

2744 - 30/5.05 - 53

Gr/Ba. den 21.11.38

Vergleichende Untersuchungen des Benzins der I. und II. Stufe bei Betrieb der Synthese mit einer Aktivkohle-Anlage nach der II. Stufe.

Der Vergleich der auf den verschiedenen Werken erzielten Ausbeuten in den letzten Monaten läßt erkennen, daß die Bildung an Flüssigprodukten auf allen Anlagen annähernd die gleiche ist, unabhängig davon, ob mit je einer Aktivkohle-Anlage nach jeder Stufe oder wie bei Rheinpreußen mit einer Aktivkohle-Anlage allein nach der II. Stufe gearbeitet wird. Das beweist die Unabhängigkeit der erzielbaren Ausbeuten von der einen oder anderen Schaltweise. Dagegen läßt sich aus den Betriebsresultaten der verschiedenen Anlagen nicht mit Sicherheit schließen, ob die Natur der Produkte, wie Siedelage und Olefingehalt, durch die beiden verschiedenen Fahrweisen beeinflußt wird. Es wurden deshalb hier vergleichende Untersuchungen des Benzins der I. und II. Stufe durchgeführt, unter Berücksichtigung der vorgenannten Fragen.

Zu diesem Zweck wurden in den letzten Monaten mehrfach gleichzeitig mit je einem Aktivkohle-Adsorber aus der Endgasleitung I. Stufe (nach Kondensation I) und aus der Endgasleitung II. Stufe (nach Kondensation vor Aktivkohle-Anlage) Benzinproben aus den Gasen entnommen. Die Kohle wurde in üblicher Weise unter Nachschaltung tiefgekühlter Abscheidegefäße ausgedämpft und das Benzin und das Gasol getrennt aufgefangen. Gleichzeitig wurde das CO:H_2 -Verhältnis im Synthesegas I. St. und Synthesegas II. St. sorgfältig kontrolliert, und die in der Synthese herrschenden Kontraktionen durch N_2 -Feinbestimmung festgestellt. Da der Vergleich der auf diese Weise gewonnenen Benzinproben durch wechselnden Gehalt an gelöstem Gasol und wechselnde Siedelage keine zuverlässigen Vergleichsmöglichkeiten bot, wurde der Vergleich auf die von 60-70° siedenden Hexanfraktionen der verschiedenen Benzine beschränkt. Die Benzine lassen sich mit Hilfe einer Feinfraktionierkolonne sauber in treppenförmiger Siedekurve in eine Pentan-, -Hexan-, -Heptanfraktion u. s. w. zerlegen. Die Menge der dabei gewonnenen Hexanfraktion wurde sorgfältig bestimmt und aufgrund einer Bestimmung von Refraktion, Molekulargewicht und Jodzahl (nach Kaufmann) der Olefingehalt genau gemessen. Die auf diese Weise gewonnenen Resultate sind in der nachstehenden Tabelle I zusammengestellt.

Tabelle I

Versuch Nr.	Dat.	Sy-Gas I CO:H ₂	Sy-Gas II CO:H ₂	Kontraktion aus N ₂ -Feinbest.	
				1. Stufe %	1. & 2. Stufe %
1	2. 9.38	1,92	1,87	53	66
2	7.11.38	1,97	2,08(!)	54,5	70,6
3	9.11.38	1,94	1,88	58,2	70,8
4	11.11.38	1,95	1,95	59,5	71,0

Hexan - F r a k t i o n

	Dat.	aus Benzin I. Stufe		aus Benzin I. u. II. Stufe	
		Vol. % des Benzins	Olefine %	Vol. % des Benzins	Olefine %
1	2. 9.38	15,5	43,4	21,5	39,4
2	7.11.38	18,2	43,8	23,1	31,1(1)
3	9.11.38	18,5	44,5	22,0	37,1
4	11.11.38	18,2	43,8	23,0	36,0

Daraus ist zu erkennen, daß das CO:H₂-Verhältnis im Sy-Gas I. St. im Durchschnitt höher war, als im Sy-Gas II. St. Danach war für das Benzin aus der II. Stufe ein höherer Olefingehalt zu erwarten, so daß auch das Gemisch der Benzine beider Stufen einen höheren Olefingehalt hätte ergeben müssen. Das Gegenteil ist der Fall. Trotz eines niedrigeren CO:H₂-Verhältnisses ist der Olefingehalt der Hexanfraktion um einige Prozente niedriger als die entsprechende Fraktion des Benzins I. Stufe. Ein besonders erheblicher Abfall des Olefingehaltes tritt, wie der Versuch vom 7.11.38 zeigt, dann ein, wenn das Sy-Gas II. Stufe eine Zunahme des CO:H₂-Verhältnisses erfährt.

Da im Endgas II. Stufe infolge der höheren Konzentration an Benzindampf die Abscheidemöglichkeiten in der Kondensation größer sind, ist die gefundene Gesamtmenge des je cbm eingesetzten Sy-Gases aus der ersten und aus der zweiten Stufe gewonnenen Benzins nicht miteinander zu vergleichen. Die in den beiden Benzinproben enthaltenen Hexanmengen zeigen bereits den Unterschied, auch ergibt das Benzin der ersten Stufe bei der Siedeanalyse einen beträchtlich höheren Gehalt an höhersiedenden Bestandteilen als das Benzin aus der II. St. Um Vergleichsmöglichkeiten der Ausbeute an Benzin der I. und II. St. zu gewinnen, wurden wieder die einzelnen Hexanfraktionen zugrundegelegt. Aus dem Gehalt an Hexanfraktion im Benzin nach der I. Stufe und im Benzin nach der II. Stufe ergeben sich folgende Ausbeuten, die je 1 cbm Sy-Gas I. St. an C₆-Kohlenwasserstoffen gewonnen wurden.

Tabelle II

Versuch Nr.	Dat.	gefunden		errechnet
		C ₆ -Kohlenwasserstoffe 1.St. g/cbm	1.+2.St. Sy-Gas I	
1	2. 9.38	6,1	9,5	7,6
2	7.11.38	7,5	10,4	9,7
3	9.11.38	10,4	10,3	12,6
4	11.11.38	7,9	9,9	9,4

Gegenüber den gefundenen Ausbeuten an C₆-Kohlenwasserstoffen nach beiden Stufen zusammen ergibt die Berechnung des Hexangehalts nach der II.Stufe aufgrund des Hexangehalts nach der I.Stufe und der Zunahme der Kontraktion die in der 3.Spalte der Tabelle II angeführten Werte. Man erkennt daraus, daß die Hexanbildung in den meisten Fällen in der II.Stufe stärker in den Vordergrund tritt, als es der Berechnung bei Annahme einer Parallelität zwischen Kontraktion und Hexanbildung entspräche. Von einer bevorzugten Polymerisation der in Stufe I gebildeten niedrigeren Benzin-Kohlenwasserstoffe zu höhersiedenden Kohlenwasserstoffen in Stufe II kann daher nicht die Rede sein. Es ist im Gegenteil auch die sonst übliche Verschiebung der Siedelage nach leichtersiedenden Bestandteilen hin zu beobachten, die ihre Ursache in dem inertenreicheren Gas und höherem Alter der Kontakte in der II.Stufe haben wird.

Zusammenfassend ergeben die Untersuchungen im Betriebe bisher, daß die Fahrweise mit einer Aktivkohlestufe und zwei Synthesestufen eine Verarmung an Olefinen verursacht, dagegen bleibt die Siedelage des in der I.Stufe gebildeten Benzins bei Durchgang durch die II.Stufe unverändert.

Grünwald

Untersuchung der Oxidation Stufe I und II.

7. 11. 38

	I. Stufe	II. Stufe
Durchgeleitetes Gas	1000 l	1170 l
O ₂ -Ausbeute	nicht quantitativ	177.5 g

= 45 g / m³ S₂-gas

Gasanalysen

	CO ₂	CnHm	O ₂	CO	H ₂	CH ₄	CnH2n+2	N ₂	CO:H ₂	B-Zahl	H ₂ -Fein
Sy-Gas I	9.2	0.1	0.2	27.5	54.0	1.0	—	8.0	1:1.96	—	7.75
E-Gas I	21.9	0.4	0.1	15.1	32.7	—	12.2	17.6	1:2.08	1.43	17.04
E-Gas II	30.2	0.4	0.3	5.1	15.2	—	22.4	26.4	1:2.98	1.13	26.39

Kohlaktion

	I	II	Gesamt
CO ₂	58.0 %	27.4 %	69.6
N ₂	54.5 "	35.5 "	70.6

9. 11. 38

	I. Stufe	II. Stufe
Durchgeleitetes Gas	1067 l	938 l
O ₂ -Ausbeute	150.3 g	147.7 g

= 47 g / m³ S₂-gas

Gasanalysen

	CO ₂	CnHm	O ₂	CO	H ₂	CH ₄	CnH2n+2	N ₂	CO:H ₂	B-Zahl	H ₂ -Fein
Sy-Gas I	9.7	0.1	0.1	27.1	52.5	0.9	—	9.6	1:1.94	—	8.49
E-Gas I	21.4	0.5	0.2	16.2	30.5	—	10.3	20.9	1:1.88	1.32	20.32
E-Gas II	29.2	0.1	0.2	7.9	13.3	—	19.5	29.8	1:1.68	1.13	29.16

Kohlaktion

	I	II	Gesamt
CO ₂	54.7 %	26.7 %	66.8 %
N ₂	58.2 "	30.2 "	70.8 "

11. 11. 38

	I. Stufe	II. Stufe
durchgelassenes Gas	1081 c	815 c
Pro. Ausbeute	118.9 g	121.0 g

435 / - 1/2 gert

Gasanalyse

	CO ₂	CO	H ₂	CH ₄	N ₂	CO: H ₂	C-Zahl	H ₂ Teil		
Sy-Gas I	8.9	0.1	0.2	37.4	53.5	1.7	8.0	1:1.75	-	7.75
E-Gas I	24.2	0.3	0.2	15.2	29.7	11.8	18.6	1:1.5	1.14	19.17
E-Gas II	35.6	0.2	0.1	5.1	12.2	19.2	26.6	1:2.0	1.03	26.74

Kohlstoffsäure	I.	II.	gesamt
CO ₂	63.2 %	33.0 %	74.8 %
H ₂	59.5	29.4	71.0

Fraktion +0 - 70°

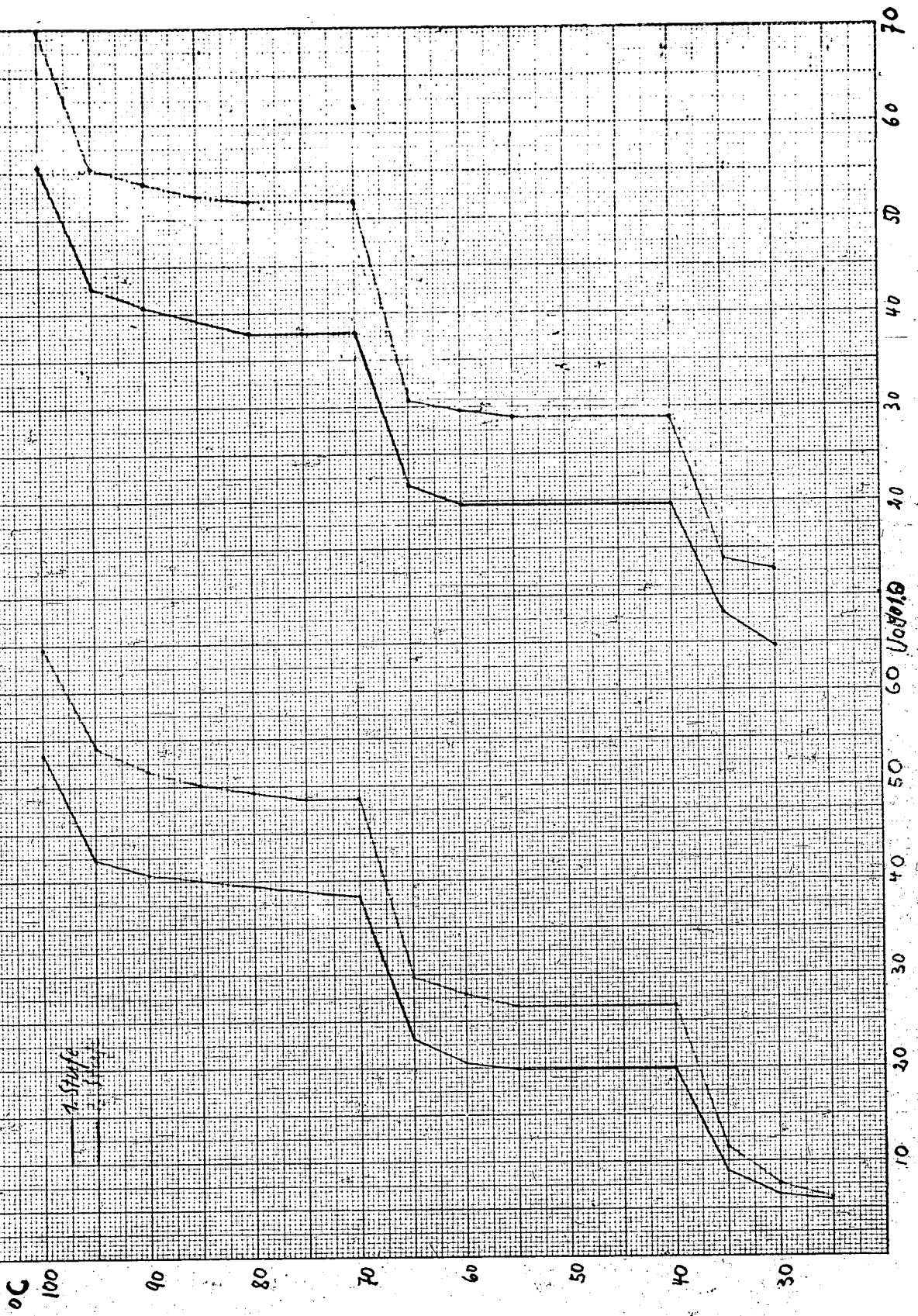
	Vol %	Mol-Gew.	Cat-Zahl	% Kohlen
7. 11. 38.				
I. Stufe	18.2	83.0 - 83.2	134.0	43.8
II. Stufe	23.1	83.7 - 84.0	94.2	27.1
9. 11. 38.				
I. Stufe	18.5	83.0 - 83.5	135.5	44.5
II. Stufe	22.0	83.5 - 84.0	112.5	37.1
11. 11. 38.				
I. Stufe	18.2	83.3	133.6	43.8
II. Stufe	23.0	84.0	109.0	36.0

Die Gaseanalyse von Proben vom 9. mit 11. November ist aus der beigefügten Zeichnung zu ersehen. Die Destillation des Versuches vom 7./11. ist nicht kurvenmäßig ausgewertet worden.

17/11. *Loe*

Benzindestillation - Versuch I vom 9.11.38

Versuch II 17.12.38



Werte vom 2.9.38. 14⁰⁰ - 18⁰⁰

	Luftgas 2. St.	Endgas 1. St.	Endgas 2. St.
CO ₂	10.1	17.9	27.8
Cu.Hm	0.1	0.2	0.6
O ₂	0.1	0	0.1
CO	26.6	18.2	9.3
H ₂	51.1	33.7	19.2
CH ₄	4.6	14.4	21.2
N ₂	8.4	15.7	21.8
CO:H ₂	1:1.92	1:1.87	-
N ₂ Feinbest	7.3	15.17	21.23
C-Zahl	-	10.7	11.0
Cu.Hm Feinbest	-	0.150	0.460
N ₂ Kontraktion	-	53.0	28.6

gesamt Verb. 66%

	Gasdurchsatz in ltr.	Reinigung Bi-Rückbeleg %	Gasöl R-K Betrieb %
I. Stufe bei auf 1. Stufe	812	87.4	81.4
II. Stufe bei auf 2. Stufe	853	131.5	87.8

Gasöl einlage	CO ₂	Cu.Hm	O ₂	CO	H ₂	Wasserd.	N ₂	C-Zahl
R-K Betrieb I. Stufe	43.0	9.0	1.6	5.3	3.9	13.4	13.8	3.70
" II. Stufe	38.6	10.4	0.7	1.8	1.0	36.9	10.6	2.70

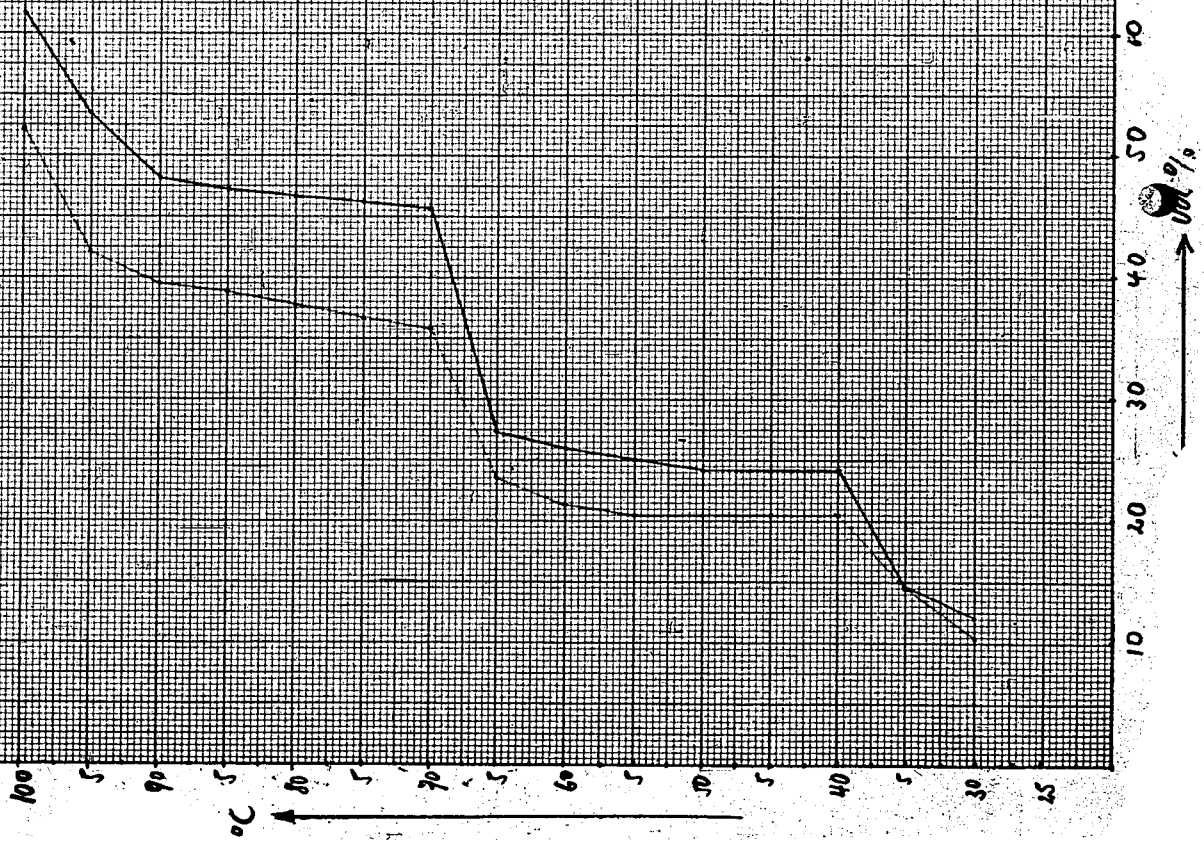
Distillation

	I. Stufe vol%	II. Stufe vol%
Siedebeginn	20 °C	20 °C
bis 30 °C	10.3	12.0
5	14.4	14.5
40	20.5	24.4
5	-	-
50	-	-
5	-	25.0
60	21.3	26.0
5	23.6	27.3
70	35.8	45.8
5	36.7	46.2
80	37.7	46.6
5	38.7	47.2
90	39.5	48.0
5	42.1	53.4
100	54.2	61.7
Verlust	13.8	13.3

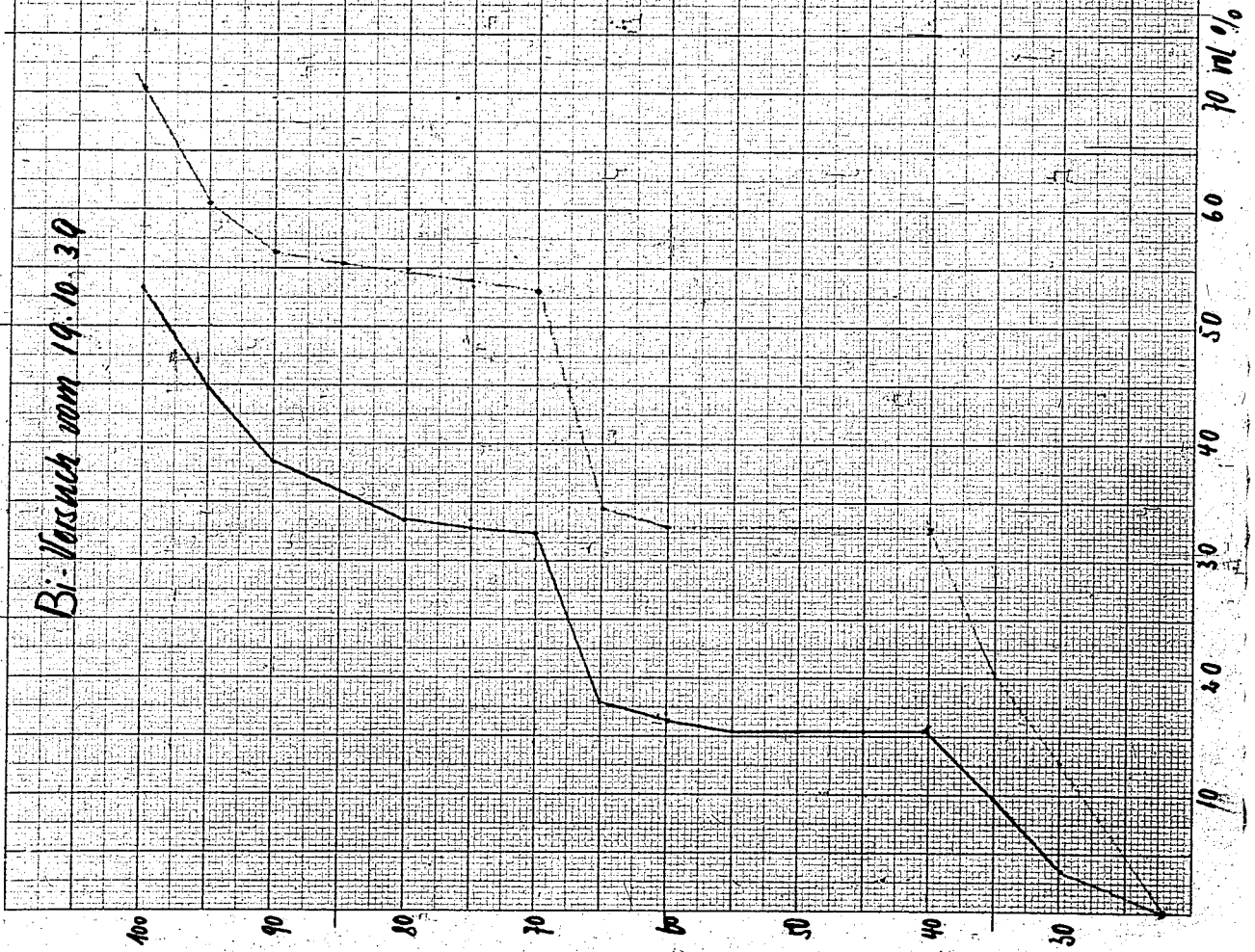
Fraktion 40-70 °C	Mol.-Gew.	Jod-Zahl	% Olefine
I. Stufe	82	134.5	43.4
II. Stufe	83	120.5	39.4

Benzin-Destillation Versuch 4/9 38

— B1: 1. Stufe
— B2: 2. Stufe



Bi-Versuch vom 19.10.30



— FK-BI

Rückstand = 246 %
Verlust = 220

Mol-Fern = 83,6 JZ = 111, % Oxydation

— Bi-Fern

Rückstand = 144 %
Verlust = 15,6

Mol-Fern = 83,3 JZ = 119, % Oxydation