelt	3698/1	83,60	14,53	98,13	17,4
Co-Kreislaufbenzin Fr. 60-200°, mit Zink geeignet, Rohöl, Jodzahl = 25, mittel nachbehandelt	3699/1	85,23	14,62	99,85	17,21
Co-Kreislaufbenzin Fr. 60-200°, mit Zink geeignet, Rohöl, mittel nachbehandelt, Jodzahl = 4	3699/4	85,28	14,53	99,81	17,02
Fe-Kreislaufbenzin Fr. 60-200°, mit Zink geeignet, Rohöl, mittel nachbehandelt, Jodzahl = 5	3698/4	85,04	14,44	99,48	16,95
Brackbenzin Fr. 60-200° (Nr. 3683) mit Tonöl + Natriumsulfat geeignet; Öl mittel nachbehandelt, Jodz = 45	3696/1	78,44 78,01	13,73 14,23	100,17 100,24	15,89 16,54
Brack Fr. 60-200° (Nr. 3683) mit Tonöl + Natriumsulfat geeignet; Öl mit Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> nachbehandelt. Jodz. = 3	3696/4	85,40	14,37	99,77	16,83
Brack Fr. 3683 mit 7 Stufen polymeri- sation. mittel nachbehandelt, mittel nachbehandelt. Öl nachbehandelt. 2. Stufe Jodz = 45	3776/2	85,71	13,25	98,96	15,47
4 3. Stufe Jodzahl = 59	3776/3	86,21	13,53	99,74	15,70
" 5 " " " = 56	5	85,58	14,23	99,81	16,62
" 6 " " " = 42	6	85,72	14,30	100,02	16,68
	%	5,2			

1678

Olefine  
3. 3. 36.

Analyse von wasser 80 u Schwefelwasser  
an 32 65-85°

4,5 l Benzol 65-85°C mit 33,5 Vol.-% Olefinen flon zusammen  
mit 607 g 80 gew.-% S. wasser = 1,2 mole ~~Wasser~~ <sup>Wasser</sup>: 1 mol Olefin  
im Sauerstoff. Zirkulation 1/2 H<sub>2</sub> + 1/2 H<sub>2</sub> mit 2 H<sub>2</sub> O Re-  
aktion. t = +40 bis +45°C.

Im Schwefelwasser getrennt:

I) Sauerwasser

657 g = 440 cm<sup>3</sup> d = ca 1,50  
Gewichtszunahme = nur 50 g  
600 g bis zur Zersetzung, in Bildung sind 2  
Schichten.  
unter Wasser 1150 g = 800 cm<sup>3</sup> <sup>Wasser</sup>  
oben Alkoholdestillat, wenn man  
ohne Wasser die H<sub>2</sub>O Destillation aus-  
führt. 113 g = 120 cm<sup>3</sup>  
Am Alkoholdestillat erhalten  
flüssig 69 g = 87 cm<sup>3</sup>

abgezogen 65 g = 83 cm<sup>3</sup>  
davon Benzol 52 g = 70 " } +  
Wasser 117 g 153 cm<sup>3</sup>

Destillation:

bis 100°	15g	=	13 gew.-%
100-120°	75	=	13 "
120-135°	18	=	16 "
135-145°	29	=	26 "
145-155°	13	=	11 "
> 155°	24	=	21 "
	<u>114g</u>		<u>100 gew.-%</u>

II) Benzolwasser

930 g = 1350 cm<sup>3</sup>  
Grundes H<sub>2</sub>O Destillat  
Rest 35 g = 40 cm<sup>3</sup>  
Destillat 883 g = 1295 cm<sup>3</sup>  
getrennt in Destillat:  
58-70° 169 g = 20,8 gew.-%  
70-80° 438 " = 54 "  
80-90° 87 " = 10,7 "  
90-100° 65 " = 8 "  
> 100° 53 " = 6,5 "  
812 g

Ergebnis:

Die Alkoholwasserbenzol  
Analyse ist voll genug.  
Statt 226 g (wie Nr 1653) nur  
60 g Alkohol 120-155°

3794

p2

Untersuchung  
Sept. 44

Kerosin- Mtl.	Verbrennungsgas P				
	C %	H <sub>2</sub> %	C+H <sub>2</sub> %	H <sub>2</sub> zu 100 P	
Brightstock V <sub>50</sub> = 50° E aus Brack- benzin, K 1988 unbehandelt	3484	85,82	14,28	100,10	16,64
C7 aus norm. Brackbenzin, fahle Fern- destillat 94-95°, mit Na getrennt. Synthese 0°C 10h, 50° 1h, 70° 1h.	3678/6	85,31	14,54	99,85	17,05
Fraction Co-Kreislauf Nr. 2 in Uhr vorhan- den C7, Öl V <sub>50</sub> = 11,1° VP = 1,79 Zudemtl = 34	3647	85,52	14,29	99,81	16,72
dgl. C70 V <sub>50</sub> = 10,1° VP = 1,64 Zudemtl = 10	3668	85,08	14,63	99,71	17,18
dgl. C14, V <sub>50</sub> = 8,4° VP = 1,49 Zudemtl = 26	3680	84,90	14,65	99,55	17,25

früher Strohblätter auf, alle  
Pflanzen, nicht.

Kurze

Legierungsstärke

Fruchtbarkeit

~~Pflanzen ...~~ ... ~~... nicht ...~~ ... ~~... Strohblätter ...~~ ... ~~... alle Pflanzen ...~~ ... ~~... nicht ...~~ ... ~~... Kurze ...~~ ... ~~... Legierungsstärke ...~~ ... ~~... Fruchtbarkeit ...~~ ...

Schleimflüssigkeit

...

Fruchtbarkeit

bei reifen Tieren weiß, stark braun mit geringe ...



## Raffination des Kreislaufbenzins in der Ölraffinerie.

Entfernung des alkoholischen Bestandteiles des C<sub>6</sub>-Kreislaufbenzins  
fr. 60-200° durch Fällfällern des Dampfes über aktives Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Die Alkohole werden, unter Zwischenbildung von Alkolen, durch  
Dehydrierung in Olefine + Wasser aufgespalten. Als Katalysator  
dient Tonerde (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), die unter besonderen Bedingungen hergestellt  
wird: Man füllt Al(OH)<sub>3</sub> aus verdünnter Aluminiumchloride mit  
Cl<sub>2</sub> bei 25-35°, mischt zum filterten Produkt getrocknete,  
stückartige Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, formt und calciniert bei 400°.

Für die Vorbehandlung ist die Temperatur so zu wählen,  
dass die OH Zahl im Benzol möglichst hoch gerät, aber andererseits  
Umschichtung, aber eine schlechte Tolkhöhe des Öles vermieden  
wird. Die frische Kontakt ist empfindlich; abgerast man  
aber beim Einführen die Kontakttemperatur allmählich auf die  
normale Höhe von etwa 330-350°C, so nehmen die Tolkhöhen  
des aus dem raffinierten Benzol gewonnenen Öle bald einwand-  
freie Werte an.

Die Wiederbelegung des Kontaktes, die etwa alle 10 Tage  
notwendig ist, erfolgt mit Luft, bei 300°, und macht im  
Laboratoriumsversuch keine Schwierigkeit. Ein Gramm sind  
2 Tonerde für 400cc Benzol; die eine spaltet die Alkohole auf,  
die andere wird mit Luft regeneriert. Damit bei dieser  
Temperatur nicht bis 1000° steigt, wird stark mit Rauchgas  
verdünt, von dem ein Teil im Kreislauf direkt durch  
Wärmeübertragung geteilt wird.

Ein 50 kg-jähr, etw. Dampfer (M 3280), in dem die  
Benzinfraktion 60-200° direkt auf die Tonerde auftrifft, ergab:

bei  $\beta$ P Zahl = 05%, OH Zahl = 24,  $f$  = Bz durchsatz je Std.  
: Reaktionsraum = 320 : 300 = 1,07 Folgendes:

1648/2.

Die wässrige Schicht aus Antipyrin wurde auf +20°/atm. dest. m. lieferte eine Alkoholschicht, von der 28 cm zwischen 130° u. 150° überging.

Ergebnis:

Der Versuch zeigt, dass der Diester schwer zu versapfen ist (wahrscheinlich würde gutes Putzk die Versapfung sehr fördern). Die Versapfungen der verschiedenen Funktionen zeigen, dass überall noch unversapfte Reste Diester vorhanden waren. Die Giftigkeit des Dinitroxylnitrats machte sich bemerkbar.

Die ist Benzolloslich.

P. P

Über 147g  $Al_2O_3$  wurden als Dampf 315,68l Flüssigkeit geleitet d. h. durch 1 kg Tonsteinkontakt 2140l Benzin raffiniert. Off Zahl meist  $< 0,5$ , m-el Ausbeute = 52,5%.  $V_{50} = 11,5^\circ$  VpH = 1,61. -

In dem weiteren Versuchsablauf wurde aus betriebs-technischen Überlegungen von zeitlicher Regeneration des Kontaktes abgesehen. Es empfiehlt sich eine gute Auswaschung des Hydrats, das ein alkaliarmer Kontakt höhere Aktivität besitzt. Die günstigste Calcinations-temperatur beträgt  $400^\circ$ ; ein abgeschlossenes Dauer-<sup>Welding</sup>versuch liegt <sup>noch</sup> nicht vor. Hiedbei besteht eine bei  $700^\circ$  gegliederte  $Al_2O_3$ -Probe (84 Tage <sup>bis zur Endprüfung</sup> mit 10 mg je kg  $3,7 m^3$  Benzin. Ein bei  $1200^\circ$  tofgebranntes Material ist unbrauchbar.

Die Durchsatzgeschwindigkeit kann mit  $f = 1 - 1,5$  gewählt werden, wenn die Off Zahl in die Größenordnung von 45 liegt. Die Alkoholauflagung befördert eine Temperatur von etwa  $350^\circ$ ; Desaktivierung tritt etwa ab  $370^\circ$  ein.

Die mit dem Gebrauch fortschreitende Dunkelfärbung des Ton-<sup>ganzen</sup>erdekorpus von grau bis schwarz beeinträchtigt dessen Wirksamkeit nicht; indessen scheidet sich zwischen dem Kontaktschwermetall-<sup>reinigung</sup>schicht-Zusatzpräparat ab, die ~~Abt. über an sich~~ geringen Menge dem Ofen verstopfen. x)

Die Verstopfungsgefahr kann nicht durch voranpflegen-  
de Neutralisation des Benzins verringert werden.

Am besten werden die Katalysatorkörper Abscheidungen in einem vorgelagerten, auf  $350^\circ$  gehaltenen Verdampfer abgefangen.

Es gelang nicht, die Off Zahl dauernd und ganz auf Null zu senken; eine Off Zahl von 2 erwies sich als untragbar, da der Ablauf der Alkylation gestört wird; der Mittelwert muss unter 1 liegen. Vor der Alkylation muss das ~~wichtig~~ raffinierte Benzin noch über Natriumhalbe bei  $200^\circ$  neutralisiert werden.

x) Gute Reaktionsfähigkeit des Tonsteins kommt sich auch durch verstopfte Kohlenstoffatome zu.

1665/24 18.

Korrosion

Flusskalttest auf Kalkwasser-Komplexion.

Sept. 36.

Anordnung wie 1665/2-17. 150l/Hd. = 10,1 cm Stromung  
 geschwindigkeit. Dauer 7 Tage = 168 Hd. 5.-12. Sept. 36.

Temperaturen:

1. Tag	30. - 33°	Ø = 31,2°
2.	29,5 - 31	= 30,4
3.	28. - 30	= 28,9
4.	29 - 30,5	= 29,5
5.	27,5 - 31	= 29,6
6.	28. - 32	= 29,7
7.	27 - 32,5	= 29,6

Mittel  
 27,0 bis 33,0 =  
29,9°C

Die 3 Blöcke nach 1 x gebirgt. Zum Schluss mit kohlensäurehaltiger Hd  
 gleichmäßig

	Mr. 1	2	3
Ausgangsgewicht	80,3639	74,4446	76,5100
oberfläch.	52,6	52,4	51,8
gers. Verlust wj	110,3	102,6	120
- wj je m <sup>2</sup>	125	117	138
im Mittel 127 wj/m <sup>2</sup> L			

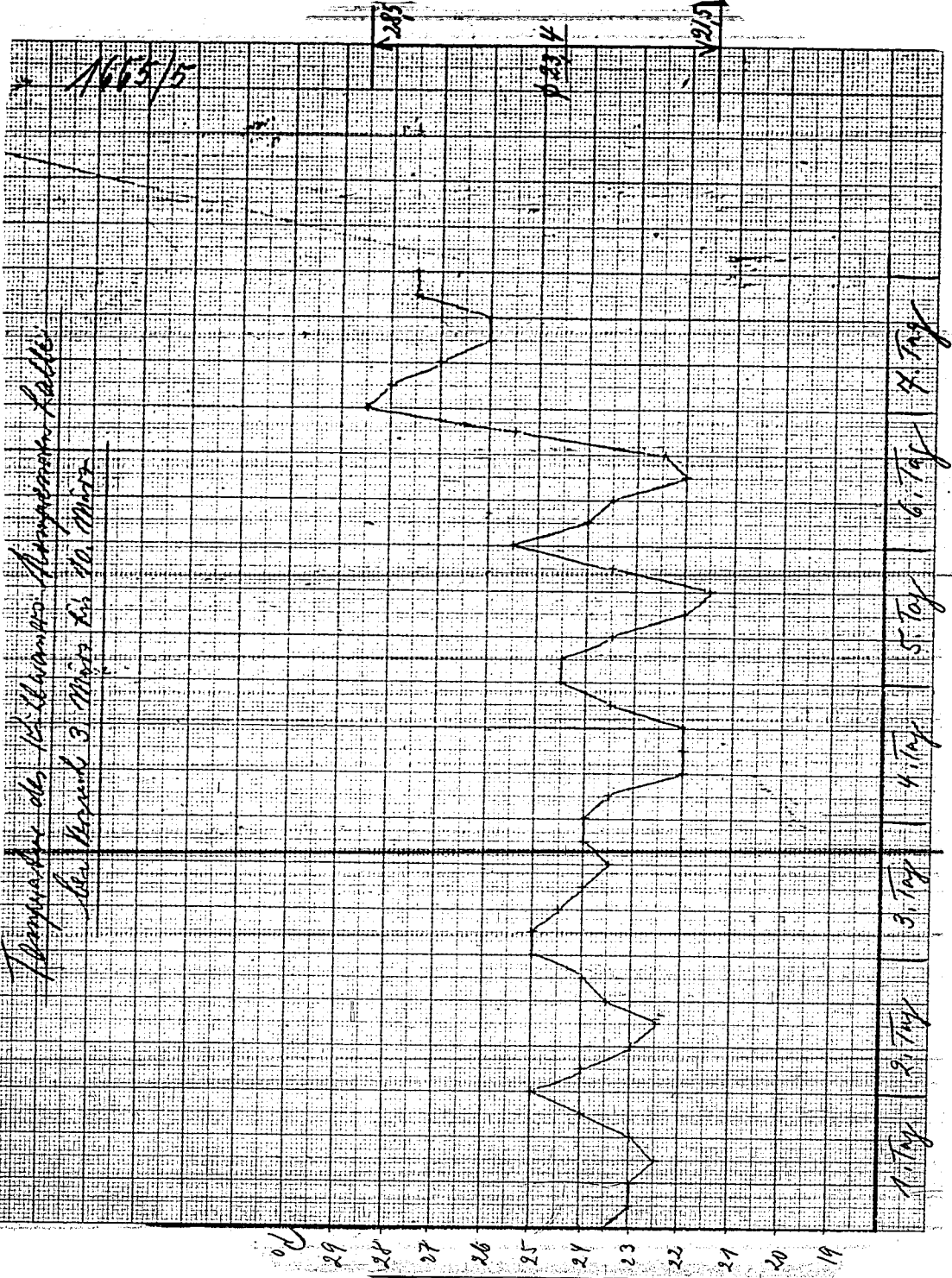
Wasseranalyse.

O <sub>2</sub> = 7,3 7,2 wj/l	Sulf. Link 14,5 Dtt
fr. Cl <sub>2</sub> = 0,99 "	Calc. " 3,4
Bicarb. Cl <sub>2</sub> = 64,66 "	gesamtl. Link <del>102</del> 177,9
pH = 9,0 9,0 9,0 9,0 9,0 9,0	Cl 135 wj/l
	SO <sub>3</sub> 177
	Fe 7,1
	Zind. m. 717
	Methan. N <sub>2</sub> 8,4 wj/l
	Ammon. N <sub>2</sub> 4,2
	gesamt N <sub>2</sub> 12,6
	pH = 9,0

*Handwritten signature*

Ein Vergleich durch folgende <sup>in der Kette</sup> Syntheserichtungsbeziehung:

	<u>Benzin</u> <u>nicht neutralisiert</u>	<u>Benzin</u> <u>neutralisiert</u>
Versuchsnummer	3667	3668
SP Zahl cm	60%	59%
Zahl der Synthesen	16	22
at 43/100 Benzine	2,3%	2,2%
n-öl Anteile	46,6%	50,1%
" Vst	16,5°E	14,8°E
" VP	1,70	1,70



# Fehl

Polymersint

Synthese 1. Stufe bei Synthese aus  $\text{Prachol}$  bzw. Kreislaufbenzol

Einfluss der Neutralisation auf die Synthese

Schwerpunkte bei <sup>hoch</sup> ~~hinter~~  $\text{V}_{50}$  of Prachol (b) Kreis  $\text{C}_7$  u.  $\text{C}_8$

Merkmale Stabilität von Kreis  $\text{C}_7$ -olefin ohne u. mit  $\text{AlCl}_3$ -Hand  
behandlung

große Trimmel 2,5 große Schlagkörper

Füllung 8 kg Schollen je 10 Men 4 kg frisch bereitete

Fest u. Grottkorn  
3,8  
3,27  
4,56  
4,14  
3,9  
5,-

Schmelze ca 115°

24,67 = 0,4,10 kg pro Men  
Korn mäßig weich

Hebanalyse 24% < 0,5  
76% < 1,5 > 0,5

Rückstand: 2,9 kg in großen mürben Bröcken

kleine Trimmel 27 mittlere Schlagkörper } = 70,78 kg  
13 große

a) Füllung 4 kg je 2 Men ca 2 kg frisch bereitete Schollen

Nach 18 Men 14,73 kg Fest u. Grottkorn

0,820 kg pro Men = 4,9, 2 kg fest  
Korn weich

Hebanalyse 31% < 0,5  
69% < 1,5 > 0,5

Rückstand: ca 500 gr

b) Füllung 4 kg je 2 Men ca 1,1 kg <sup>etwas feuch</sup> alte abgekühlte Schollen

Nach 20 Men 9,20 kg Fest u. Grottkorn

0,460 kg pro Men Korn mittelhart

Hebanalyse 20% < 0,5  
80% < 1,5 > 0,5 Rückstand kleine Bröcken