

NPA.17

**START**

---

CODE DESIGNATIONS  
AND ROLL NUMBER

REEL NO. **LF-63**

GENERAL SUBJECT  
MISCELLANEOUS REPORTS  
ON

HYDROMINATION, HYDROGENOLYSE REFINERY LABORATORIES, I. G. FARBER A. G.

REEL NO. 121

Source of Documents: Griegheim Central I. G. Library

Folder Nos: S-15/III-A-6,5,7,9  
S-15/II-E-8,1,5,3  
S-15/II-L-3,4,9,11,10  
S-15/II-B-11

Filed by: JIOA

Date:

REEL NO.

INDEX

FRAME NOS.

- I. Hochdruckverfahren Laboratories: Miscellaneous Office Reports and Papers. Folder No.: S-15/III-A-6.
1. Verarbeitung von Mittelölen über Dehydrierungs-kontakten III. Verarbeitung von Verhydrierungs- und Aromatisierungsmittelölen über Kontakt 8147.  
Working of middle oils over dehydrogenation catalysts III; Working of pre-hydrogenation and aromatization middle oils over catalyst 8147. 1 - 7
  2. Aromatisierungs-Kontakt für 600 at aus gebrauchtem 6434.  
Aromatization contact for 600 at from previously used 6434. 8 - 16
  3. Bericht über die Besprechung von apparativen Anordnungen des Grossversuches in Kammer 804.  
Report on the conference establishing the arrangement of apparatus for the large scale experiment in chamber 804. 17 - 20
  4. Benziniierungskontakte mit HF-behandelter Tonerde als Träger.  
"Benziniierung" catalysts with HF-treated alumina (clay) as carrier. 21 - 25
  5. Erfahrungsaustausch bezüglich Untersuchungsmethoden am 10.6.1941 i. Lu.  
Exchange of experience in analytical methods at Ludwigshafen, 10 June 1941. 26 - 34
  6. Bestimmung des Aromatengehaltes von Benzin nach der Anilinpunktmethode.  
Determination of the contents in aromatics of gasolines according to the aniline point method. 35 - 42
  7. Verschrift zur Ermittlung des Aromatengehaltes von Benzin nach der Anilinpunktmethode.  
Direction for the determination of the aromatics-content in gasolines by the aniline point method. 43 - 47
- II. Hochdruckverfahren Laboratories: Miscellaneous Office Reports and Papers. Folder No.: S-15/III-A-5.
1. Herstellung von DHD-Benzin aus 5058/6434-Benzin Scholven in Ludwigshafen a. Rh., Kammer 504.  
Production of DHD-benzine from 5058/6434 gasoline Scholven at Ludwigshafen, chamber 504. 48 - 87

REEL NO.

FRAME NOS.

2. Dehydrierung von Aromatisierungschwerbenzinen.  
Versuche im 1 ltr.-Ofen mit K 7994 (leichte  
Tonerde plus 2% MgO plus 12% MoO<sub>3</sub>).  
Dehydrogenation of aromatization heavy gasolines.  
Tests in the 1 ltr. furnace with K 7994 (light  
alumina (clay) plus 2% MgO plus 12% MoO<sub>3</sub>). 88 - 99
  3. Über den Einfluss des Mittelölgehaltes im Anreiböl  
auf die Zusammensetzung der neugebildeten Produkte  
beim Fahren der schlesischen Kohle K 1197 in  
verschiedenen Fahrweisen.  
The influence of the middle oil contents in  
the diluent oil on the composition of the newly  
formed products during the treatment of Silesian  
coal K 1197 under various conditions. 100 - 107
  4. Schema Alkylat-Anlage.  
Flowsheet of an alkylation plant. 108 - 110
  5. Überladekurven und chemische Konstitution der  
Treibstoffe.  
Overload curves and chemical constitution of  
the fuels. 111 - 112
  6. Zur Frage der Verstickung von Chromstählen bei  
der Hochdruckbenzinsynthese und ihrer Verhütung.  
Nitride formation on chromium steels during  
the high pressure gasoline synthesis and its  
prevention. 119 - 122
  7. Die Versuche der Anic mit Fluoridkontakten.  
Experiments of the Anic with fluoride catalyts. 123 - 129
  8. Neue Verhydrierungskontakte durch Verdünnung des 5058  
mit ZnS.  
New pre-hydrogenation catalyts prepared by  
diluting 5058 with ZnS. 130 - 132
  9. Berechnung der Wärmetönung bei Dehydrierungs-  
reaktionen.  
Calculation of the heat of reaction in de-  
hydrogenation reactions. 133 - 142
- III. Hochdruckverfahren Laboratories: Miscellaneous Office  
Reports and Papers. Folder No.: S-15/III-A-7.
1. Der derzeitige Stand der Kohlenwasserstoffsynthese  
aus CO-H<sub>2</sub>-Gemischen.  
Present status of the hydrocarbon synthesis  
from CO-H<sub>2</sub>-mixtures. 143 - 153

REEL NO.

FRAME NOS.

2. Besprechung über Kohlenoxyd-Wasserstoff-Synthesen.  
Berlin, Länderbank, 1. Juli 1941.  
Conference on carbon monoxide hydrogen-syntheses.  
Berlin, Länderbank, 1 July 1941. 154 - 166
  3. Versuche zur Aufheizung von Kohlebrei.  
Tests on the heating up of coal paste. 167 - 185
  4. Aromatisierungsversuche bei 45 atm mit abklingendem Katalysator.  
Aromatization tests at 45 atm. with a catalyst of decreasing activity. 186 - 189
  5. Untersuchung eines Abschlammes aus Pechhydrierung Pöhlitz auf feste Aromaten.  
Determination of solid aromatics in a residue from pitch hydrogenation Pöhlitz. 190 - 192
- IV. Hochdruckverfahren Laboratories: Miscellaneous Office Reports and Papers. Folder No.: S-15/III-A-9.
1. Spaltung von Mittelöl- und Schwerölfractionen aus Erdöldestillaten über Dehydrierungskontakten.  
Splitting of middle and heavy oil fractions from crude oil pressure distillates over dehydrogenation catalysts. 193 - 213
  2. Untersuchung, Trennung und Hydrierung der Kohlegefügebestandteile (Lit.-Angaben).  
Analysis, separation and hydrogenation of the components of coal structure (Quotations from the literature). 214 - 226
  3. Aromatisierung von Steinkohleverflüssigungsmittelöl mit wechselnden Sumpfbenzinsätzen bei 600 atm über einem Bleicherdekontakt.  
Aromatization of bituminous coal liquefaction middle oil with additions of sump gasoline at 600 atm. over bleaching earth catalysts. 227 - 234
  4. Tonerde-Molybdän-Nickel und Tonerde-Wolfram-Nickel-Verhydrierungskontakte.  
Alumina (clay)-molybdenum-nickel and alumina (clay)-tungsten-nickel pre-hydrogenation catalysts. 235 - 237
  5. Hydrierungsversuche mit Kohlen verschiedener petrographischer Zusammensetzung in Drehauteklaven.  
Hydrogenation tests with coals of different petrographic composition in rotary autoclaves. 238 - 242

- 3 -

REEL NO.

FRAME NOS.

6. Bericht des Arbeitskreises für Qualitäts- und Planungsfragen.  
Report of the committee dealing with problems of quality and planning. 243 - 256
- V. Hochdruckverfahren Laboratories: Miscellaneous Office Reports and Papers. Folder No.: S-15/II-E-8.
1. Zusammenhänge zwischen Benzinierbarkeit von Ölen und deren Stickstoffgehalt.  
Dependability of the capability of oils to be "benziniert" on their nitrogen content. 257 - 265
  2. Unterschiede zwischen der Entparaffinierungsanlage in Lützkendorf und der Versuchsanlage in Lu.  
Comparison of the dewaxing plant at Lützkendorf with the experimental plant at Ludwigshafen. 266 - 270
  3. Herstellung von 20 000 mete L-Benzin bei Gelsenberg durch katalytisches Cracken.  
Production of 20,000 tons/mtn aviation gasoline at Gelsenberg by means of catalytic cracking. 271 - 274
  4. Einige Druckhydrierungsgleichgewichte, berechnet nach der Nernst'schen Näherungsformel.  
Some pressure hydrogenation equilibria, calculated by means of the approximation formula of Nernst. 275 - 277
- VI. Hochdruckverfahren Laboratories: Miscellaneous Office Reports and Papers. Folder No.: S-15/II-E-8.
1. Über die Bildung ungesättigter Kohlenwasserstoffe bei der Kohlenoxydhydrierung.  
The formation of unsaturated hydrocarbons in the carbon monoxide hydrogenation. 278 - 283
  2. Stand der DHD-Anlage Lu/Op und Pöhlitz.  
Present status of the DHD-plants Ludwigshafen/Opplitz and Pöhlitz. 284 - 295
  3. Kleinversuche zur Frage der Propanentparaffinierung.  
Small scale experiments in propane dewaxing. 296 - 318
  4. Erfahrungsaustauschbesprechung am 4. Dezember 1941 in Ludwigshafen/Rhein.  
Exchange of experience (conference) on 4 Dec. 1941 at Ludwigshafen/Rhein. 319 - 349

- 4 -

5. Niederdruckspaltung (50 atm) von Erdöl-a-Mittelölen.  
Low pressure splitting of (50 atm) petroleum  
middle oils. 350 - 369
6. Versuche zur Schmierölvverbesserung mit Kontakt 8376  
im 1 Ltr.-Ofen. Vergleich mit Kontakt 5058.  
Tests for the improvement of lube oils by means  
of catalyst 8376. Comparison with catalyst 5058. 370 - 382
7. Chemische Hochdruckverfahren.  
Chemical high pressure processes. 383 - 392

VII. Hochdruckverfahren Laboratories: Miscellaneous Office  
Reports and Papers. Folder No.: S-15/III-A-9.

1. Über Verfahren zur Herstellung klopfester Kohlen-  
wasserstoffe.  
Processes for the production of knock-resistant  
hydrocarbons. 393 - 408
2. Arbeitsweise der Entparaffinierungsanlage in  
Lützkendorf.  
Working method of the deparaffination plant at  
Lützkendorf. 409 - 411
3. Weitere Abschlammfiltrationsversuche mit verschiedenen  
Lösungsmitteln.  
Further sludge filtration tests with various  
solvents. 412 - 415
4. Spezifische Wärmen.  
Specific heats. 416 - 427
5. Zur Benzinierung von Kontakt 6434: Abhängigkeit von  
Vergasung, Leistung, Oktanzahlen usw. von Benzin-  
endpunkt und Durchsatz bei Erdölmittelöl.  
"Benzinierung" of catalyst 6434: Dependence of  
gasification, efficiency, octane numbers etc. on  
the gasoline end point and the through-put, using  
petroleum middle oil feed. 428 - 443
6. Temperaturmessung in den Sumpffaseöfen.  
Temperature measurement in the Sumpf phase  
furnaces. 444 - 446
7. Herstellung von DHD-Benzin aus 5058-Vorhydrierungs-  
benzin der Hydrierung Merseburg.  
Production of DHD-gasoline from 5058 pre-  
hydrogenation gasoline of the hydrogenation plant  
Merseburg. 447 - 480

REEL NO.

FRAME NOS.

8. Filtration von Hydrierabschlamm unter Zusatz von Sulfitablauge.  
Filtration of hydrogenation sludge with addition of sulfite lye. 481 - 483
9. Institute und Forscher in der Sowjetunion, die sich mit der Verarbeitung, besonders der Hydrierung von Kohlen, Teeren und Erdölen befassen.  
Institutes and research-workers in the U.S.S.R. who are engaged in the working up and particularly in the hydrogenation of coals, tars and petroleum oils. 484 - 485
10. Production figures of various hydrogenation plants during October 1941. 486 - 488
11. Propan-Filter.  
Propane filter. 489 - 490
12. Cyklohexan.  
Cyclohexane. 491 - 493
- VIII. Hochdruckverfahren Laboratories: Miscellaneous Office Reports and Papers. Folder No.: S-15/II-D-3.
1. Gasphase - Grossversuch 1939. Kammer 804. Verarbeitung von Steinkohleverflüssigungs-Mittelöl und Steinkohleteer-Mittelöl auf aromatisches Benzin CV 2b und CV 5b über Katalysator 7019 L 8.  
Gas phase, large scale experiment 1939. Chamber 804, Treatment of bituminous coal liquefaction middle oil and bituminous coal tar middle oil for aromatic gasoline CV 2b and CV 5b over catalyst 7019 L 8. 494 - 499
2. Aromatische Kohlenwasserstoffe in Hydrierprodukten.  
Aromatic hydrocarbons in hydrogenation products. 500 - 503
3. Polycyclische feste Aromaten aus Hydrierprodukten.  
Polycyclic solid aromatics from hydrogenation products. 504 - 512
4. Arbeiten zum Oxo-Verfahren.  
Concerns: Oxo process. 513 - 523
5. Vergleich des 10-Ltr-Kohleofens mit der Großtechnik.  
Comparison of the 10 ltr. coal furnace with large scale technique. 524 - 525

REEL NO.

FRAME NOS.

- IX. Hochdruckverfahren Laboratories: Miscellaneous Office Reports and Papers. Folder No.: S-15/II-D-4.
1. Über die Stabilität des Carbazols bei der Hydrierung.  
Stability of carbazol during hydrogenation. 526 - 527
  2. Polycyclische, aromatische Verbindungen in verschiedenen Teeren und Erdölen.  
Polycyclic, aromatic compounds in various tars and crude oils. 528 - 535
  3. Hydrierung von Anthracen Anthracenrückständen.  
Hydrogenation of anthracene residues. 536 - 538
  4. Zur Theorie des Abbaues von Kohlederivaten (Huminsäurederivaten) in Sumpf- und Gas-Phase.  
Theory of decomposition (dis-integration) of coal derivatives (humic acid derivatives) in Sumpf and gaseous phase. 539 - 544
  5. Löslichkeit von Coronen und Benzperylen bei 20°C.  
Solubility of coronenes and benzperylene at 20°C. 545
  6. Oxydationsversuche und Verwendung der Oxydationsprodukte nach dem Stand vom 1.4.1940.  
Oxydation experiments and use of oxydation products according to the stage reached on 1 April 1940. 546 - 550
- X. Hochdruckverfahren Laboratories: Miscellaneous Office Reports and Papers. Folder No.: S-15/II-D-9.
1. Richtlinien für die orientierende Untersuchung von Eischiefen.  
Directions for the orientating analysis of oil shale. 551 - 560
  2. Beobachtungen über Kontakte, insbesondere Crackkontakte.  
Observation on catalysts, particularly cracking catalysts. 561 - 565
  3. Alterungserscheinungen bei Isolierölen.  
Ageing symptoms of insulating oils. 566 - 574
- XI. Hochdruckverfahren Laboratories: Miscellaneous Office Reports and Papers. Folder No.: S-15/II-E-5.

REEL NO.

FRAME NOS.

1. Erfahrungsaustausch. Schmelzen innerhalb von in Betrieb gewesenen Benzin- und Kohlenöfen.  
Exchange of experience. Welding in the interior of used benzinization and coal furnaces. 575 - 580
  2. Über die Umwandlung hochmolekularer ungesättigter Kohlenwasserstoffe in Alkohole.  
The conversion of highly molecular unsaturated hydrocarbons into alcohols. 581 - 584
- XII. Hochdruckverfahren Laboratories: Miscellaneous Office Reports and Papers. Folder No.: S-15/II-D-11.
1. Ofen 504: Umstellung auf Regeneration.  
Furnace 504. Change to regeneration. 585 - 589
  2. Katalytische Verarbeitung schwerer Öle mit Kontakt 7360. 3. Wasserstoffverbrauch bei der Verarbeitung von Niedrigenergie Ölrückstand.  
Treatment of heavy oils over catalyst 7360. 3. Consumption of hydrogen in the treatment of Niedrigenergie oil residue. 590 - 599
  3. Hochleistungskraftstoffe.  
High efficiency motor fuels. 600 - 628
  4. Methode zur angenäherten Berechnung der Überladekurven aus Oktanzahl des Restbenzins und aus Aromatengehalt.  
Method for the approximated calculation of overload curves from the octane number of the rest gasoline and from the contents in aromatics. 629 - 637
  5. Noch einmal zur Frage 300/600 atü.  
Another statement on the question 300 versus 600 atm. 638 - 639
  6. Versuche zur Abschlamffiltration.  
Tests on sludge filtration. 640 - 648
- XIII. Hochdruckverfahren Laboratories: Miscellaneous Office Reports and Papers. Folder No.: S-15/II-E-1.
1. Hydrieren, spaltende Hydrierung und Cracken von Kybol bzw. Kybol-Rückständen.  
Hydrogenation, splitting hydrogenation and cracking of kybol and kybol residues. 649 - 657



REEL NO.

FRAME NOS.

2. Direkte Benzinierung von Steinkohlverflüssigungsmittelöl über Kontakt 6434 bei 600 atm.  
Direct "Benzinierung" of bituminous coal liquefaction middle oil over catalysts 6434 at 600 atm. 658 - 661A
  3. Untersuchung über die Anwendung von 700 oder 300 atm in Gasphase.  
Study of the use of 700 or 300 atm in the gaseous phase. 662 - 666
  4. Vergasungszusammensetzung bei Benzinierung und Aromatisierung.  
Composition of off-gases in "Benzinierung" and aromatization. 667 - 679
  5. Zur Frage 300 oder 700 atm für Oberschlesien.  
A statement on the question 300 versus 700 atm. for Upper Silesia. 680 - 688
  6. Krackversuche über K 6108 (Terrana HF) unter verschiedenen Druckbedingungen.  
Cracking experiments over K 6108 (Terrana HF) under different pressure conditions. 689 - 716
  7. Kracken von Benzinen und Gasöl unter H<sub>2</sub>-Druck.  
Cracking of gasoline and gas oil under hydrogen pressure. 716A - 716Q
- XIV. Hochdruckverfahren Laboratories: Miscellaneous Office Reports and Papers. Folder No.: S-15/II-D-10.
1. Zur theoretischen Deutung von Überladekurven.  
Theoretical meaning of overload curves. 717 - 728
  2. Entwicklung der Vorhydrierkontakte. III. Teil<sup>1)</sup>  
Tonerde - Mo - Ni - Kontakte.  
Development of dehydrogenation catalysts. Part III. Alumina, Mo-Ni-catalysts. 729 - 751
- XV. Hochdruckverfahren Laboratories: Miscellaneous Office Reports and Papers. Folder No.: S-15/III-B-11.
1. Der Einfluss von Kontakt, Druck- und Produktpartialdruck beim Kracken und Hydrieren von Bruchsaler Gasöl.  
The influence of catalyst pressure and product partial pressure during cracking and hydrogenation of Bruchsal gas oil. 752 - 760

- 9 -

REEL NO.

FRAME NOS.

2. Versuche im Laboratorium und Betrieb zur Erhöhung der Ausbeute an Schwefel bei der Verschwelung von asphalthaltigen Rückständen vom 12. 5. 1943; Dr. Horn/Dr. Hinz.

2. Versuche im Laboratorium und Betrieb zur Erhöhung der Ausbeute an Schwefel bei der Verschwelung von asphalthaltigen Rückständen vom 12.5.1943; Dr. Horn/Dr. Hinz.  
Laboratory and works experiments aiming at increasing the yield in low carbonization oil during the low temperature carbonization of asphalt bearing residue. 12 May 1943. Dr. Horn/Dr. Hinz. 761 - 763
3. Aufstellung eines neuen Öltanks.  
Installation of a new oil tank. 764
4. Der Einfluss des Produktpartialdruckes bei der Aromatisierung von Steinkohleverflüssigungsmittelöl Scholven über Tonerde-Terrana Kontakt 8688.  
Influence of the products partial pressure in the aromatization of bituminous coal liquefaction middle oil Scholven over alumina (clay)-Terrana contact 8688. 765 - 768A
5. Hydrierergebnisse mit oberschlesischen Kohleproben der Radzionkaugrube im Drehautoklaven.  
Hydrogenation results in the rotary autoclave with (coal) samples from the Radzionka mine in Upper Silesia. 769 - 772
6. Hydrierversuche mit spanischen Kohlen im Drehautoklaven.  
Hydrogenation experiments with Spanish coals in the rotary autoclave. 773 - 775
7. Verarbeitung von Primärbitumen auf Schweröl.  
Working of primary bitumen to heavy oil. 776 - 779
8. Vorläufige Stellungnahme zum Bericht der Hydrierwerke Pöhlitz über Versuche zur Erhöhung der Schwefelausbeute durch Zugabe von Schwefel.  
Present attitude on the report of the hydrogenation works Pöhlitz about experiments aiming at increasing the low temperature carbonization yield by means of sulfur addition. 780 - 783
9. Isolierung und Bestimmung von Coronen in Hydrier-Rückständen.  
Isolation and determination of coronen in hydrogenation residues. 784
10. Natriumsulfidherzeugung.  
Sodium sulfide production. 785 - 786

- 10 -

11. Über die chemische Zusammensetzung der Vorheizerverkrustungen.  
The chemical composition of the crusts forming on the preheaters. 787 - 789
12. Kursbericht Schappert anlässlich Erfahrungsaustausch-Besprechung am 22. März 1943.  
Brief report by Schappert on occasion of the exchange of experience on 22 March 1943. 790 - 793
13. Entlastung der Sumpphase-Vorheizer.  
Reducing the stress on the Sumpf phase preheaters. 794 - 806
14. Isolierung und Bestimmung von Coronen in Pech- und Hydrier-Rückständen.  
Isolation and determination of coronen in pitch and hydrogenation residues. 807 - 808
15. Pyridin im Sumpphasebenzin.  
Pyridin in Sumpf phase gasoline. 809
16. Hydrierversuche mit Bräxer Teer (P 1397 original) im Drehautoklaven.  
Hydrogenation experiments in the rotary autoclave with Bräx tar (P 1397 original). 810 - 815
17. Verbesserungen an einer Versuchsapparatur für das Arbeiten mit staubförmigem Kontakt.  
Improvements in an experimental apparatus for working with powder catalyst. 816 - 820
18. Arbeitseinsatz. Einberufungen.  
Workers. Recruitment for the army. 821 - 822
19. Vierteljahrsmeldung der Hydrierkontakte.  
Quarterly reports on hydrogenation catalysts. 823 - 827
20. Chemische Fragen der Aufheizung von Steinkohlebrei.  
Chemical problems connected with the heating up of bituminous coal paste. 828
21. Tätigkeitsbericht Februar - März 1943.  
Activity report February-March 1943. 829 - 843
22. Versuche in 100 ccm-Ofen zur Gewinnung von reinen Aromaten insbesondere Toluol aus Xylol und DHD-Rückstand.  
Experiments in a 100 ccm furnace aiming at the preparation of pure aromatics, particularly toluol from xylol and DHD residue. 844 - 848

- 11 -

23. Entaschung.  
Conversations regarding de-ashing of coal. 849
24. Einiges über die Propan-Entparaffinierung.  
Propane dewaxing. 850 - 852
25. Hydrierungsanlage in Teruel.

FRAME NO.

FRAME NOS.

23. Entaschung.  
Conversations regarding de-ashing of coal. 849
24. Einiges über die Propan-Entparaffinierung.  
Propane dewaxing. 850 - 852
25. Hydrierungsanlage in Teruel.  
Hydrogenation plant in Teruel (Spain). 853 - 854
26. Hydrierversuche mit Puertollanokohle K 1253 in  
Drehautohlaven.  
Hydrogenation tests with Puertollano coal  
K 1253 in the rotary autoclave. 855 - 859
27. Zur Regeneration von Kohlebrei mit Mittelölverdünnung.  
Regeneration of coal paste diluted with middle  
oil. 860 - 861
28. Tiefstockendes Heissdampfzylinderöl.  
Steam cylinder oil with low pour point. 862 - 864
29. Besprechung im Reichsforschungsrat.  
Discussion at the Reichsforschungsrat. 865 - 866
30. Vierteljahresmeldung über Hydrierungskontakte Scholven.  
Quarterly reports on hydrogenation catalysts  
Scholven. 867 - 869
31. Vergleich der Kohle- und des Eisenverbrauches für  
Steinkohlenhydrierung und Schwelung mit nach-  
folgender Hydrierung.  
Comparison of the carbon and iron consumption  
for bituminous coal hydrogenation and for  
carbonization followed by hydrogenation. 870 - 872
- XVI. Hochdruckverfahren Laboratories: Miscellaneous Office  
Reports and Papers. Folder No. S-15/II-E-3.
1. Über Reduktionsgleichgewichte (Fluorwasserstoff-  
partialdrücke) von Fluoriden in Hinblick auf deren  
katalytische Wirkung.  
Reduction equilibria (hydrogen fluoride partial  
pressures) of fluorides with regard to their  
catalytic action. 873 - 885
2. Modellversuche zur Schmierölverdünnung.  
Experiments with models concerning the dilution  
of lubricants. 886 - 900
3. Reaktion von Kohlenoxyd mit Kohlenwasserstoffen.  
Reaction of carbon monoxide with hydrocarbons. 901 - 905

TITLE PAGE

I. Hochdruckverfahren Laboratories: Miscellane-  
ous Office Reports and Papers.  
Folder No: S-15/III-1-6.

TITLE PAGE

1. Verarbeitung von Mittelölen über Dehydrierungs-  
kontakten III. Verarbeitung von Vorhydrierungs-  
und Aromatisierungsmittelölen über Kontakt 8147.  
Working of middle oils over dehydrogenation  
catalysts III. Working of pre-hydrogenation  
and aromatization middle oils over  
catalyst 8147.

Frame Nos. 1 - 7

Verarbeitung von Mittelölen über Dehydrierungs-  
kontakten III. Verarbeitung von Vorhydrierungs-  
und Aromatisierungsmittelölen über Kontakt 8147.

Zusammenfassung.

1) Vorhydrierungsmittelöl aus Braunkohleverflüssigung vom A.P. + 41° lässt sich durch dehydrierende Spaltung über einen besonders spaltaktiven Tonerde-Molybdän-Kontakt, dessen Träger mit Flußsäure behandelt ist, glatt verarbeiten. Bei 25 mV und 30 atm Wasserstoffdruck werden im geraden Durchgang 30 % Benzin -150° im flüssigen Anfall erhalten, das in seiner Qualität 87er-Benzin erreicht. Der Verlust (Vergasung + Koks) bezogen auf Benzin + Verlust beträgt dabei 24 %. Die Anteile über 150° im flüssigen Anfall wären als Ausgangsmaterial für die Aromatisierung, möglicherweise auch für die Benzinsierung über 6434 geeignet.

2) Die spaltende Verarbeitung von Aromatisierungs-B-Mittelöl über den gleichen Kontakt bei 50 oder 100 atm ist besonders hinsichtlich Vergasung nicht mit der normalen Aromatisierung unter eventueller anschließender Dehydrierung eines Teiles der Benzinfraction konkurrenzfähig.

3) Die dehydrierende Verarbeitung von Mittelölen auf L-Benzin oder Ausgangsprodukt für die Benzindehydrierung dürfte nur bei wasserstoffreichen oder mäßig wasserstoffreichen Mittelölen (insbesondere Erdölmittelölen) zweckmäßig sein. Es werden dabei Benzine von etwa gleicher Qualität bei gleicher Ausbeute erhalten wie bei der 6434-Benzinsierung. Die Benzine enthalten infolge der höheren Herstellungstemperatur dabei etwas mehr Aromaten und etwas weniger Isoparaffine als die 6434-Benzine.

Wasserstoffreiche Mittelöle lassen sich, wie in den beiden früheren Mitteilungen<sup>1)</sup> beschrieben wurde über besonders spaltaktiven Dehydrierkontakten gut unter Kontaktabklingen (längster Zyklus über 100 St.) spaltend zu Benzin verarbeiten. Anschließend an diese Versuche mit einem Molybdänkontakt auf HF-behandelter aktiver Tonerde

an Mittelöl aus Bruchsaler Öl<sup>1)</sup> wurden mit dem gleichen Kontakt noch orientierende Versuche an einem typischen Mittelöl von mittlerem Wasserstoffgehalt und an einem typischen wasserstoffarmen Mittelöl angestellt.

---

<sup>1)</sup>Mitteilung 2

1. Verarbeitung von vorhydrierter Braunkohlever-  
flüssigung Leuna (vgl. Tab.)

Als Ausgangsmaterial für diesen Versuch diente ein B-Mittelöl vom Anilinpunkt + 41°, das durch Vorhydrierung von Braunkohleverflüssigung Leuna (Mittelöl + S-Benzin) über einen Tonerde-Holybdän-Nickelkontakt bei 190 atm, 22,5 mV, Durchsatz 1,0 kg/Ltr. Kont. und Stunde und Abtrennen des Vorhydrierungsbenzins erhalten worden war. Aus diesem Öl wurde bei 25 mV und 50 atm im geraden Durchgang ein Produkt mit etwa 30 % -150°, 25% von 150-200° und 45 % über 200° erhalten.

Das Benzin -150°, das unstabilisiert untersucht wurde, wobei sich 2 % -40° und 3 % Destillationsverlust ergaben, hatte 48 % -100°, 26,5 Gew. % Aromaten, Jodzahl 3,2 und Oktanzahl nach Mot.Methode 71,5, woraus zu entnehmen ist, dass es nach Stabilisation zur Verwendung als S7er-Benzin wohl ausreichend wäre. Nötigenfalls könnte seine Qualität durch etwas schärfere Fahrbedingungen (höhere Temperatur) oder tieferes Abschneiden noch etwas verbessert werden.

Der Rückstand >200° ist gegenüber dem Ausgangsmaterial sehr stark dehydriert (AN -12°) und würde sich vermutlich gut über einen Aromatisierungskontakt, eventuell auch über 6434 verarbeiten lassen<sup>x)</sup>. Seine Verarbeitung durch Rückführung scheint nach den Erfahrungen mit wasserstoffarmen Mittelölen (s.u.) weniger empfehlenswert.

Hinsichtlich der Verwendung der Zwischenfraktion (Schwerbenzin 150-200°), das in seinem Wasserstoffgehalt zwischen den beiden obigen Fraktionen liegt, wären folgende Möglichkeiten noch zu prüfen: 1.) Zugabe eines gewissen unteren Teiles dieser Fraktion zum Benzin -150° falls dieses nochmals dehydriert werden soll. 2.) Rückführung des restlichen Anteils bzw. der ganzen Schwerbenzinfraktion. 3.) Gemeinsame Verarbeitung des Restes bzw. der ganzen Fraktion mit dem Rückstand über 200°.

Die Kokbildung war mit über 1 % bezogen auf Einspritzung relativ hoch und würde öftre Regenerationen des Kontaktes erforderlich machen.

<sup>x)</sup> Letzteres wäre hinsichtlich Kontaktabklingen zu prüfen, möglicherweise müssten die neuentstandenen Anteile über 325° (~5 %) zuvor durch Redestillation herausgenommen werden.

Möglicherweise ist der im Kleinversuch gefundene Wert etwas zu hoch. Es wurde nicht geprüft, wie weit man über die Zyklendauer von 8 Stunden, wie sie bei dem beschriebenen orientierenden Versuch gewählt wurde, maximal hinausgehen könnte.

Die Vergasung ( $C_1-C_4$ ) betrug 8 % auf durchgesetztes Öl. Der Gesamtverlust (Vergasung + Koks) ist bezogen auf Benzol -150° + Verlust mit 24 % relativ hoch, scheint aber bei geeigneter Verwendung der Anteile >150° noch tragbar.

II. Verarbeitung von Aromatisierungs-B-Mittelöl aus Steinkohleverflüssigung (vgl. Tab.).

Als Ausgangsmaterial für Versuche mit einem besonders wasserstoffarmen Mittelöl diente ein Aromatisierungs-B-Mittelöl vom Anilinpunkt -27°, das im 40-Ltr.-Ofen bei 300 atm und 26 mV mit einem Kontakt auf Terranabasis <sup>1)</sup> aus scholvener Verflüssigungsmittelöl erhalten werden war. Die Versuche mit diesem Öl wurden bei höherer Temperatur (27 mV) durchgeführt, da es sich nach früheren Erfahrungen mit Kontakt 8074 (aktive Tonerde, 12 MoO<sub>3</sub>, 10 Cr F<sub>3</sub>) erheblich schwerer spalten lässt als wasserstoffreiche Öle. Die bei 50 und 100 atm erzielten Ergebnisse sind nicht sehr verschieden. In beiden Fällen wurden bei sehr hoher Vergasung etwa 15 % -150° und 30 % von 150-200° im flüssigen Anfall erhalten. Bei 50 atm ist der Dehydrierungsgrad etwas höher als bei 100 atm. Bei 100 atm sind die neugebildeten Anteile über 325° etwas geringer als bei 50 atm. Deutliche Vorteile der 100-Atmosphärenfahrweise bestehen nicht. Die Fraktion bis 150° enthält etwa 50 Gew.% Aromaten. Beim Zerlegen des Anfalles bei 165° würde ein Benzol erhalten werden das in der Qualität nur wenig über CV<sub>2</sub>b steht. Der Verarbeitungsgang scheint daher dem üblichen (Rückführung des B-Mittelöls in der Aromatisierung, eventuell anschließende Dehydrierung der Benzolfraktion von 100-165° oder eines Teiles dieser Fraktion über Kontakt 7360) unterlegen, umso mehr als die Aufarbeitung des sehr wasserstoffarmen Rückstandes über 200° (AP -44°, über 50 % des

<sup>1)</sup> K 8125 = Terrana, 5 Cr F<sub>3</sub>, 5 AlF<sub>3</sub>, 5 ZnO, 4 MoO<sub>3</sub>, 1 MgWO<sub>4</sub>.

flüssigen Anfalls) auch nur in der Aromatisierung, möglicherweise auch dort nur mit gewissen Schwierigkeiten, erfolgen könnte.

III. Vergleich der Verarbeitung von Mittelölen mit verschiedenem Wasserstoffgehalt über Kontakt 8147.

Sieht man die in Mitteilung II beschriebenen Versuche zur Verarbeitung von Bruchesaler Mittelöl (AP + 74) zum Vergleich heran, so ergibt sich, dass die Spaltung umso leichter erfolgt, je wasserstoffreicher das Ausgangsöl ist. Bei 50 atm wurden z.B. erhalten:

bei einem AP des Ausgangsmaterials	% Benzol -150° im fl. Anfall	Anilinpunkt der Fraktion -150°	150-200	>200	Vergasung V/V † (Bz -150°)	% Koks auf Einspritzung
+ 74°	~ 80 b. 25mV	+ 50	+ 21	+ 15	21	1,0
+ 41°	31 " " "	+ 38	+ 16	- 12	22	1,2
- 27°	17 " 27mV	0	- 30	- 45	28	1,7

wie Vergasung sowohl/Koksbildung, beides bezogen auf Benzol -150 nehmen mit fallendem AP. des Ausgangsöls zu, Leistung und Zyklusdauer nehmen ab, so dass das Verfahren nur bei wasserstoffreichen oder mässig wasserstoffreichen Ölen zweckmässig sein dürfte. Die Ergebnisse mit dem wasserstoffreichsten Ausgangsöl sind in der folgenden Tabelle noch mit denen bei der 100-atm Benzolierung einerseits und bei drucklosen katalytischem Cracken andererseits verglichen. Die gute Grundoktanzahl bei dem Crackbenzol ist vermutlich weitgehend auf den hohen Gehalt an Ungesättigten zurückzuführen.



Ausgangsmaterial		P 1203 v.180-330		
Verfahren	Bensinierung	DHD	katalyt. Kracken	
<b>Kontakt</b>	6434	8147	6752	
<b>Zykluslänge</b>	∞	>100 Std.	1	
<b>Druck atm</b>	200	50	1	
<b>Temperatur °V</b>	19,5	25	21,7	
<b>Durchsatz kg/Ltr.</b>	2,0	0,5	1,0	
<b>Bensin-Leistung</b>	0,85	0,3	0,24	0,32
<b>Vergas. (+Koks)/Ri+Verg. (+Koks)</b>	22,9	22-23	33,5	28,5
<b>Bensin -150° C<sub>4</sub>-frei</b>				
<b>Spez.Gewicht/20° C</b>	0,702	0,697	0,715	
<b>AP I/II</b>	+58/63	+49/65	+50,5	
<b>Siedebeginn</b>	51	40	28	
<b>% - 70°</b>	15	36	26	
<b>% - 100°</b>	60	63	43	
<b>% - 150°</b>	-	98	-	
<b>Endpunkt</b>	145	150	150	74 186
<b>Zusammensetzung:</b>				
<b>Par-affine %</b>	70	66,5		
<b>Naphthene %</b>	22	14		
<b>Aromaten %</b>	7	18,5		
<b>Ungesättigte</b>	1	1		
<b>OZ.Mot./Mot.+0,12 Pb</b>	68,5/90,5	70,5/91		
<b>Mittelöl AP</b>	+64	+18	+60,5	
	Ofen 9/Dr. Peters 11.5.41	Butanfrei geschätzt nach Ber.II	Nach Angaben von Dr. Free.	

gez. Reitz

Gemeinsam mit:  
 Dr. Donath  
 " Nonnenmacher  
 " Fürst  
 " Meier

Ofen 308/12 Kontakt		1 Str. 8147 (walt. Tonerde Op. 10 NF, 10 NoO <sub>3</sub> ) = 870 g				
Datum 1941		3.5. <sup>h</sup> 12-19 <sup>h</sup>		4.5. <sup>h</sup> 12-19 <sup>h</sup>	6.5. <sup>h</sup> 15-20 <sup>h</sup>	
Betriebsstunden		181		189	197	
Kontaktperiode (Regen.)	Ausgangs-		Ausgangs-			
Gesamtdruck atm	material	50	material	10	11	
N <sub>2</sub> -Partialdruck Ofenung		45		50	100	
Temperatur mV		25		45	90,5	
Durchsatz kg/Ltr. Kont.u. Std.		0,5		0,5	0,5	
ohn Gas/kg O <sub>2</sub>		1,0		1,0	1,0	
spez. Gew. Anfall	P 1251-	0,832	P1271-	0,918	0,904	
Benzin -150 Gew.	7848 B-	28,4	8104-B-	16,0	14,0	
Schwerbi 150-200	M'01	23,0	M'01	25,1	31,9	
Rückstd. >200	>150 v.	39,4	>150 v.	51,0	47,5	
Gas O <sub>2</sub> -0,4	Ofen 410/ IV v. 26.	8,0	Ofen 703	6,2	5,0	
Koks	11.-3.12. 1940	1,2	.15.4.	1,7	1,0	
			gesch.			
Vergas.+Koks/Bi-150° + Verg. + Koks		24,4		33,0	(33,0)	
Verg.+Koks/Bi-200° + Verg. + Koks		15,0		16,1	13,1	
Benzin -150° Gew.% v. fl. Anfall		31,3		17,3	(15,0)	49,2
Spez. Gew./20° C		0,728		0,770		0,838
Anilinpunkt I		+37,5		0,0	+7,0	-17
" II		+61,0		+56,0		+55
Siedebeginn °C		30		34		52
% - 70°		19,5		14		3
Endpunkt °C		48		48,5		9
Gew.% Aromaten		154		156		
Jodzahl		26,5		54,5		
OS. Not. Meth. (J.G.M.)		3,2		2,3		
N.N.+0,12 Pb		71,5		82,2		
		-		-		52-150°
Schwerbenzin 150-200° Gew.% vom fl. Anfall		25,3		27,4	(34,2)	
Spez. Gew./20° C		0,829		0,882		
Anilinpunkt I		+16,2		-30,5	-23,5	
" II		+65		+63,0		
Siedebeginn °C		156		159		
% - 70°		47,5		23		53
Endpunkt °C		204		213		204
Gew.% Aromaten		49		(85)		72
Jodzahl		2,5		1,4		-
OS. Not. Meth. (J.G. Not.)		68		85,9		81
N.N. 0,12 Pb		-		-		88
Rückstand >200° Gew.% v. fl. Anfall		43,4		55,3	50,8	
Spez. Gew./20° C	0,857	0,940	0,930	0,994	0,973	
Anilinpunkt	+41	-12	-27	-44,5	-43	
Siedebeginn °C	183	209	168	208	202	
% - 225°	35	26	52	21	41	
% - 275°	71	81	86	80	84	
% - 325°		94		95	98	
Endpunkt °C	323/98	340/98,5	315/98	351/98	352/98,5	

	85,9	81
Rückstand >200°		88
Gew. v. Fl. Anfall		
spez. Gew./20° C	0,857	0,930
Anilinpunkt	+41	-27
Siedebeginn° C	183	168
2 - 225°	35	21
3 - 275°	71	86
Endpunkt° C	323/98	315/98
	340/98,5	351/98
		352/98,5

2. Aromatisierungs-Kontakt für 600 at aus  
gebrauchtem 6434.  
Aromatisierungs-Kontakt für 600 at aus  
previously used 6434.

Hochnruckversuche  
Lu 558

14. August 1941 Tre/K1

Aromatisierungs-Kontakt für 600 at aus  
gebrauchtem 6434.

6434 Ausbau Schelven wurde in Lu regeneriert, mit  
5% HF behandelt, 5% Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub> als Chromsäure aufgetränkt und als  
Aromatisierungs-Kontakt (Nr. 6186) bei 600 at<sub>g</sub> geprüft. Der Ver-  
such wurde in drei Abschnitten durchgeführt.

- a) 1-500 Betriebsstunden mit redestilliertem Steinkohle-  
verflüssigungsmittel<sup>1</sup> Schelven P 1271 + eigene Ru  
(1.2,
- b) 501-695 Betriebsstunden mit einem B-Mittel<sup>1</sup> (Anilin-  
punkt - 27) aus einem Aromatisierungsversuch von Dr.  
Denath (P 1466/7984 B-Mittel<sup>1</sup> >100 aus Ka 708. Von  
16.-10.2.1941), ohne Rückführung,
- c) 696-1090 Betriebsstunden wie unter a).

Die wichtigsten Versuchsergebnisse der einzelnen  
Perioden zeigt Tabelle 1:

101.300

Kontakt	8186			7978 NeuerWelheim mit P 1871
	P 1871		P 1468/7984 B-M.01	
Durchsatz	1,0	1,5	1,5	1,2
Temperatur MV	25,0	26,0	25,0	26,5
Benzinkonzentration bis 160°	51	46	44	40
Benzinleistung	0,44	0,64	0,54	0,42
V/V + B1	18,7	15,8	21,8	14,6
≅ O <sub>2</sub> in Vergasung	48,2	25,5	26,6	44,5
≅ O <sub>2</sub> in Σ O <sub>2</sub>	44,5	45,4	27,4	25,5
Benzin: spez. Gewicht	0,768	0,776	0,776	0,778
Anilinpunkt I/II	22/50	15/51	15/50	15/49
% bis 100°	28	22	20	40
Gew.% Aromaten	25	35	28	26
OK. I.G. Motor	75	75,5	77	77
Anilinpunkt B M'51	+ 28	+ 10	- 2	- 12
Restbenzin < 100°	41,0	27	70,5	45,5
O.S. Mot. Meth.	67	69,5	76,0	71,0
O.S. Mot. Meth. + 0,12 P <sub>2</sub>	89,5	88,5	-	90,0

Zum Vergleich sind die Versuchszahlen mit dem neuen Welheim-Kontakt den erhaltenen Versuchsergebnissen gegenübergestellt.

I. Ergebnisse mit Steinkohleverflüssigungsmittelöl Schölvon.

a.) 25 MV und Durchsatz 1,0.

Mit einer durchschnittlichen Leistung von 0,44 und einer Vergasung von 18,7 % bezogen auf Benzin + Vergasung wurde ein 160° Benzin erhalten, das 25 Gew.% Aromaten (Anilinpunktmethode) 28 % bis 100° und eine Jedsahl unter 2,0 aufwies. Das Benzin hatte die Oktanzahl nach der Motor Methode 75,0,

das Restbenzin bei 41 % bis 100° siedenden Anteilen 67 und mit 0,18 Blei 89,8. Das B-Mittelöl, mit Endpunkt 275° hatte einen Anilinpunkt von 28°.

b.) 26 MV und Durchsatz 1,5.

Es wurde ein Benzin mit 35 % Aromaten bei einer Leistung von 0,64 und einer Vergasung von 15,7 % erhalten. Die Anteile bis 100° betragen 58 %. Das Benzin hatte die Oktanzahl nach Motor Methode 75,5, mit 0,12 Blei 89,0. Das Restbenzin enthält 37 % bis 100° siedender Anteile und hatte eine Oktanzahl nach Motor Methode 69,5, mit 0,12 Blei 88,5. Die Vergasung betrug 15,7 %. Der Anilinpunkt des B-Mittelöls war auf + 10° zurückgegangen, der Endpunkt auf 292° angestiegen.

Die Temperaturerhöhung von 25 auf 26 MV bewirkte eine Zunahme der Aromaten im Benzin, von 25 auf 35 %, hierbei ging der Anilinpunkt um 10° zurück. Die Anilinpunktkurven (wie aus Abb. 1 ersichtlich) verlaufen einander parallel. Die Vergasung war bei der höheren Temperatur ein wenig geringer, dieses ist auf das Fahren beim erhöhten Durchsatz zurückzuführen. Der iso-Butan-Gehalt im Gesamt-Butan der Vergasung betrug in beiden Fällen ca. 45 %. Die Qualität des Restbensins war bei höherer Temperatur besser. Die Phenolreaktion mit 0,04 und 0,06 % war noch befriedigend.

II. Ergebnisse mit P 1468/7984 B-Mittelöl > 160°.

Bei 25 MV und Durchsatz 1,5 wurde aus einem B-Mittelöl, erhalten aus P 1468 (Steinkohleverflüssigungsmittelöl mit 30% Teermittelöl) über einen Terrana Kontakt bei 600 atü, mit Anilinpunkt -27, ein Benzin mit 35 % Aromaten bei einer Leistung von 0,54 und 21,8 % Vergasung erhalten. Das Benzin hatte 50 % bis 100° siedende Anteile. Der Isobutan-Gehalt im Gesamt-Butan betrug 37,4 %, also wesentlich geringer als beim Fahren mit A-Mittelöl. Das Restbenzin hatte bei 70 % bis 100° siedenden Anteilen die Oktanzahl nach Motor Methode 76,0.

Die Bombenteste der erhaltenen Benzine waren nicht einwandfrei.

Ein Abklingen des Kontaktes im Verlauf von 1000 Betriebsstunden konnte nicht festgestellt werden. Die Versuchsergebnisse der 360., 600. und 1000 Betriebsstunden sind in Tabelle 2 und die Restbenzeigenschaften in Tabelle 3 und 4 zusammengefasst. Die Anilinpunktskurven der entsprechenden Abstreifer sind in Abb. 1 dargestellt.

ges. Trofimow

Gemeinsam mit

Dr. Peters	Dr. v. Püner
Grassl	Fürst
Günther	Lajus
Rotter	Dehn
	Meyer

Einsprits-Produkt	Steinkohleverflüssi- gungsmittelöl Scholven P 1271 red. 25.4.41		P 1468/ 7984 B-Mi.51	P 1271 red. 25.4.41
	25.4.41	3.6.41		
Benzin spez. Gewicht	0,768	0,778	0,776	0,778
Anilinpunkt I/II	28/50	18/51	18/50	+ 15/48,5
Siedebeginn	59	55	56	53,0
% - 70	2	4	4	3,0
% - 100	38	32	50	40,0
% - 150	92,5	91	92,5	93,0
% - 160	98	94,5	95,5	96,0
Endpunkt	163	168	165	165,0
Zusammensetzung korrig. Gew. %				
Paraffine	25,5	22,5	22	18,0
Naphthene	48,0	41,0	42	44,0
Aromaten	25,0	35,0	35	36,0
Ungesättigte	1,5	1,5	1	2,0
O.S. Met.	75,0	75,5	77	77,0
Met. + 0,12 Blei		89,0	92,5	-
Mittelöl spez. Gewicht	0,846	0,869	0,878	0,898
Phenole	0,04	0,06	-	0,86
Anilinpunkt	+ 28	+ 10	- 2	- 12,5
Endpunkt	275	292	286	310
Ofen	325	325	325	330
Datum	22.-25.5.41	20.-25.6.41	1.-3.6.41	5.-6.5.41
Betriebsstunden	360	1000	600	850
Ofenblatt	4002	4002	4002	3932
Bemerkungen	6454 Ausbau Scholven, regeneriert, mit 2% HF behandelt, 5% Gr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> aufgetränkt.			Neuer Welheim-Kontakt

Tabelle 2

Einsprits-Produkt	Steinkohleverflüssi- gungsmittelöl Scholven P 1271 red. 25.4.41		P 1468/ 7984 B-Mi.51	P 1271 red. 25.4.41
	25.4.41	3.6.41		
spez. Gewicht	0,960	0,960	0,958	0,960
Anilinpunkt	-19	-19	-27	-19
Siedegrenzen	158/328	170/336	186/332	158/328
Phenolgehalt	18,0	20,0	< 0,02	18,0
Kontakt Nr.		8186		7978
Druck atü		600		600
Temperatur MV	25,0	26,0	25,0	26,5
Durchsatz gas : Öl	1,0 2,5	1,5 2,0	1,5 2,0	1,2 2,5
spez. Gewicht	0,804	0,825	0,826	0,844
Benzinkonzentration	51	46	44	40,0
Leistung	0,44	0,64	0,54	0,42
% Vergasung / B+W	18,7	15,7	21,8	14,6
% C <sub>4</sub> in Gas	48,2	35,5	36,6	44,5
% im C <sub>4</sub> in Gesamt C <sub>4</sub>	44,5	45,4	37,4	35,5
Restbenzin 5 bis 100°	41,0	37	70,5	45,5
OE. Meter Methode	87,0	89,0	76,0	71,0
OE. Meter Methode + 0,12 Pb	89,5	88,5	-	90,0
Kontaktest Abfall: atü	0,5	ohne	0,9	-
Glasschale: vorher mg	3	3	1,1	-
nachher mg	36/38	37/24	53/50	-
Cu Streifen	gut	teilw. korrod.	gut	gut
Doktor-Test	negativ	negativ	negativ	schwach positiv
Schwefelsäure-Test	> 2	> 2	> 2	> 2
Jodzahl	1,4	2,2	1,9	3,65

Fortsetzung d. Tabelle nächste Seite.

Tabelle 3

Restbenzin bis 100°

Kontakt	8 1 8 6	Neuer Welheim
---------	---------	------------------

Tabelle 3

Restbensin bis 160°

Kontakt	8 1 8 6				Neuer Welheim 7978	
Produkt	P 1271	P 1468/7984 B-M'51 > 100		P 1271	P 1271	
Benzinkonzentration -165°	51	44		46	40,0	
Benzinleistung	0,44	0,54		0,64	0,42	
Gew.% Aromaten i. Benzin	25,0	35,0		35,0	36,0	
% -100° im Benzin	38,0	50,0		32,0	40,0	
Anilinpunkt v. B-M'51	+ 28	- 2		+ 10	-12,5	
% Raffinat im Benzin spez. Gewicht Anilinpunkt I/XI	75,0 0,751 49,4/ 50,7	65 0,737 49,5/ 50,2	<u>Restbi &gt;100</u> %:41,0 0,767 49,8/ 51,4	<u>Extrakt</u> %:35,0 0,873 - 62,6 Aroma- ten- zerle- gung s.w.in Tabelle 4	64,5 0,751 49,5/ 51,0	64,0 0,742 48,1/ 49,8
Siedebeginn °C	51	42	97	48	51	
% - 70°	6,0	10,5		6,5	4,5	
% - 100°	41,0	70,5		37,0	45,5	
% - 120°	70,5	89,0	63,0	64,5	74,8	
% - 150°	94,0	96,0	94,0	92,0	93,5	
Endpunkt	160	164	164	163	162	
% Paraffine + Olefine	36,5	34,0	38,0	34,5	37,5	
% Naphthene + Aromaten	63,5	66,0	62,0	65,5	62,5	
Oktanzen: Motor Meth. Motor Meth. + 0,18 Pb	67,0 89,5	76 -	64,5 87,5	78,0 95	69,5 88,5	71,0 90,0
Ofen	323	3 2 3		323	330	
Datum	28.-29. 5.41	1. - 8. 6. 1941		20.-23. 6.41	5.-6. 5.41	
Ofenblatt	4002	4 0 0 2		4002	3932	



Tabelle 4

AROMATENZUSAMMENSETZUNG.

(Restbenzin aus P 1468/7984 B-Mi-81; s.a. Tabelle 3)

	Benzol	Toluol	Xylol	höhere Aromaten
Im Extrakt	41,5	40,2	13,1	4,6
Im Benzin	14,5	14,1	4,6	1,6



3. Bericht über die Versuche über die Anordnungen des Grossversuchs, die die Report on the comparative examination of the arrangement of a plant for the large scale experiment in October 1920

March 17, 1920

Abschrift.

12. Juni 1941/Rnt/Sk

Bericht über die Besprechung  
von apparativen Änderungen des Großversuches in Kammer 804.

Teilnehmer: Von IG. Lu:

• Leuna:

• Schlesien-Benzin:

• IG. Lu:

Dr. Süßenguth

Dr. Dinkler

Dr. Gieg

Dr. Kimmeler

Dr. Kremser

Dr. Liber

Dr. Rintelen

O.M. Bräuning

O.M. Hahl (zeitw.)

O.M. Heid

M. Deisinger

.....

1.) Kohleaufbereitung

Herr Dr. Gieg gibt an, daß die Kohleaufbereitung wegen der Luftgefahr und der Beleuchtung möglichst nur am Tage gefahren werden soll.

2.) Dosierung der Kontakte

Das Eisensulfat sollte ursprünglich der Kohle in einer 50%igen Lösung zugesetzt werden. Herr Dr. K i m m e r l e führt an, daß die beste Dosierungsmöglichkeit durch Zusatz der Lösung aus zwei graduierten Glasflaschen besteht, wie sie etwa an den Tankstellen verwendet werden. Herr Dr. Gieg bemerkt hierzu, daß vorgesehen ist, die Eisensulfatlösung - einmal wegen der Korrosivität der Eisenbehälter, zum anderen wegen der besseren Dosiermöglichkeit - stark zu verdünnen. Der Verdünnungsgrad soll sich nach der Leistung des Kohletrockners richten. Sie wird mit 3,5 t/h angenommen.

3.) Dosierung des Sulfigrans und der Bayermasse

Beim Zusatz der Bayermasse (1,5%) und des Sulfigrans (0,3%)

468

schlägt Herr Dr. Kimmerle vor, das Dosiergefäß höher zu setzen, damit man ein Meßgefäß unterschleiben kann. Er betont, daß gerade Schwankungen im Kontaktgehalt das Fahren der Hochdruckapparatur stark beeinflussen.

4.) Mischung der Anpaßöle

Zunächst war vorgesehen, im Behälter 7 die Öle aus 6 und 8 zu mischen, während der Abschläm den im Umlauf ansureibenden Kohlebrei zugesetzt wurde. Man kommt überein, auch den Abschläm des Behälter 7 zuzuführen und mit diesem Gesamtgemisch an Anpaßflüssigkeiten die Kohle anzusreiben.

5.) Siebung des Kohlebreies

Die von Herrn Dr. Kimmerle gewünschte sichtbare Siebung des Kohlebreies wird - wie Herr O.M. Hahl angibt - seitwärts vom Behälter angebracht, sodaß man eine Verstopfung des Siebes sehen kann. Ein weiteres 2 mm Sieb wird innen in das Meßgefäß gesetzt. In den Meßbehältern für Gleit-(-Kalt) Öl ist das Sieb nur innen angeordnet.

6.) Stauscheibe für Abschlämgas

Herr Dr. Kimmerle bittet die Größe der Dressel zur Messung der Abschlämgasmenge festzustellen (Leitung 300  $\mu$ ). Herr Hahl erklärt, daß eine passende Messscheibe zweckmäßig nach Inbetriebnahme für die anfallende Gasmenge geeignet eingesetzt wird, und daß ein Wechsel der Stauscheibe während des Betriebes möglich ist.

7.) Mittelöl einspritzung hinter Abstreifer

Die Einspritzung von Mittelöl nach dem Produktabstreifer kann nach Erfahrungen des Herrn Dr. Kimmerle unterbleiben, da die Bildung des Prephanhydrates bei Temperaturen über +20°C unwahrscheinlich ist. Die Möglichkeit soll jedoch vorgesehen werden. Obwohl wegen der hohen Strömungsgeschwindigkeit (2,5 mm/sec) wahrscheinlich das Einspritzwasser nicht in den Abstreifer zurücklaufen wird, wird zusätzlich ein zweiter Anschluß in gewisser Entfernung vom Abstreifer angebracht.

8.) Schmelzvorheizer

Die Rohre des Elektrovorheizers sind überdimensioniert. Herr Dr. Kimmerle hat Bedenken, daß sich Koksansätze oder Krusten bilden, da die Geschwindigkeit des Schmelzgutes nur 0,16 m/sec sind. Er schlägt deshalb vor, 0,05 (-0,1) m<sup>3</sup> Stickstoff/kg Schmelzgut zuzusetzen (Siehe dazu Bericht v. 13.6.41).

9.) Entspannung des erhitzten Schmelzgutes

Wie bereits mündlich zwischen Herrn Dr. D i n k l e r, Herrn Dr. L ö k e r und Herrn Dr. Kimmerle vereinbart, sollen die Patronenventile vor dem Kugelofen so geändert werden, daß man sie während des Betriebes auswechseln kann. Außerdem soll am Patronenventil eine Probenahme stelle geschaffen werden.

10.) Weißsche Augen

Die beiden am Produktabstreifer von Herrn Dr. Kimmerle in einer früheren Notiz gewünschten Weiß'schen Augen sind installiert. Er bittet, beide auf dem Multithermographen registrieren zu lassen. Ferner macht er darauf aufmerksam, daß es im allgemeinen unerwünscht ist, daß sich die Augen von einer Abnahmestelle ausgehend an gegabelten Strängen befinden, da die eine Meßstelle durch Abstreifen der anderen beeinflusst wird.

11.) Tank 13

Zur Entwässerung von Tank 13 erklärt Herr Hahl, daß eine Ablassstelle geschaffen wird und daß ferner sämtliche in den Tank mündende Leitungen an der der Saugleitung entferntesten Stelle zusammen in den Tank eingeführt werden, um Schichtungen zu vermeiden.

12.) Druckdifferenzmessung der Regeneratoren

Da der Großversuch zur Klärung des Verhaltens der Regeneration gefahren wird, wurde zwischen Herrn Dr. Süßenguth und Herrn Dr. Kimmerle vereinbart - einerseits von Reg. III

20

20

- 4 -

(Druckseite) allein, andererseits von Reg. II und Reg. I  
(Druckseite) zusammen - registrierende Druckdifferenzmes-  
sungen installieren zu lassen.

STILL PAGE

4. Konzentration von Katalysator mit  $H_2$ -behandelter Tonerde  
als Träger.  
"Konzentrations" catalysts with  $H_2$ -treated  
alumina (clay) as carrier.

Frame Nos. 21 - 25

Benzinierungskontakte mit HF-behandelter Tonerde  
als Träger.

(Prüfung mit Bruchsaler Gasöl (P 1205 >150°) auf  
L-Benzin).

Zusammenfassung.

1. Nachdem sich bei den katalytischen Kracken gezeigt hat, dass aktive Tonerde durch HF-Behandlung eine gute Spaltaktivität erhält (Zus. 18495 vom 10.4.1941, Dr. Free), wurde die HF-behandelte Tonerde auch als Träger für Benzinierungskontakte geprüft und zwar die 2 Kontakte:
  1. Kont.Nr. 8169 (leichte Tonerde + 10 HF + 10 WS<sub>2</sub>)
  2. " " 8208 (leichte Tonerde + 10 HF + 10 FeF<sub>3</sub>)
2. Beide Kontakte erreichen erst bei 22 mV (=426°) annähernd die Spaltaktivität, die Kontakt 6434 schon bei 19,0 - 19,5 mV (374-382°) zeigt. Offenbar infolge der höheren Arbeitstemperatur ist die Vergasung bei diesen Tonerdekontakten wesentlich höher als bei 6434.
3. Frühere Versuche mit einem Tonerde-Molybdänkontakt (7360) zeigten, dass nicht HF-behandelte Tonerde bis zu dem hier untersuchten Temperaturgebiet praktisch keine Spaltung zeigte.
4. Das Benzin aus Tonerde-FeF<sub>3</sub>-Kontaktenthält etwas mehr Aromaten (10 bzw. 11%) als 6434-Benzin (6-7%).
5. Die Stickstoffempfindlichkeit des Tonerde-WS<sub>2</sub>-Kontaktes scheint etwas geringer als die von 6434 zu sein.

Gemeinsam mit:

Dr. Peters  
Dr. Grassl  
Dr. Günther  
Profimow

Dr. v. Finer

gez. Rotter

18809

Zur Untersuchung kamen zwei Kontakte auf leichter Tonerde

(Dr. v. Finer):

Kontaktnummer:

Zusammensetzung:

1. 8169 leichte Tonerde + 10 HF + 10 WS<sub>2</sub>
2. 8208 leichte Tonerde + 10 HF + 20 FeF<sub>3</sub> (als Nitrat aufgetränkt und mit NH<sub>4</sub>F gefällt).

Zur Prüfung wurde Bruchsaler Gasöl mit folgenden Eigenschaften verwendet:

Spez.Gewicht	0,806
Anilinpunkt	71,2
% Stickstoff	0,009
Siedegrenzen	150-330°

Die Versuche wurden in 50 ccm-Öfen unter folgenden Bedingungen durchgeführt:

Druck:	200 atü
Temperatur:	22 mV = 426°
Durchsatz:	2,0 kg/l/h
Gas: Öl	2,5 cbm/kg
Zusatz:	0,75% Schwefelkohlenstoff.

Die Benzine aus dem Anfall wurden bei allen Versuchen so abgeschnitten, dass sie ca 60 % bis 100° Siedeanteile enthielten, sodass die Zahlen in der Tabelle unmittelbar vergleichbar sind.

Bei der sonst üblichen Arbeitstemperatur des 6434 ist die Spaltaktivität der Tonerde-HF-Kontakte noch einmal:

Spez.Gewicht des Einfüllproduktes	0,806
" " des Anfalls 8169 bei 19,5mV ca	0,796
" " " " 8208 " "	0,796
" " " " 6434 " "	0,718

Erst bei 22 mV (=426°) erreichen beide Kontakte die annähernde Spaltleistung wie 6434 bei 19,0 mV (=374°), wobei Kontakt 8169 (10 WS<sub>2</sub>) dem Kontakt 8208 (20 FeF<sub>3</sub>) noch bedeutend überlegen ist.

Der FeF<sub>3</sub>-haltige Kontakt 8208 klingt rascher ab (siehe auch Tabelle), als 8169. Die Möglichkeit, dass durch die Anlinsugabe (Prüfung auf N-Empfindlichkeit) eine Dauerschädigung des Kontaktes 8169 eingetreten ist, erscheint nicht ausgeschlossen.

Beim Vergleich mit 6434 (Tabelle) zeigt sich ferner: Die Vergasung liegt mit 28,0 bzw. 29,8 % wesentlich höher als

bei 6434 (22,9%, durchschnittlich jedoch 19-21%). -Höhere Arbeitstemperatur.

Bei der annähernd gleichen Benzinkonzentration liegen die Oktanzahlen bei 8169 in dem gleichen Bereich wie bei 6434, während die O.Z.-Motor bei 8208 mit 72 beträchtlich über der von 6434 (68,5) liegt. Die Bleiemfindlichkeit ist hier auch kleiner (17 Einheiten gegen 22 bei 6434). Diese Unterschiede in den O.Z. der FeP<sub>3</sub>-Kontakte Benzine stehen im Einklang mit den Unterschieden in der Aromatenkonzentration der Benzine (7% bei 6434, 9-11% bei den Tonerde-HF-Kontakten).

Die Siedepunkte der Mittelble liegen durchwegs unter dem des Einfüllproduktes.

Die N-Empfindlichkeit scheint bei dem Tonerde-WS<sub>2</sub>-Kontakt geringer als bei 6434 zu sein. (siehe auch Kurven in der Anlage).

Kontakt	6434			8169		
	spez. Gew.	Leistg.	Spaltung abfall auf	Sp. Gew.	Leistg.	Spaltung abfall auf
Ohne Anilin	0,716	1,14		0,732	0,95	
mit Anilin: 0,1 % Anilin = 0,015% N	0,781 <sup>x)</sup>	0,40 <sup>x)</sup>	35%	0,767 <sup>x)</sup>	0,48 <sup>x)</sup>	50%
wieder ohne Anilin	0,722	1,19		0,74	0,78	

(durch die Zugabe von 0,1% Anilin zum Einfüllprodukt stieg dessen N-Gehalt in beiden Fällen von 0,009 % auf 0,024%).

Die bei dem katalytischen Cracken beobachtete Erhöhung der Spaltaktivität der Tonerde durch HF-Behandlung wird durch vorliegende HF-Benzinierungsversuche bestätigt. Ältere Versuche mit nicht HF-behandelter Tonerde und Molybdän (7360) zeigten bei der hier angewandten Temperatur praktisch keine Spaltung: Spez. Gewicht Einfüllprodukt 0,828, Spez. Gew. des Anfalls 0,825 bzw. 0,815 (Ofenblätter 3366, 3367). Etwa gleiche Spaltung wurde erst bei 500-520°C erreicht.

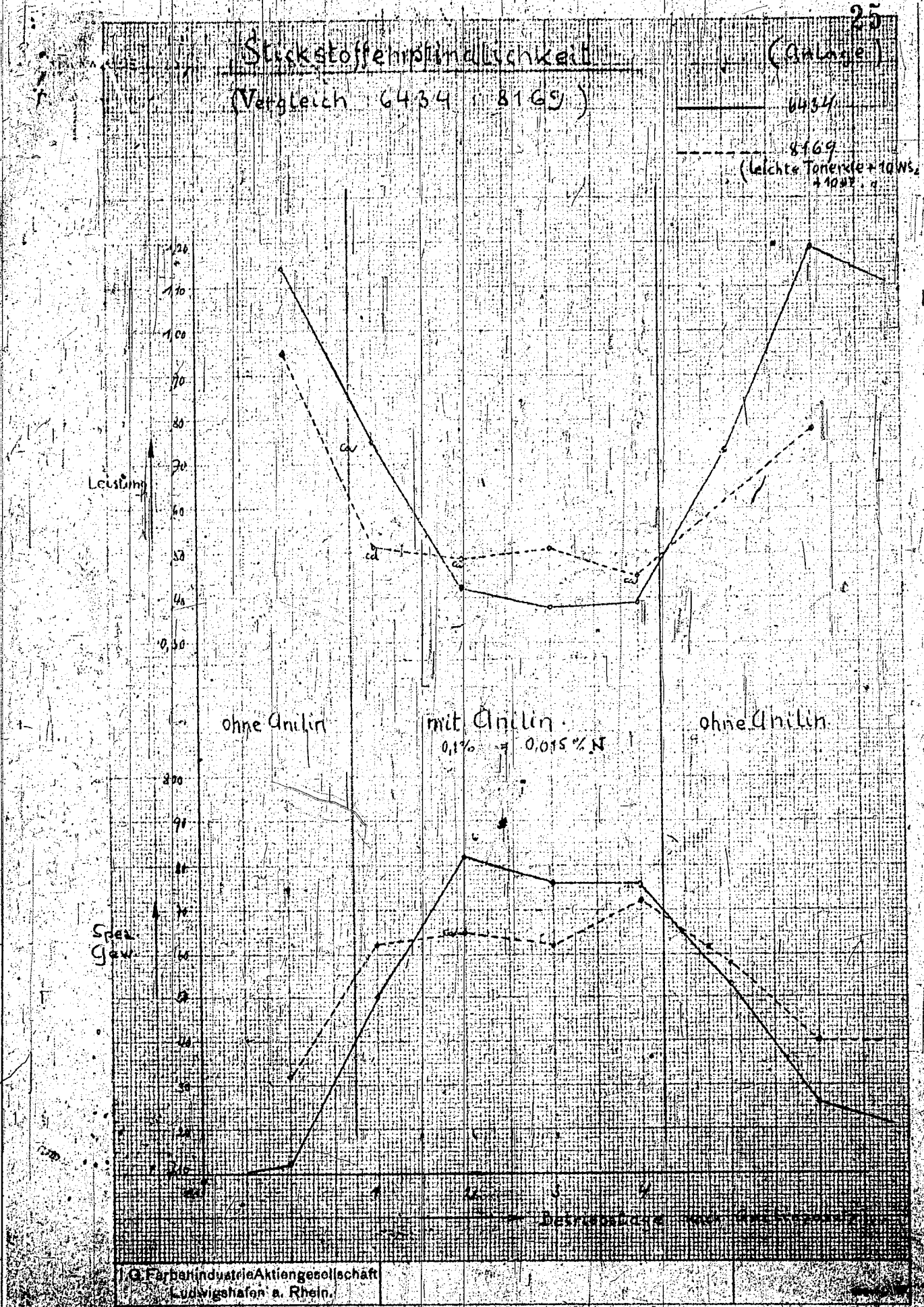
x) Mittelwerte.



Tabelle.

24

Einspritsprodukt:	1203	1203	1203	1203
Redestilliert von:	30.4.1941	30.4.1941	30.4.1941	30.4.1941
Kontakt Nr.:	6434	8169	8208	8208
Zusammensetzung:	neue T Pi	leichte Ton- erde, 10 HF- behandelt + 10 WS <sub>2</sub>	leichte Tonerde 10 HF-beh. +20FeF <sub>3</sub> über Nitrat auf Terrana gefällt.	dto.
Druck	200	200	200	200
Temperatur	374	426	426	426
Flachsatz	2,0	2,0	2,0	2,0
Gas : Öl	2,5	2,5	2,5	2,5
Spezifisches Gewicht	724	740	750	750
Benzinkonzentration (%-140°)	49	42	32	25
Leistung	0,88	0,77	0,60	0,47
% Vergasung/B+V (stabilis.)	22,9	28,0	29,6	-
Gesamt-C <sub>4</sub> in Gas	ca 70	55,2	-	53,9
1-C <sub>4</sub> in Gesamt-C <sub>4</sub>	ca 70	63,2	-	80,2
Benzin spez. Gewicht	702	700	705	712
Anilinpunkt I/II	58/63	57/63,5	56/63	54/62,5
Siedebeginn °C	51	50	51	54
% - 70°C	15	21	25	11
% - 100°C	60	62	60	60
% - 150°C	-140ca 95	-140-95	-140-94	-
Endpunkt	145	148	146	146
Zusammensetzung				
Paraffine	70	71	68	66
Naphthene	22	18	21	22
Aromaten	7	9	10	11
Ungesättigte	1	1	1	1
Oktanzahlen				
Motor-Methode	68,5	68	72	-
Motor-Methode + 0,12 Blei	90,5	91	89	-
Mittelöl spez. Gewicht	778	774	794	794
Anilinpunkt	67	67	68	67
Endpunkt	286	285	310	298
Ofen / Datum	9/11.5.	7/7.5.41	5/21.5.	5/23.5
Betriebsstunden	195	119	140	190
Urenblatt	3991	3981	4016	4016



TITLE PAGE

5. Erfahrungsaustausch bezüglich Untersuchungsmethoden  
am 10.6.1941 i. Lu.  
Exchange of experience in analytical methods at  
Ludwigshafen. 10 June 1941.

Frame Nos. 26 - 34

(5)

Erfahrungsaustausch bezüglich Untersuchungsmethoden am 10.6.1941 i.Lu.

Anwesend die Herren: Dr. Schönfelder, Salzer von Scholven  
 Dr. Ibing " Welheim  
 Dr. Rudolph " Gelsenberg  
 Dr. Montfort " Pölitz  
 Dr. Richter, Dr. Kurs, Jordan " Oberschlesien  
 Dr. Bernsott " Lenna  
 Dr. Müller " Oppau  
 Dr. Becker, Dr. v. Fünser, Dr. Pirst, Dr. Gieg, Dr. v. Hartmann, Dr. Hirschberger, Lajus, Dr. Lemme, Dr. Peters, Dr. Scheiner, Dr. Schiffmann. } I.G. Hochdruckversuchen Lu.

Es wurden die Untersuchungsmethoden der Sumpfphaseprodukte bei der Pechverarbeitung besprochen und die Analysenvorschriften wie folgt festgelegt:

I. Steinkohlenpech.

- 1.) Feststoff (Tetralin-Kresol-Unlösliches), siehe Anlage 1.
- 2.) Feststoff (Benzol-Unlösliches)
- 3.) Erweichungspunkt nach Krümer-Sarnow (Holds, 7. Auflage, S. 408).
- 4.) Asche im Ganzen (Einwage 2-10g) bzw. im Feststoff (Einwage 2 g). Maximaltemperatur: 750°
- 5.) Asphalt im entfesteten Öl (Benzollösliches), sog. S-Asphalt siehe Anlage 2
- 6.) Dichte vom Benzollöslichen durch Wägen von 100 ccm bei 100°.
- 7.) C, H, O, N, S. Schwefelbestimmung nach Grote-Krekeler oder im Oppauer Apparat. Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl (evtl. nach Klarwerden noch 3 Std. kochen).
- 8.) C, H vom Feststoff (Tetralin-Kresol-Unlösliches).
- 9.) Chlorbestimmung nach Grote-Krekeler oder im Oppauer Apparat.

19170-i

II. Fech-Anreibeöl (Fech-Destillat)-Gemisch.

- 1.) Dichte wie I,6.
- 2.) Siedeanalyse. Anzugeben: Siedebeginn, Gew.% bis 325,350°C  
Nach Engler, aber 250 ccm-Kolben.
- 3.) Stockpunkt nach DJN DVM 3662.
- 4.) Feststoff wie I,1 und I,2.
- 5.) Asche wie I,4.
- 6.) Asphalt vom entfetteten Öl wie I,5.
- 7.) C,H,O,N,S,Cl wie I,7 und I,9.

III. Einspritzprodukt der Sumpffase.

- 1.) Dichte wie I,6.
- 2.) Siedeanalyse wie II,2.
- 3.) Stockpunkt wie II,3.
- 4.) Viskosität bei 150°C. Apparat: Engler-Spezialviskosimeter für Asphalte usw. (mit 5 mm Auslaufrohrchen), zu beziehen z.B. von Sommer und Runge, Berlin-Friedenau Bennisenstr. 23/24.
- 5.) Feststoff wie I,1 und I,2.
- 6.) Asche wie I,4.
- 7.) Asphalt wie I,5.
- 8.) C,H,O,N,S,Cl wie I,7 und I,9.
- 9.) Vakuumsiedekurve vom Öl (Benzollöslichen) bei 16 mm Druck
 

Gew.%	-200°C
"	-225°C
"	-275°C
"	-300°C
"	-325°C

Einwage: 500 g in 1 Ltr.-Claisenkolben.

IV. Entschlammung.

- 1.) Dichte wie I,6.
- 2.) Siedeanalyse vom festhaltigen Öl wie II,2.
- 3.) Stockpunkt wie II,3.
- 4.) Feststoff wie I,1 und I,2.
- 5.) Asche wie I,4.
- 6.) B-Asphalt wie I,5.
- 7.) C,H vom Benzollöslichen.
- 8.) C,H vom Benzolunlöslichen.
- 9.) Vakuumsiedekurve wie III, 10.

- 3 -

V. Sumpphase-Abstreifer.

- 1.) Dichte bei 20°C spindeln.
- 2.) Siedeanalyse nach Engler (ohne Korrektur für Quecksilberfaden und Luftdruck). Verwendet wird das Abstreiferprodukt direkt. Angabe in Vol.%(5,10,25, usw.), gemessen bei Zimmertemperatur.
- 3.) Kolonnendestillation: Einsatz 2 kg in 3 Ltr.-Rundkolben. Kolonne siehe Anlage 3. Verwendet wird entgasetes Produkt. Die Beschreibung der Entgasungs-Methode (mit Zeichnung) wird Scholven liefern. Angabe in Gew.%. Die Destillationsgeschwindigkeit soll 3-4 Tropfen in der Sekunde betragen. Die Temperaturen der Fraktionen werden jeweils vereinbart.
- 4.) Phenole im Mittelöl oder Gesamtabstreifer.  
Gewichtsanalytisch (nach Holde, 7.Auflage S.538) oder titrimetrisch nach Kopperschär als Tribromphenol. Bei Schiedsanalysen ist die gravimetrische Methode vorzuziehen.
- 5.) Basen (Pyridine usw.)  
Vorläufig gewichtsanalytisch. Scholven arbeitet darüber und wird später über seine Methode berichten.
- 6.) C,H,O,N,S,Cl wie I,7 und I,9.

VI. Sumpphasebenzin.

- 1.) Dichte bei 20°C wie V,1.
- 2.) A.S.T.M.-Siedekurve.
- 3.) Anilinpunkt.
- 4.) Phenole wie V,4.
- 5.) Basen wie V,5.
- 6.) C,H,O,N,S wie I,7, jedoch N-Bestimmung nach ter Meulen: Oppauer Vorschrift der Kontaktherstellung, siehe Anlage 4.

VII. Sumpphasemittelöl.

- 1.) Dichte bei 20°C wie V,1.
- 2.) Siedeanalyse nach Engler wie V,2.
- 3.) Anilinpunkt vom entphenolisierten Mittelöl.
- 4.) Phenole wie V,4.
- 5.) Basen wie V,5.
- 6.) C,H,O,N,S,Cl wie I,7 und I,9.

- 4 -

### VIII. Heizöl.

- 1.) Dichte bei 20°C wie V,1.
- 2.) Siedeanalyse nach Engler. Angabe in Gew.-%.
- 3.) Viskosität: °E bei 20 und 50°C nach A/N DVM.3655.
- 4.) Flammpunkt nach DJN. DVM.3661.
- 5.) Flammpunkt nach Pensky-Martens.
- 6.) Asphalt nach D.J.N. D.V.M. 3660.
- 7.) Freier Kohlenstoff (Xylolunlösliches) nach D.J.N. D.V.M. 3792.
- 8.) Conradsontest nach D.J.N. D.V.M. 3796.
- 9.) Kälteverhalten:
  1. Bei Ölen unter 200°E bei 0°C: ausscheidungsfrei bei 0°C.
  2. Bei Ölen über 200°E bei 0°C: etwaige Ausscheidungen müssen bei derjenigen Temperatur, bei der das Öl 200°E hat, innerhalb einer Stunde wieder in Lösung gehen. Für die vorgenannten Fälle gelten fein disperse Paraffinausscheidungen, die nicht zum Ametsen neigen, nicht als Ausscheidungen. Alle Öle dürfen nach einstündigem Abkühlen auf 0°C und anschließendem Erwärmen auf die der Zähigkeit von 35°E entsprechende Temperatur keinerlei Ausscheidungen, also auch kein feindisperses Paraffin enthalten.

Die Satsfreiheit soll bis auf weiteres nach DJN.DVM. 3793 bestimmt werden, unter Angabe der Art des Produkts (ob Paraffin usw.), das auf dem Filter zurückbleibt.
- 10.) Heizwert nach DJN.DVM.3716.
- 11.) G,H.
- 12.) S nach Grote-Krekeler oder im Oppauer Apparat.
- 13.) Gesamtchlor nach Grote-Krekeler oder im Oppauer Apparat.
- 14.) Wasserlösliches Chlor nach D.J.N. D.V.M. 3795.

Von Gasphasenprodukten wurden in gleicher Weise durchgesprochen;

### IX. Rinspritsprodukt der Gasphase:

- 1.) Dichte bei 20°C wie V,1.
- 2.) Siedeanalyse wie V,2.
- 3.) Anilinpunkt.
- 4.) Phenole wie V,4.
- 5.) Basen wie V,5.

- 6.) C.H.
- 7.) Schwefel wie I,7.
- 8.) Chlor wie I,9.

X. Gasphase-Abtreifer:

- 1.) Dichte bei 20°C wie V,1.
- 2.) Siedeanalyse wie V,2.
- 3.) Kolonnendestillation mit 60 cm-Kolonne Scholven. (Die Kolonne kann bezogen werden von der Firma Schoeps Duisburg.)  
Verwendet wird entbutanisiertes Produkt.
- 4.) Phenole wie V,4.
- 5.) Basen wie V,5.
- 6.) C,H.
- 7.) Schwefel wie I,7.
- 8.) Chlor wie I,9.

XI. Gasphase-Mittelöl:

- 1.) Dichte bei 20°C wie V,1
- 2.) Siedeanalyse wie V,2.
- 3.) Anilinpunkt.
- 4.) Phenole wie V,4.
- 5.) Basen wie V,5.
- 6.) C,H.

Anlage 1.Bestimmung des Feststoffs mit Tetralin-Kresol:

20 g Produkt werden in einem 250 cm Rundkolben eingewogen und kalt mit 100 cm eines Gemisches von 80 Teilen Tetralin und 20 Teilen Rohkresol (D.A.B.VI) versetzt. Am Rückflusskühler wird 10 Minuten zum Sieden erhitzt. Die heisse Lösung wird abgenutscht und mit Benzol so lange ausgewaschen, bis dieses klar abläuft. Das Filter mit dem Feststoff wird im Trockenschrank ca. 30 Minuten bei 105-110°C getrocknet und dann gewogen.

Anlage 2.Bestimmung des S-Asphalts.

20 g Produkt werden in einem 200 cm Erlenmeyer-Kolben



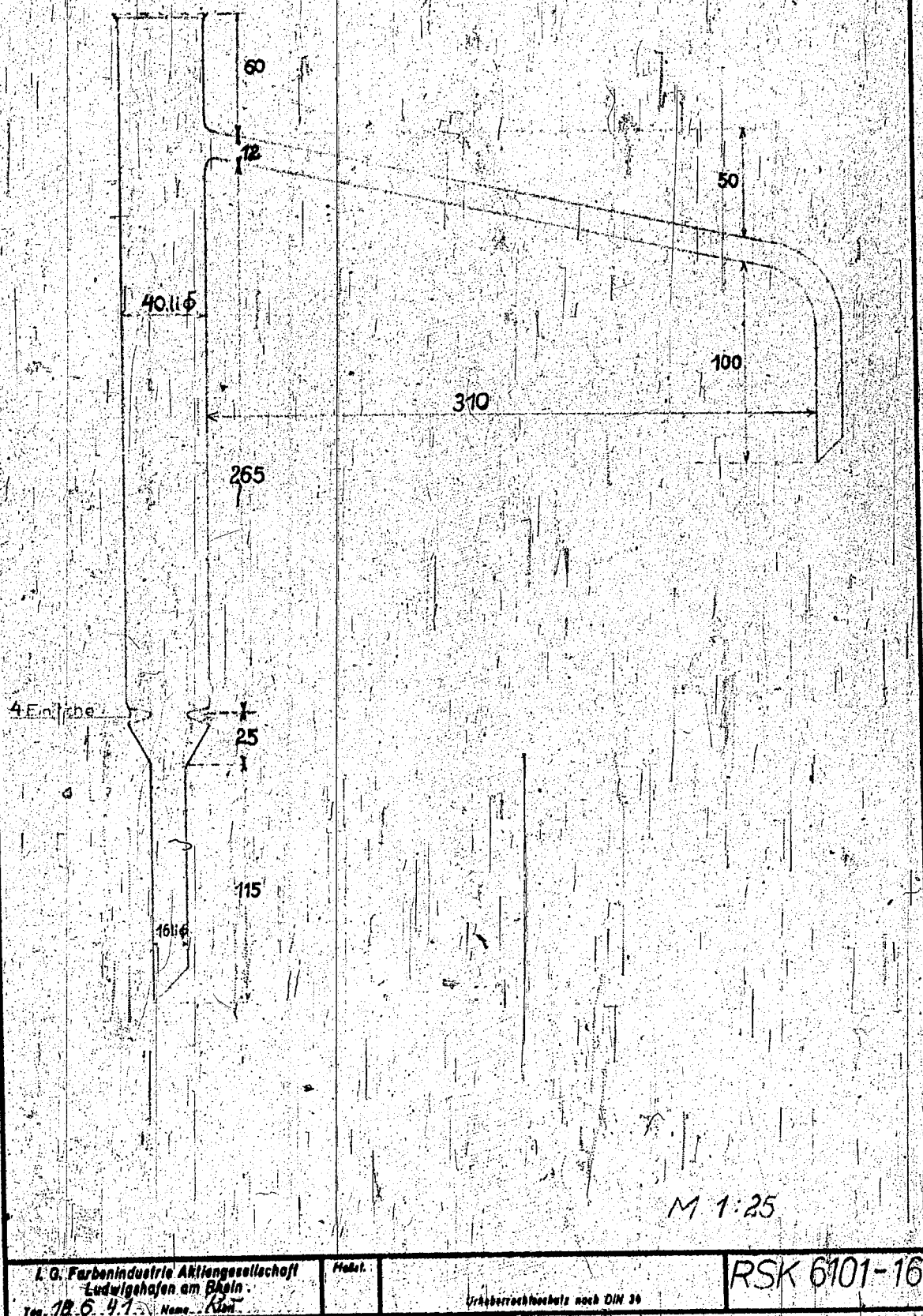
Anlage 2.Bestimmung des S-Asphalts.

2 g Produkt werden in einem 200 ccm Erlenmeyer-Kolben eingewogen und mit 5 ccm Benzol versetzt. Dann wird auf dem Wasserbad vorsichtig erwärmt, bis sich das Produkt gerade gelöst hat. Unter vorsichtigem Schütteln fügt man nun langsam 100 ccm Kahlbaum-Benzin<sup>x)</sup> hinzu, wodurch der Asphalt zur Ausflockung gebracht wird. Man stellt den Ansatz ca 12-16 Std. (zweckmäßigerweise über Nacht) in die Dunkelheit, filtriert dann ab und wäscht den Asphalt mit Benzin aus. Asphalt und Filter werden in dem vorher verwendeten Erlenmeyer mit Benzol erschöpfend aufgekocht. Die Asphaltlösung wird filtriert; aus dem Filtrat destilliert man das Benzol vorsichtig ab, sodass keine Zersetzung des Asphalts stattfindet. Nach ca. einstündigem Trocknen (bei 105°C im Trockenschrank) wird der Asphalt, der spröde sein muss, gewogen.

---

x) Da es s.Zt. sehr schwierig ist, Kahlbaum-Benzin zu beschaffen, wurde vorgeschlagen, als Ersatz Rheinania-Benzin (ca. 60-90° siedend) dessen Beschaffenheit aber stets kontrolliert werden muss, zu verwenden.

Kolonne für Sumpffphaseabtrenner.  
(gefüllt mit 8 mm Raschigringen).



## Anlage 4.

Vertraulich!

Nickel-Magnesium-Kontakt für die N-Bestimmung nach  
Zer Meulen Ni: Mg = 2:1.

1,22 kg  $\text{NiSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}$  werden in 1,5 Liter Wasser und 1,06 kg  $\text{Mg Cl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$  in 0,45 l Wasser bei  $40^\circ$  gelöst. Zu der auf  $60-80^\circ$  erwärmten Mischung lässt man eine über Glaswolle filtrierte heiße Lösung von 1,5 kg Soda in 3,0 Liter Wasser unter gutem Rühren zulaufen. Man lässt den Niederschlag absetzen und dekantiert mehrmals; dann wird er auf einer Nutsche abgesaugt und bis zum Verschwinden der  $\text{Cl}$ - und  $\text{SO}_4$ -Reaktion gewaschen. Man streicht die Masse auf Filterpapier und lässt an der Luft, schliesslich im Vak. bei  $100^\circ$  trocknen. Nach dem Zerkleinern auf etwa 7-8 grosse Stückchen wird vom Pulver abgeseibt; die Stückchen werden dann im elektrischen Ofen bei ca  $300^\circ$  in Wasserstoffstrom reduziert, wobei eine Schrumpfung um etwa 50 % eintritt.

Nach ev. erneutem Absieben ist der Kontakt gebrauchsfähig.

Diese Vorschrift wird in Kürze von der I.G. in der Zeitschrift für angew. Chemie veröffentlicht werden. Wir bitten Sie bis dahin vertraulich zu behandeln!

TIETZEL PAPEE

3. Bestimmung des aromatenhaltigen von Benzinen  
nach der Anilinpunktmethode.  
Determination of the contents in aromatics  
of gasolines according to the aniline  
point method.

Titel No. 35 - 142

Bestimmung des Aromatengehaltes von Benzinen  
nach der Anilinpunktmethode. x)

Die Aromaten aus den Anilinpunkten zu berechnen, ist eine bei uns seit langen ausgeübte und für betriebstechnische Zwecke sehr geeignete Methode. Nach dieser werden die Aromaten aus der Differenz von Anilinpunkt II und I mit dem Faktor 0,95 errechnet. Es hat sich aber das Bedürfnis herausgestellt, die nach dieser Methode erhaltenen Werte an Genauigkeit zu verbessern.

Bei der Untersuchung von Benzinen mit hohem Aromatengehalt (50% und mehr) ergab sich die Notwendigkeit, den Anilinpunkt in Mischung mit Normalbenzin zu bestimmen, da die normalen Anilinpunkte unter 0° liegen (Schmelzpunkt des Anilins = -6°). Hierbei stellte sich heraus, dass der aus der Mischung mit Kahlbaumbenzin errechnete Anilinpunkt um einige Grade (bis etwa 7) höher lag als der direkt bestimmte, zum Beispiel:

	Anilinpunkt I direkt bestimmt	errechnet aus Mischung
1) 50 Gew.% Aromaten AP.II = 64,5°:	+ 11,6	+ 14,2
2) 50 " " " AP.II = 57,5°:	+ 7,7	+ 11,7
3) 50 " " " AP.II = 52,5°:	+ 3,0	+ 7,9
4) 50 " " " AP.II = 47,5°:	- 2,3	+ 2,4

Der Grund hierfür liegt darin, dass die Anilinpunkte von Mischungen nicht der Mischungsregel folgen. Damit war klar erwiesen, dass mindestens der errechnete Wert für die übliche Berechnung der Aromaten aus der Differenz (AP. II - AP. I) · 0,95 nicht geeignet sein kann. Eine Bestätigung dieser Annahme brachte ferner eine Bestimmungsmethode durch Extraktion der Aromaten mit Lösungsmitteln. Es zeigte sich, dass in Abhängigkeit von der Aromatenkonzentration eine Differenz bestand zwischen den aus den Anilinpunkten mit dem Faktor 0,95 errechneten Aromatengehalt und der durch Extraktion effektiv herausgelösten Menge. Diese Differenz nimmt mit erhöhter Aromatenkonzentration ab.

x) Vgl. Journ. Soc. Chem. Ind. 40. Band (1921) 5.20. T  
Tizzard u. Marshall.

188781

Beispiel :

	Aromatengehalt berechnet aus (AP.II-AP.I) 0,95	Gew.% Aromatenextrakt
CV <sub>2</sub> b	48	54,2
CV <sub>2</sub> b	47	55
Synthetische Mischung		
Restbensin + Aromaten 70:30	26	29,5
50:50	48,5	50,2
30:70	69	70,2

Dass aber durch Extraktion eine saubere Trennung stattfindet, geht aus folgendem hervor:

1) In Raffinat (aromatenfreien Anteil) wird durch Behandlung mit konzentrierter Schwefelsäure der Anilinpunkt praktisch nicht verändert.

2) Der Extrakt hat das spezifische Gewicht der entsprechenden Aromaten und lässt sich durch Feindestillation in reine Einzelaromaten zerlegen. So hat z.B. das so hergestellte Benzol und Toluol sämtliche Kennzahlen eines technisch reinen Produktes (spez. Gewicht, Siedegrenzen, Brechungsindex).

Diese Überlegungen veranlassten uns, die Beziehung zwischen Aromatengehalt und Anilinpunktdepression genauer zu untersuchen und zwar zunächst nur für Bensintypen, wie sie heute in der Grossproduktion unserer Hydrierwerke anfallen, d.h. für Bensine mit Siedegrenzen von etwa 40 - 165° und etwa 30 - 50 % bis 100° siedender Anteile. Wie weit sich die gefundenen Beziehungen für Bensine anderer Siedebereiche oder Fraktionen anwenden lassen, bedarf noch der Untersuchung.

Für unsere Versuche verwandten wir Gemische von reinen Einzelaromaten in Mengenverhältnissen, wie sie ähnlich in der Grossproduktion (CV<sub>2</sub>b, VT 706b, DHD) vorkommen; z.B. 20% Reinsol, 41% Toluol 27 % Xylol, 3 % Äthylbenzol und 9 % höhere Aromaten. Von diesen Aromatengemischen gaben wir steigende Prozentanteile zu verschiedenen Restbensinen, die jeweils durchscharfe Raffination mit H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> von Aromaten und Olefinen befreit waren. Für diese Mischungen wurden die Anilinpunkte mit und ohne Verdünnung mit Kahlbaumbensin festgestellt.

Sodann wurden für sämtliche Mischungen die Anilinpunkte II (d.h. Anilinpunkt nach Entfernung der Aromaten und Ungesättigten) bestimmt. Werden nun die Differenzen aus AP. II und AP. I (ohne Verdünnung) gegenüber dem bekannten Aromatengehalt aufgetragen, so ergibt sich eine schwach gekrümmte Kurve (vgl. Kurvenblatt I). Anders ausgedrückt bedeutet das, dass für die Abhängigkeit der Anilinpunktdepression vom Aromatengehalt nicht ein konstanter Faktor, z.B. 0,95, sondern ein gleitender angenommen werden muss. Er beträgt z.B. bei 10° Depression etwa 1,2, bei 50° ca. 1,0 und bei 70° ca. 0,9. Eine bestimmte AP.-Depression entspricht also einem bestimmten Aromatengehalt, unabhängig von der absoluten Lage der Anilinpunkte, d.h. unabhängig von der chemischen Zusammensetzung der Restbensine.

Muss der Anilinpunkt I aus der Mischung mit Kahlbaumbensin errechnet werden, dann lässt sich die Beziehung zwischen Anilinpunktdepression und Aromatengehalt nicht einheitlich durch eine Kurve ausdrücken. Der Grund hierfür liegt darin, dass der aus der Mischung mit Kahlbaumbensin errechnete Anilinpunkt I vom tatsächlichen abweicht (folgt nicht der Mischungsregel) und der Grad der Abweichung ausserdem noch von der Zusammensetzung des Restbensins abhängt. Wir haben für 4 verschiedene Restbensine anhand der gleichen synthetischen Aromatenmischungen die Beziehungen zwischen den errechneten Anilinpunkten und den theoretischen Aromatengehalten empirisch ermittelt und kurvenmässig festgelegt. (Siehe Kurvenblatt 2.)

Es liesse sich allerdings auch hierfür eine Arbeitsweise anwenden, die es gestattet, die oben ermittelte allgemeingültige Beziehung zwischen Anilinpunktdepression und Aromatengehalt zu benutzen, wenn nämlich sowohl für die Bestimmung des Anilinpunkts I sowie des Anilinpunkts II gleicherweise eine Mischung im Verhältnis 1:1 Gewichtsteile mit aromatenfreiem Bensin (z.B. Normalbensin) verwendet wird. Der aus der Anilinpunktdepression ermittelte Aromatengehalt ergibt mit 2 multipliziert den Aromatengehalt des zu untersuchenden Bensins.

Als Beispiel für die Übereinstimmung der nach den 3 beschriebenen Arbeitsweisen ermittelten Ergebnisse lässt sich anführen: Eine Mischung, bestehend aus 60,5 Gew.% reinen Aromatengemisch und 39,5 Gew.% eines Restbensins vom AP. 62,2° wurde nach den 3 Methoden untersucht und ergab:



Beispiel :

Zusammensetzung der Mischung	Aromaten			
	15% Benzol + 31% Toluol + 8,5% Äthylbenzol + 25,5% höhere	aus GV <sub>2</sub> b extrahierte Aromaten		
	gefunden nach AP.-Methode	Abweichungen v. theoretischen Wert	gefunden nach AP.-Methode	Abweichungen v. theoretischen Wert
5 % Aromaten + 95% Restöl	5	0	-	-
10 % " + 90% "	9,8	- 0,2	-	-
15 % " + 85% "	14,5	- 0,5	-	-
20 % " + 80% "	19,4	- 0,6	-	-
25 % " + 75% "	24,2	- 0,8	-	-
30 % " + 70% "	29,1	- 0,9	29,5	-0,5
40 % " + 60% "	39,2	- 0,8	39,5	-0,5
50 % " + 50% "	49,2	- 0,7	49,2	-0,8
60 % " + 40% "	59,0	- 1,0	59,5	-0,5

Aus unseren Aromatenextraktionen ist bekannt, dass das spezifische Gewicht des aus den Hochleistungsbensinen extrahierten reinen Aromatengemisches mit nur sehr geringen Abweichungen 0,872 ist.

Die Umrechnung der nach der Anilinpunktmethode in Gewichtsprozent ermittelten Aromatengehalte in Volumprozent kann also nach folgender Formel vorgenommen werden:

$$\text{Vol. \% Aromaten} = \frac{\text{Gew. \% Arom.} \times \text{spez. Gew. des Bensines}}{0,872}$$

Einfluss der Olefine auf die Aromatenbestimmung nach  
der Anilinpunktmethode.

Es sollte zunächst grundsätzlich festgestellt werden, ob und wie weit bei Aromatenbensinen, die Ungesättigte enthalten, in dem durch die Anilinpunktdifferenz ermittelten Aromatengehalt die Ungesättigten mitenthalten sind. Die Untersuchung von Vertretern der zwei Haupttypen, der aliphatischen und naphthenischen Ungesättigten - Oktylen und Cyclohexen - ergab, dass die Einwirkung sehr verschieden sein kann, je nach dem eignen Anilinpunkt des betr. Olefins. Beispiel:

Ein Aromatenbenzin hat einen Anilinpunkt	= + 4,4°	
Dasselbe Benzin + 5 % Cyclohexen	" = + 3,0°	Differenz - 1,4
" " + 5 % Oktylen	" = + 6,0°	" + 1,6
" " + 5 % Decylen	" = + 7,5°	" 3,1
" " + 5 % (Cyclohexen + Oktylen + Decylen 2:1:1)	" = + 4,8°	" + 0,4

(Anilinpunkt v. Cyclohexen = ca. -12°; Oktylen = + 34,8 ;  
Decylen = + 49,9)

Um den Aromatengehalt olefinhaltiger Bensine nach der Anilinpunktmethode zu ermitteln, ist es erforderlich, die Olefine herauszunehmen. Dieses gelingt anscheinend in genügendem Masse, soweit es sich um niedere Ungesättigten-Konzentrationen handelt (bis ca. 5 %), durch Behandlung mit 20%iger Schwefelsäure. Von diesen vorbehandelten Benzinen wird der Anilinpunkt (genannt AP. Ia siehe Anlage 5) bestimmt. Dieser Anilinpunkt dient als Grundlage für die Ermittlung des Aromatengehaltes nach Kurvenblatt I resp. II. Der so gefundene Aromatengehalt bezieht sich auf das olefinfreie Benzin und ist auf das Originalbenzin umzurechnen. Aus der Differenz zwischen A.P. I und AP. Ia kann, wie aus obiger Tabelle ersichtlich, auf den Gehalt des Bensins an Ungesättigten kein Schluss gezogen werden. Er muss vielmehr durch eine gesonderte Bestimmung ermittelt werden.



Folgende Tabelle zeigt anhand synthetischer Mischungen, wie der Ungesättigtheitsgehalt sich bei der Aromatenbestimmung auswirkt, wenn die Berechnung statt aus dem Anilinpunkt Ia mit dem Anilinpunkt I vorgenommen wird:

Zusammensetzung			Rest-%	AP. I	AP. Ia	AP. II	% Aromaten aus AP. II-AP. I	% Aromaten aus (AP. II-AP. Ia) (100-Olefine)		
Aromaten	Restbenzin	Olefine					gefu- nden	Abwei- chungen v. theo- ret. Wert	gefun- den	Abwei- chungen v. theo- ret. Wert
10	87	3 Cyclohexen	45,2	45,2	56,6	11,4	1,8	9,3	- 0,1	
20	77	3 "	37,6	37,7	56,5	21,7	1,8	19,8	- 0,2	
30	67	3 "	27,4	27,6	56,9	31,5	1,8	28,8	- 2,2	
40	57	3 "	16,0	16,6	55,4	42,0	+ 2,0	40,2	- 2,2	
50	47	3 "	2,4	2,8	56,4	5,0	2,0	49,9	- 0,1	
10	85	5 "	45,6	47,7	56,2	12,6	+ 2,2	10,0	± 0,0	
20	75	5 "	36,0	38,1	56,2	23,0	+ 3,0	19,8	- 0,2	
30	65	5 "	25,6	27,3	56,0	33,0	+ 3,0	30,0	± 0,0	
40	55	5 "	14,1	15,6	56,0	43,3	+ 3,3	40,0	+ 0,0	
50	45	5 "	0,6	2,2	56,0	54,0	+ 4,0	49,9	- 0,1	
10	80	10 "	42,3	46,7	55,7	16,0	+ 6,0	9,9	- 0,1	
20	70	10 "	32,4	37,0	55,7	26,2	+ 6,2	19,3	- 0,7	
30	60	10 "	21,7	25,8	55,6	36,2	+ 6,2	29,4	- 0,6	
40	50	10 "	9,7	12,6	55,6	46,6	+ 6,6	40,0	± 0,0	
50	40	10 "	3,7	2,7	55,6	56,5	+ 6,5	50,4	+ 0,4	
10	85	5 Octylen	49,7	49,5	58,8	11,0	+ 1,0	10,6	+ 0,6	
20	75	5 "	40,3	40,0	58,8	21,2	+ 1,2	20,4	+ 0,4	
30	65	5 "	30,4	29,6	58,8	31,2	+ 1,2	30,2	+ 0,2	
40	55	5 "	19,0	18,2	58,8	41,5	+ 1,5	40,0	± 0,0	
50	45	5 "	6,7	5,7	58,8	51,5	+ 1,5	49,7	- 0,3	
10	85	Mischung (Cyclohexen + Octylen + Heptylen 2:1:1)	48,6	49,3	58,6	12,0	+ 2,0	10,7	+ 0,7	
20	75		39,4	40,1	58,6	22,0	+ 2,0	20,2	+ 0,2	
30	65		29,1	29,8	58,5	32,0	+ 2,0	30,3	+ 0,3	
40	55		17,8	17,1	58,5	42,3	+ 2,3	40,6	+ 0,6	
50	45		5,2	4,1	58,5	52,4	+ 2,4	50,3	+ 0,3	

Wir glauben hierdurch gezeigt zu haben, dass die Anilinpunktmethode nach vorstehend beschriebener Arbeitsweise für die Zwecke der Untersuchung technischer Bensine mit den angegebenen Einschränkungen zu praktisch brauchbaren Ergebnissen führt.

Wir glauben hierdurch gezeigt zu haben, dass die Anilinpunktmethode nach vorstehend beschriebener Arbeitsweise für die Zwecke der Untersuchung technischer Benzine mit den angegebenen Einschränkungen zu praktisch brauchbaren Ergebnissen führt.

gez. Lajos  
" Hirschberger

TITEL PAGE

7. Vorschrift zur Ermittlung des Aromatengehaltes von Benzinen nach der Anilinpunktmethode.  
Direction for the determination of the aromatics-content in gasolines by the aniline point method.

Franko Nos. 43 - 47

Hochdruckversuche  
Lu 558

9. Juni 1941 LJ/R

Vorschrift zur Ermittlung des Aromatengehaltes von Benzinen nach der Anilinpunktmethode.

(7) Von dem zu untersuchenden Benzin wird zunächst der Anilinpunkt I (Ap.I) gemäss Anlage I bestimmt. Je nachdem der Anilinpunkt I über oder unter  $-5^{\circ}$  liegt, wird die Bestimmung nach A oder B ausgeführt.

A. Liegt der Ap.I über  $-5^{\circ}$ , so wird der Aromatengehalt des Benzins direkt aus der Anilinpunktsdepression (Ap.II-Ap.I) nach der Kurve auf Kurvenblatt I ermittelt. Bestimmung d. Ap.II gemäss Anlage II.

Beispiel: Ap.I =  $-2^{\circ}$ ; Ap.II =  $+50^{\circ}$

Anilinpunktsdepression (Ap.II-Ap.I) = 52, der Aromatengehalt nach Kurvenblatt I, also = 51,5 Gew. %.

B. Liegt der Anilinpunkt I unter  $-5^{\circ}$ , so wird er aus dem Anilinpunkt der Mischung mit Normalbenzin Kahlbaum errechnet, da die direkte Bestimmung wegen evtl. Auskristallisieren von Anilin unzuverlässig ist. Hierzu werden das zu untersuchende Benzin und Normalbenzin zu gleichen Volumteilen gut gemischt und der Anilinpunkt gemäss Anlage I bestimmt. Wenn der Anilinpunkt der Mischung mit  $Ap_m$ , der des Normalbenzins mit  $Ap_n$  bezeichnet wird, so ist der berechnete Ap.I des Benzins:

$$Ap.I \text{ ber.} = 2 \cdot Ap_m - Ap_n.$$

Der Anilinpunkt II wird wie üblich gemäss Anlage II (ohne Zuzusammensetzung von Normalbenzin) bestimmt. Der Aromatengehalt wird aus Ap.I ber. und Ap.II nach der Kurve auf Kurvenblatt II ermittelt.

Beispiel: bestimmt wurden  $Ap_m = 32,2^{\circ}$ ;  $Ap_n = 61,5^{\circ}$ ;  $Ap.II = 47,5^{\circ}$ ,

dann ist Ap.I ber. =  $64,4 - 61,5 = +2,9$ . Der Aromatengehalt ist also nach Kurvenblatt II = 49,5 Gew. %.

C. Bei sehr hohen Aromatengehalten (über 70%) empfiehlt sich eine andere Arbeitsweise, da die Entfernung hochkonzentrierter Aromaten nur unvollständig, und die Bestimmung des Ap.II daher unsicher ist. Man verfährt in solchen Fällen besser wie folgt: Das zu untersuchende Benzin wird mit Normalbenzin im Gewichtsverhältnis 1:1 gemischt und die Anilinpunkte I und II dieser Mischung bestimmt, sie seien mit Ap I M und Ap II M bezeichnet.

Der aus (Ap.II M - Ap. I M) nach Kurvenblatt I ermittelte Aromatengehalt, multipliziert mit 2 ergibt den Aromatengehalt des zu untersuchenden Benzins.

Anlage 1rBestimmung des Anilinpunktes I (Ap. I).

Gerät: Reagenzglas 2,5 cm Durchmesser  
Auf- und Abmischer aus V<sub>2</sub>A- Draht  
Thermometer mit 1/10 Gradeinteilung von -20° bis  
+ 100°.

10 ccm Benzin werden zusammen mit 10 ccm frisch destilliertem wasserfreien Anilin in ein Reagenzglas von 2,5 cm lichter Weite gefüllt. In das Glas ist der Drahtmischer und das Thermometer einzusetzen. Beide Flüssigkeiten werden, wenn nötig, zuerst im Wasserbad bis zum Klarwerden erwärmt. Es wird nun unter ständigem Rühren bis zur Entmischung langsam abgekühlt. Als Anilinpunkt gilt die Temperatur, bei der die Trübung gerade die Thermometerkugel nicht mehr erkennen lässt. Erwärmen und Abkühlen werden so oft (mindestens 3 mal) wiederholt bis der Ap. auf 0,1° genau festgestellt ist.

Anlage II.Bestimmung des Anilinpunkt II.

50 ccm Benzol werden mit 150 ccm Schwefelsäure 98%ig bei Zimmertemperatur  $\frac{1}{2}$  Stunde in einer Literflasche geschüttelt und dann in einen Scheidetrichter gegossen. Nach mindestens halbstündigem Absitzen wird die Säure abgelassen. Vom Benzol wird dann ohne vorheriges Auswaschen der Anilinpunkt gemäss Anlage 1 bestimmt.

Anlage III.Bestimmung des Anilinpunktes Ia. (Ap. Ia)

50 ccm Benzol werden mit 150 ccm 80%iger Schwefelsäure in einer Literflasche bei Zimmertemperatur  $\frac{1}{2}$  Stunde in einer Schüttelvorrichtung geschüttelt, in einen Scheidetrichter gegossen. Nach mindestens halbstündigem Absitzen wird die Säure abgelassen. Vom Benzol wird dann ohne vorheriges Auswaschen der Anilinpunkt gemäss Anlage 1 bestimmt.

Bestimmung der ungesättigten Kohlenwasserstoffe.

(Anwendung für niedere Olefinwasserstoffe bis zum C<sub>10</sub>)

Bestimmung der ungesättigten Kohlenwasserstoffe.  
(anwendbar für niedere Olefinkonzentration bis max. 5%).

In eine Eggertsröhre von 50 ccm werden 10 ccm 92%ige Schwefelsäure eingefüllt und in Eiswasser gestellt. Vom Benzol werden nach Vorkühlung in Eiswasser 20 ccm vorsichtig mit der Pipette über die Säure geschichtet und Säure und Benzolmenge genau abgemessen. Nun wird das Rohr ca. 5 Minuten geschüttelt. Nach mindestens 2-stündigem Stehen in Eiswasser wird die Benzolabnahme genau festgestellt. Mit 10 multipliziert ergibt sie den % Gehalt des Benzols an ungesättigten Kohlenwasserstoffen.

TITLE PAGE

TITLE PAGE

II. Hochdruckverfahren Laboratories: Miscellaneous  
Office Reports and Papers. Folder No:  
S-15/III-1-5.

TITLE PAGE

1. Herstellung von MID-Benzin aus 5050/6434-Benzin  
Scholven in Ludwigshafen a. Rh., Kammor 50%.  
Production of MID-benzino from 5050/6434  
Gasoline Scholven at Ludwigshafen,  
chamber 50%.

Range Nos. 48 - 87.

Hochdruckversuche  
in 558

31. März 1941/Pr.

(1)  
Herstellung von DHD-Bensin aus 5058/6434-Bensin Scholven  
.....

in Ludwigshafen a.Rh., Kammer 504.  
.....

Gen. Dr. Süßenguth  
Gen. Dr. Löcker  
Gen. Dr. Simon.



Inhaltsübersicht.

	Seite
Zusammenfassung	3-4
Versuchseinrichtung	5
Arbeits- und Betriebsweise	5-11
Versuchsergebnisse	11-18
I. Ausgangsprodukt	11-12
II. Betriebsbedingungen und Betriebsergebnisse der Dehydrierung	12-13
III. Vergasungsbilanz	14-15
IV. Betriebsergebnisse der Regeneration	15
V. Temperaturverlauf, Wärmebilanz und Wärmetönung	16
VI. Produktuntersuchungen	16-17
VII. Produkterprobung des Fertigtensins im Überlademotor	17-18
 13 Tabellen	
1 Anlage (Betriebsvorschrift)	
6 Kurvenblätter	
1 Zeichnung Rsk. 5635c-4/2591	

Zusammenfassung.

Als halbertechnische Vorstufe für DHD-Anlagen wurde in Ludwigshafen, Kammer 504, eine ~1 atm Reaktionsraum umfassende Apparatur erstellt, in der Benzine verschiedensten Ursprungs dehydriert und deren Produkte in geeigneten Mischungen als Hochleistungskraftstoffe dem RLM zur Erprobung in Überladung- und Prüfmotoren zur Verfügung gestellt werden sollten. Als hierfür in erster Linie in Frage kommendes Ausgangsprodukt wurde in unserer Versuchsapparatur 5058/6434-Benzin, Fraktion 90-180°C, aus der Steinkohleverflüssigung - Hydrierwerk Scholven - auf ein primäres DHD-Produkt mit ~65 Gew.% Aromaten verarbeitet, das nach Zumischung der vorher aus dem 5058/6434-Benzin -180°C abgeschnittenen Anteile bis 90°C und anschließender Redestillation auf Endpunkt 165°C und Stabilisierung einen qualitativ hochwertigen Hochleistungskraftstoff mit 55 Gew.% = 50 Vol.% Aromaten lieferte. In der Überladekurve liegt dieser Kraftstoff besser als das aus gleichem Rohstoff hergestellte Aromatisierungsbenzin CV<sub>2</sub>b und ist zumindest gleichwertig, wenn nicht überlegen VT 706.

Die Dehydrierung der Fraktion 90-180°C geschah mit einem Durchsatz von 0,48 kg/Liter Kontakt und Stunde in einem dreifach unterteilten Reaktionsofen von 3 x 312 Liter Inhalt bei steigenden Temperaturen von Ofen 1 zu Ofen 3 von 495 bis 525°C. Das Produkt/Gasverhältnis war hierbei 0,9 bis 1,2. Der Anfall von C<sub>4</sub>-freiem Abstreifer mit etwa 92 bis 94 % Benzin -165°C betrug 79 - 81 %. Die Ausbeute ist, wie später erhaltene Ergebnisse bei anderen Produkten zeigten, durch andere Temperaturverteilungen sowie durch Erhöhung des Produkt/Gasverhältnisses noch zu verbessern. Als Katalysator diente Katalysator 7360, der nach Kleinversuchen im 1 Ltr.-Ofen ebenfalls hinsichtlich Leistung und Produktausbeute noch verbessert werden kann. Der Kontakt wurde diskontinuierlich in der eigentlichen Dehydrierperiode bis zu

35 Stunden mit Produkteinspritzung und in einer jeweils anschließenden Regenerationsperiode des Kontaktes mit Luft gefahren, die von der Zeit der Abstellung der Produkteinspritzung bis zu Beginn der neuen Einspritzung nach erfolgter Kontaktregeneration etwa 10-12 Stunden Zeit beanspruchte. Diese Zahlen stellen jedoch sowohl bei der Dehydrierperiode als auch bei der Regenerationsperiode noch nicht die maximal oberen bzw. minimal unteren erreichbaren Werte dar.

Im Gesamtergebnis war der Betrieb der DHD-Kammer recht zufriedenstellend durchführbar, besondere Schwierigkeiten haben sich nicht ergeben.

gez. Süssenguth

gez. Löcker

gez. Simon

#### Versuchseinrichtung.

Die Versuchskammer wurde zwecks schneller Erstellung aus vorhandenen 300 Atm-Armaturen, Rohrleitungen und Apparaten zusammengestellt. Die Anordnung der Apparatur ist aus der anliegenden Zeichnung Rsk 5635-40/2591 zu ersehen, sie bestand aus folgenden Apparateteilen:

### Versuchseinrichtung.

Die Versuchskammer wurde zwecks schneller Erstellung aus vorhandenen 300 Atm-Armaturen, Rohrleitungen und Apparaten zusammengestellt. Die Anordnung der Apparatur ist aus der anliegenden Zeichnung Rsk 5635-4c/2591 zu ersehen, sie bestand aus folgenden Apparateteilen:

- 1.) 2 300er Regeneratoren 7 m lang mit je 54 Rohren 10/18 mm  $\phi$ , mittlere Heizfläche 16,8 m<sup>2</sup>, Strömungsquerschnitt im Aussenbündel 78 cm<sup>2</sup> und im Innenbündel 43 cm<sup>2</sup>.
- 2.) 1 elektrischer Vorheizser, 11 Rohre N 8, 10 m lang, 45/70 mm  $\phi$ .
- 3.) 3 elektrische Zwischenvorheizser, bestehend aus 5 + 3 + 3 Rohren N 8, 10 m lang, 45/70 mm  $\phi$ .
- 4.) 4 Öfen N8 (3 Dehydrieröfen, 1 Raffinationsofen), 12 m lang, 180/229 mm  $\phi$ , (hergestellt aus normalen 160er Hochdruckrohren für 300 Atm durch Aufbohren auf 180 mm lichten  $\phi$ ), Reaktionsraum je Ofen 312 Ltr.
- 5.) 1 Zwillingskühler, mittlere Kühlfläche 23,19 m<sup>2</sup>, Strömungsquerschnitt in den Innenrohren 79,3 cm<sup>2</sup>.
- 6.) Abstreiferflaschen, Gaspuffergefäße, Einspritzpumpen, Umlaufpumpen und sonstiges Zubehör.

### Arbeits- und Betriebsweise.

#### Vordestillation:

Das Ausgangsprodukt wurde in einer Vordestillation in Leichtbenzin bis 90°C und Dehydrierfraktion 90-180°C zerlegt, die das Einspritzprodukt für die Dehydrierung darstellt. Der Schnittpunkt richtet sich nach der Siedekurve des Ausgangsproduktes und ist so einzustellen, dass die abgeschnittene Leichtbenzinmenge mit dem DHD-Anfallprodukt redestilliert

und stabilisiert das gewünschte Benzin Endpunkt 165°C mit 50 Vol.% Aromaten ergibt.

#### Dehydrierperiode:

Die Fraktion 90-180°C diente als Einspritzprodukt für die Dehydrierkammer, die in analoger Weise wie bei den normalen Gasphasenkammern der Hydrierung als Gaskreislaufapparat ausgerüstet war. Das Kreislaufgas in einer Menge von 0,9-1,2 cbm pro kg Produkteinspritzung wird von der Druckseite der Gasumlaufpumpe über Öldruckventil 1 (siehe anliegende Zeichnung Rsk 5635) durch Gaseingangsventil 2 in die eigentliche Reaktionskammer gegeben, die aus drei hintereinandergeschalteten Öfen mit einer Kontaktfüllung von insgesamt 935 Ltr. = 770 kg Kontakt 7360 und einem nachgeschalteten Raffinationsofen mit 312 Ltr. = 255 kg des gleichen Kontaktes bestand. Das in zwei Regeneratoren der in der Hydrierung üblichen Konstruktion vorgewärmte und dann in einem elektrischen Hauptvorheizser und zwischen den Öfen geschalteten elektrischen Zwischenvorheizsern aufgeheizte Kreislaufgas bringt die Reaktionsöfen auf Reaktionstemperatur.

Nach erreichten Temperaturen, die bei dem verarbeiteten 5058/6434-Benzin Scholven bei etwa 535°C im Ein-

und stabilisiert das gewünschte Benzin Endpunkt 165°C mit 50 Vol.-% Aromaten ergibt.

Dehydrierperiode:

Die Fraktion 90-180°C diente als Einspritzprodukt für die Dehydrierkammer, die in analoger Weise wie bei den normalen Gasphasenkammern der Hydrierung als Gaskreislaufapparatur ausgerüstet war. Das Kreislaufgas in einer Menge von 0,9-1,2 cbm pro kg Produkteinspritzung wird von der Druckseite der Gasumlaufpumpe über Öldruckventil 1 (siehe anliegende Zeichnung Rsk 5635) durch Gaseingangsventil 2 in die eigentliche Reaktionskammer gegeben, die aus drei hintereinandergeschalteten Öfen mit einer Kontaktfüllung von insgesamt 935 Ltr. = 770 kg Kontakt 7360 und einem nachgeschalteten Raffinationsofen mit 312 Ltr. = 255 kg des gleichen Kontaktes bestand. Das in zwei Regeneratoren der in der Hydrierung üblichen Konstruktion vorgewärmte und dann in einem elektrischen Hauptvorheizern und zwischen den Öfen geschalteten elektrischen Zwischenvorheizern aufgeheizte Kreislaufgas bringt die Reaktionsöfen auf Reaktionstemperatur.

Nach erreichten Temperaturen, die bei dem verarbeiteten 5058/6434-Benzin Scholven bei etwa 535°C im Eingang von Ofen 1, bei etwa 515°C im Eingang von Ofen 2 und 3 lagen, wird Produkt im Gashinweg zwischen Regenerator 2 und Regenerator 1 eingespritzt. Es wird zunächst mit der halben Einspritzung begonnen, die in etwa einer Stunde auf die volle Menge gesteigert wird, mit gleichzeitigem Nachfahren der Temperaturen in den Öfen auf die erfahrungsgemäss ermittelten Solltemperaturen. Die Durchschnittstemperaturen in den Öfen bei voller Einspritzung = ~0,48 kg Durchsatz/Liter Kontakt und Stunde betragen bei dem verarbeiteten Produkt

- für Ofen 1: ~490-500°C,
- " " 2: ~500-510°C,
- " " 3: ~510-520°C.

Bei späteren Versuchen mit anderen Produkten hat sich eine noch stärkere Staffelung der Temperaturen, insbesondere eine niedrigere Temperaturlage des Ofens 1, als ausbeuteverbessernd erwiesen. Die Produkteinspritzung zwischen Regenerator 1 und 2 wurde deshalb gewählt, damit bei der späteren Umstellung auf Regeneration eine schnelle Produktentfernung aus der Apparatur eintrat.

Nach Ausgang aus Ofen 3 wird das jetzt dehydrierte Produkt einschliesslich Kreislaufgas nach teilweiser Abgabe seiner Wärme in einem Regenerator (Reg. 1) in einem nachgeschalteten Kontaktofen mit 312 Liter 7360-Kontakt bei 295°C raffiniert. Da in unserer behelfsmässig zusammengestellten Apparatur der Regenerator 1 zu gross war und das Produkt (mit Gas) mit etwa 195°C aus diesem austrat, wurde es in einem Zwischenvorheizern auf die erforderliche Raffinationstemperatur von 295°C von neuem aufgeheizt. Der Raffinationsofen bewirkt die Aufhydrierung der Ungesättigten auf eine Jodzahl unter 4 im Anfallprodukt, während die Aromaten praktisch nicht verändert werden.

Das aus dem Raffinationsofen austretende Produkt-Gasgemisch wird dann in einem zweiten Regenerator und anschliessend einem Wasserkühler auf Zimmertemperatur abgekühlt und gelangt über Ventil 4 und 5 (Ventil 11 ist geschlossen) in den Produktabstreifer, aus welchem das Produkt in zwei Stufen entspannt wird, während das Gas zur Saugseite der Gasumlaufpumpe geleitet wird und im Kreislauf zur Kammer geht.

Bei dem Dehydrierprozess wird kein Wasserstoff verbraucht, sondern das durch die Produktvergasung entstehende KW-H<sub>2</sub>-Gasgemisch muss als Überschussgas aus dem Kreislauf entspannt werden, wenn der Druck in der Kammer nicht steigen soll. Bei Beginn der Dehydrierperiode ist es deshalb nicht nötig, die Kammer sogleich auf vollen Druck aufzufüllen. Es genügt z.B. für den Anfang ein Druck von 30 Atm und der Kammerdruck kann durch die Produktvergasung auf die gewünschte Höhe gesteigert werden, was in unserer Apparatur unter den

gegebenen Bedingungen in etwa einer Stunde der Fall war. Auf keinen Fall darf beim Einschalten der Einspritzung der H<sub>2</sub>-Partialdruck im Eingang der Kammer 20 Atm übersteigen, da sonst statt der gewollten Dehydrierung die Gefahr einer Hydrierung und damit eines Durchgehens der Öfen besteht. Beim Anfahren der Kammer mit Frischwasserstoff ist auf diesen Umstand sehr zu achten. Im allgemeinen ist die Auffüllung der Kammer mit Frischwasserstoff nicht nötig, da während der Dehydrierperiode genügend überschussgas anfällt, mit dem die Kammer nach der Regeneration aufgefüllt werden kann. In un-

gegebenen Bedingungen in etwa einer Stunde der Fall war. Auf keinen Fall darf beim Einschalten der Einspritzung der  $H_2$ -Partialdruck im Eingang der Kammer 20 Atm übersteigen, da sonst statt der gewollten Dehydrierung die Gefahr einer Hydrierung und damit eines Durchgehens der Ofen besteht. Beim Anfahren der Kammer mit Frischwasserstoff ist auf diesen Umstand sehr zu achten. Im allgemeinen ist die Auffüllung der Kammer mit Frischwasserstoff nicht nötig, da während der Dehydrierperiode genügend Überschussgas anfällt, mit dem die Kammer nach der Regeneration aufgefüllt werden kann. In unserer Versuchskammer wurde das Überschussgas über Ventil 6 und 7 durch Ventil 16 oder durch eine durch Ventil 8 und 9 anzuhängende automatisch wirkende Druckmembran in einen Gasometer entspannt und stand damit zur Neuauffüllung der Kammer nach der Regeneration zur Verfügung. Die Dehydrierperiode wurde in unseren Versuchen bis auf 35 Stunden ausgedehnt, ohne dass der Kontakt erschöpft war. Während der Dauer der Einspritzung wurden 3 1/2 - 4 % Wasser (Kondenswasser), bezogen auf Einspritzung, in Eingang zu Regenerator 2 eingespritzt.

#### Regenerationsperiode.

Die Regenerationsperiode wurde in unserer Versuchsanlage mit einem besonderen Kreislauf gefahren. Nach Abstellung der Einspritzung wurde der Kontakt mit Gas (2 Stunden) trocken gefahren unter gleichzeitiger Senkung der Temperaturen von Ofen 1 bis 3 und Aufheizen der Temperatur von Ofen 4 im Eingangelement auf  $\approx 20$  MV. Ofen 1-3 waren mit Rohrmänteln ausgerüstet, in die zur Beschleunigung der Abkühlung Druckluft durchgeblasen wurde. Nach Abstellung der Umlaufpumpe wurde der Dehydrierkreislauf durch Schliessen der Ventile 1, 2 und 3 auf der Eingangsseite der Kammer und der Ventile 4 und 5, sowie 6 und 7 auf der Ausgangsseite abgehängt. Die Kammer wurde über Ventil 11, 12, 15, 16 entspannt und nach Umstellung der Entspannung auf die Überdachleitung (Ventil 17 schliessen, Ventil 18 öffnen) mit  $N_2$  nachgespült und auf

50 Atm aufgefüllt. Dann wurde der Regenerationskreislauf (auf anliegender Zeichnung gelb gezeichnet) mit Ventil 19, 20, 21 und 22 eingehängt. Die genaue Arbeitsvorschrift für die Umstellung der Kammer von der Dehydrierung auf Regeneration und umgekehrt ist aus der Betriebsanweisung in Anlage 1 zu ersehen.

Die Regeneration wurde mit etwa 1000 m<sup>3</sup> Gas (N<sub>2</sub>) im Kammereingang gefahren, zu denen 3-4 % Luft im Eingang von Ofen 1 und 3 gegeben wurden unter konstanthalten des Kammerdruckes durch Entspannen des Überschussgases über Ventil 16. Die Luftzugabe bewirkt ein zonenhaft vorschreitendes Abbrennen der C-Ablagerungen auf dem Kontakt. Die zugegebene Luftmenge wird so reguliert, dass die Temperaturen in den Öfen 30 MV nicht übersteigen. In unserer Versuchsanlage wurden je zwei Öfen - Ofen 1 und 3 und Ofen 2 und 4 - gleichzeitig regeneriert. Bei der anschließenden Regeneration von Ofen 2 und 4 wurde die Luft unverändert im Eingang von Ofen 1 und 3 zugegeben, um diese Zeit bereits für die Nachregeneration des Kontaktes in diesen Öfen auszunutzen. Eine Kaltgaszugabe zu den einzelnen Öfen, die an und für sich möglich war, erwies sich in unserer Versuchsanlage nicht als zweckmässig, da hierbei die Temperaturen zu leicht unter die Anspringtemperatur für die Dehydrierung von 20 MV gedrückt wurde, was unter Zeitverlust ein erneutes Aufheizen des Kontaktes erforderlich machte. Nach Ende der Reaktion wird die Temperatur in den einzelnen Öfen gleich wieder nachgefahren.

Das Ende der Regeneration macht sich durch die Anzeige von O<sub>2</sub> an dem Sauerstoffschreibgerät bemerkbar, welches das Kreislaufgas hinter der Wasserabstreiferflasche laufend analysiert. Die Wassereinspritzung, die während der Luftzugabe zu den Öfen in der gleichen Menge wie bei der Dehydrierperiode getätigt wird, wird jetzt abgestellt und die Kammer mit 2-3 % O<sub>2</sub> im Kreislaufgas 1/2-1 Stunde weitergefahren zur Nachregeneration des Kontaktes. Hiernach wird die Kammer entspannt und der Regenerationskreislauf durch Schliessen der Ventile 19, 20,

21 und 22 abgehängt. Dann wird die Kammer mit reinem  $N_2$  (hierfür kann auch das während der Luftzugabe zu den Öfen anfallende, gegebenenfalls in einem besonderen Gasometer aufzuspeichernde  $O_2$ -freie Überschussgas der Regenerationsperiode benutzt werden) gespült und nach Schliessen der Ventile 11, 15 und 16 mit dem im Dehydrierungsgasometer aufgespeicherten Überschussgas der Dehydrierperiode auf 50 Atm aufgefüllt. Nach Einhängen des Dehydrierkreislaufes durch Öffnen der Ventile 4, 5, 6, 7 sowie 1, 2 und 3 wird die Kammer wieder auf normalen Gasdurchgang gebracht und steht nach Einstellung der richtigen Temperaturen in den Öfen für eine erneute Einspritzung des Produktes wieder zur Verfügung.

Die Zeitdauer der Regenerationsperiode, gerechnet von der Zeit der Abstellung der Produkteinspritzung bis zum Wiederanfahren der Einspritzpumpe nach erfolgter Regeneration, betrug in unserer Versuchsanlage 10-12 Stunden. Davon wurden für die eigentliche Regeneration, d.i. die Zeit der Luftzugaben zu den einzelnen Kontaktöfen, 3-4 Stunden benötigt, die übrige Zeit wurde durch das Abkühlen und Wiederaufheizen der Öfen, durch das Entspannen, Spülen und die Gasauffüllung der Apparatur in Anspruch genommen.

#### Redestillation:

Das entspannte Abstreiferprodukt muss zu einem typgerechten Benzin Endpunkt  $165^{\circ}C$  redestilliert und stabilisiert werden. Es ist hierbei zweckmässig, dem Abstreiferprodukt das primär aus dem Ausgangsprodukt abgeschnittene Leichtbenzin zuzusetzen. In unseren nachstehend beschriebenen Versuchen ist dies nur teilweise geschehen. Teilweise ist das Abstreiferprodukt für sich redestilliert, stabilisiert und mit dem für sich stabilisierten Leichtbenzin nachträglich vermischt worden, um die Verbesserung des Dehydrierproduktes zu ermöglichen. (Das Ausgangsprodukt - 5098/6434 - Benzin Endpunkt  $180^{\circ}C$  - war uns von Solvolven untabilisiert geliefert worden).

Der Rückstand  $>165^{\circ}\text{C}$ , bestehend praktisch aus reinen Aromaten, wird nicht als Rückführung in die Dehydrierung gefahren, sondern muss in die Vorhydrierung oder Sumpfphase der Druckhydrierung zurückgeführt werden. In unseren Versuchen mit dem Scholvenener Ausgangsprodukt betrug die Rückstandsmenge 5-8 % des Abstreiferanfalls.

Versuchsergebnisse.  
=====

I. Ausgangsprodukt.

Als Ausgangsprodukt für die Verarbeitung diente 5058/6434-Benzin des Hydrierwerkes Scholven. Das Produkt wurde unstabilisiert angeliefert und wies einen Siedepunkt von etwa  $190^{\circ}\text{C}$  auf (siehe Tabelle 5). Die Anlieferung erfolgte in zwei Teilabschnitten, die zeitlich etwas auseinanderlagen, sodass die Verarbeitung der zweiten Lieferung mit Periode 44-49 sich der ersten Lieferung mit Periode 17-26 nicht direkt anschloss. Das Produkt der zweiten Lieferung war aber mit dem der ersten Lieferung vollkommen identisch, sodass hinsichtlich der erhaltenen Ergebnisse produktbedingte Änderungen zwischen diesen beiden Versuchsabschnitten nicht zu beachten sind.

Das Ausgangsprodukt mit etwa 10 Gew. % Aromaten (siehe Tabelle 5) wurde in etwa 20 Gew. % Leichtbenzin bis  $90^{\circ}\text{C}$  (unstabilisiert) und 80 Gew. % Restprodukt  $>90^{\circ}\text{C}$  zerlegt. Die Eigenschaften der beiden Zerlegungsprodukte sind in Tabelle 5 wiedergegeben. Das Leichtbenzin  $-90^{\circ}\text{C}$ , das später dem DHD-Abstreiferprodukt wieder zugesetzt wird zur Einstellung des Endbenzins auf 50 Vol. % Aromaten, hat eine besonders gute Qualität, wie die Klopfwerte

Motor-Methode ohne Pb mit 79,5 und  
Motor-Methode + 0,12 Pb " 94,5 zeigen.

Die Fraktion  $90-190^{\circ}\text{C}$  des Ausgangsproduktes, die als Einspritzprodukt für die DHD-Kammer dienen sollte, weist nach der Siedeanalyse 20-25 %  $>165^{\circ}\text{C}$  auf, die eine unerwünschte hohe Belastung der Kammer mit Produkt  $>165^{\circ}\text{C}$  bedeuten. Das Produkt wurde daher auf einen Endpunkt von etwa  $175-180^{\circ}\text{C}$  (mit etwa 8 %  $>165^{\circ}\text{C}$ ) redestilliert, wodurch die Rückstandsmenge  $>165^{\circ}\text{C}$  im DHD-Abstreifer (siehe Tabelle 1) von etwa 15 Gew. % auf 4-7 Gew. % vermindert wurde, zu Gunsten einer entsprechend höheren Ausbeute an Benzin.

II. Betriebsbedingungen und Betriebsergebnisse der Dehydrierung.

Die Betriebsbedingungen und Betriebsergebnisse der Dehydrierperioden sind in Tabelle 1 zusammengestellt, sie lassen folgendes erkennen:

1. Eine Staffelung der Temperaturen (mittlere Ofen-Temperatur) in den einzelnen Öfen in Richtung einer größtmöglichen Steigerung in der Reihenfolge von Ofen 1  $\rightarrow$  Ofen 2  $\rightarrow$  Ofen 3 wirkt merklich ausbeuteverbessernd. Der Anfall an  $\text{C}_4$ -freiem Abstreiferprodukt konnte von  $\sim 77$  % der Einspritzung bei Periode 22 auf  $\sim 81,6$  % bei Periode 48 gesteigert werden. Bei Periode 18 ist die Ausbeute bei den maximal höchsten Temperaturen mit 74,6 % bezogen auf Einspritzung sogar noch schlechter als bei 22, jedoch ist dieser Versuch mit den übrigen nicht einwandfrei vergleichbar, da hier als Einspritzprodukt noch die unredestillierte Fraktion  $90-190^{\circ}\text{C}$  diente, während bei den nachfolgenden Partien das auf  $175-180^{\circ}\text{C}$  Endpunkt redestillierte Produkt als Einspritzprodukt vorlag.
2. Eine Erhöhung der Gasmenge von 0,9 auf 1,2 cbm/kg Einspritzung lässt keine ersichtlichen Vorteile erkennen. Versuche, die wir später mit anderen Ausgangsprodukten ausführten, zeigten Vorteile bei einer Steigerung der Gasmengen von 0,9 auf 1,5 und darüber in Hinblick auf



eine besonders geringe Koksbildung. Im vorliegenden Fall erscheint bei Periode 47 und 48 gegenteilig eine hohe Koksbildung. Wir führen diese auf die kurze Einspritzdauer zurück. Im Anfang der Reaktion findet eine verhältnismäßig starke Koksbildung statt, die in diesem Falle die Wirkung der vermehrten Gasmenge überdeckt hat.

3. Die Einspritzdauer betrug in unseren Versuchen bis zu 35 Stunden. Die einzelnen Perioden sind nicht auf Zeitdauer gefahren, die Maximalzeiten sind daher nicht erreicht worden. Die Grenze der Zeitdauer ist bedingt einerseits durch das Ansteigen der Gasdichte des Kreislaufgases, andererseits durch das Nachlassen der Refinationswirkung des Refinationsofens (Ofen IV). In der Kreislaufgasdichte trat nach 30-35 Stunden der Fahrperiode noch keine wesentliche Änderung auf. Dagegen stieg die Jodzähl im Benzin bei einer Verlängerung der Einspritzdauer von 24 auf 35 Stunden von etwa 1,5 auf 3,2 an. Da die Jodzähl im Endprodukt (Mischprodukt mit Leichtbenzin auf 50 Vol.% Aromaten) maximal 4 betragen darf, ist auch hinsichtlich des Refinationstestes die Maximalzeit bei 35 Stunden Betriebsdauer der Dehydrierungsperiode noch nicht erreicht worden.
4. Die  $H_2$ -Abspaltung lag bei den Versuchen sehr konstant bei etwa 0,8-0,9 Gew.% bezogen auf Einspritzung.
5. Die Koksabscheidung auf dem Kontakt wurde rückwärts aus den verbrauchten Luftmengen bei der Regeneration errechnet. Sie betrug, wenn man die Zahlen der Perioden 18 (ungewöhnlich hohe Ofentemperaturen), 47 und 48 (kurze Fahrzeiten) ausnimmt, sehr konstant 0,15-0,17 Gew.% bezogen auf Einspritzung bei 65-69 Gew.% Aromaten im DHD-Benzin.

### III. Vergasungsbilanz.

Die Mengen und Zusammensetzung der Entspannungsgase der DHD-Kammer für eine Fahrperiode mit einer reichlich gerechneten Kohlenwasserstoff-Vergasung von 18,8 % bezogen auf Einspritzung sind in Tabelle 2 zusammengestellt. Es fallen bei der Dehydrierung drei Entspannungsgase an:

1. Überschussgas, das aus dem Kreislauf entspannt wird, um den Druck der Kammer konstant zu halten.
2. Entspannungsgas des Abstreifers, das bei der Entspannung des Abstreiferproduktes von 50 auf 1 Atm. anfällt.
3. Destillations- und Stabilisierabgas, das bei der Destillation und Stabilisierung des Abstreiferproduktes anfällt.

In vorliegendem Falle der zugrundegelegten Zusammensetzungen der Gase der Tabelle 2 berechnet sich das mittlere C der Vergasung zu 1,9. Die Kohlenwasserstoff-Verteilung ist folgende:

	Gew. % KW	Gew. % C
Ungesättigte (nC = 3)	1,3	0,5
CH <sub>4</sub>	25,6	24,3
C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>	24,8	25,1
C <sub>3</sub> H <sub>8</sub>	27,5	28,4
C <sub>4</sub> H <sub>10</sub>	20,8	21,7

Vom Gesamtbutan sind 44 % Isobutan.

Die Gesamtgasmenge pro t Einspritzung DHD-Kammer berechnet sich zu ~260 cbm von folgender Zusammensetzung:

Heizwert kg cal./obm	9000 WE
H <sub>2</sub>	39,9 Vol. %
CH <sub>4</sub>	27,7 " %
C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>	14,3 " %
C <sub>3</sub> H <sub>8</sub>	10,8 " %
C <sub>4</sub> H <sub>10</sub>	6,2 " %
Ungesättigte KV	0,2 " %
N <sub>2</sub> , CO <sub>2</sub> , NH <sub>3</sub>	0,9 " %

#### IV. Betriebsergebnisse der Regeneration.

Betrieblich konnte die Kontaktregeneration durch Zugabe von 3-4 % Luft zum Eingangsgas der Öfen in allen Fällen ohne Schwierigkeit durchgeführt werden.

Die bei den einzelnen Perioden festgestellten Betriebsdaten sind in Tabelle 3 zusammengestellt. Sie lassen erkennen, dass die eigentliche Kontaktregeneration, d. i. die Zeit für das Abbrennen des Kokes, in einer Zeit von 2-4 Stunden, je nach der Menge des abgelagerten Kokes auszuführen war. Diese Zeit bildet nur 1/3 - 1/4 der gesamten Regenerationsperiode einschliesslich Trockenfahren des Kontaktes, Entspannen, Spülen, Wiederauffüllen und Temperatureinstellen. Insgesamt wurden für die Regenerationsperiode vom Zeitpunkt der Abstellung der Produkteinspritzung bis zum Wiederauffahren nach einiger Einübung der Bedienungsleute 9-12 Stunden benötigt.

Die in den einzelnen Öfen abgelagerten Koksmengen wurden aus den einzeln gemessenen Luftverbräuchen berechnet. Die Ergebnisse dieser Berechnungen sind in Tabelle 3 zusammengestellt und zeigen, dass sich bei den vergleichbaren Perioden 45-49 im Ofen I die Hauptmenge mit etwa 40 % des Kokes gebildet hat; Ofen II trägt etwa 20 %, Ofen III etwa 25 % und Ofen IV etwa 15 % des Kokes.

- 16 -

- 16 -

63

#### V. Temperaturverlauf, Wärmebilanz, Wärmetönung.

Der Temperaturverlauf der Dehydrierung für die in der Ausbeute besonders günstig gelegene Periode 21 ist in der graphischen Aufzeichnung auf Tafel 1 wiedergegeben. Die sich hierbei ergebende Wärmebilanz der Kammer ist in Tafel 2 wiedergegeben. Schliesslich gibt Tafel 3 ein Bild von dem Verlauf der negativen Wärmetönung in den Öfen I-III und der geringen positiven Wärmetönung im Ofen IV (Raffinationsofen). Es berechnet sich eine negative Wärmetönung von 120,5 cal./kg Einspritzung, die zu 62 % im Ofen I, zu 27,5 % im Ofen II und zu 10,5 % im Ofen III anfiel.

Im Abschnitt II, 1 wurde auf die Ausbeuteverbesserung der Periode 48<sup>x</sup>) hingewiesen. Es ist deshalb Temperaturverlauf und Verlauf der Wärmetönung als Vergleich zu den Daten der Periode 21 auf Tafel 4 und 5 wiedergegeben. Die negative Wärmetönung liegt in Übereinstimmung mit der geringeren Kohlenwasserstoff-Vergasung mit 140 um 20 Cal./kg Einspritzung höher als bei Periode 21. Sie verteilt sich mit 68 % auf Ofen I, 26 % auf Ofen II und 6 % auf Ofen III.)

Weitere Einzelheiten über die in den einzelnen Öfen ermittelten Wärmetönungen in den verschiedenen Betriebsperioden gibt die Übersicht in Tabelle 4.

#### VI. Produktuntersuchungen.

Die Ergebnisse der Produktuntersuchungen sind in Tabelle 5-13 wiedergegeben. Im einzelnen geben die Tabellen folgende Untersuchungsergebnisse:

- 1.) Tabelle 5: Produktuntersuchung des Ausgangsproduktes und seiner Zerlegungsprodukte.

<sup>x</sup>) Die Temperaturstaffelung bezieht sich auf die mittlere Ofentemperatur. Ein Anstieg der Ofenanfangstemperaturen von Ofen 1 nach Ofen 3 konnte aus apparatetechnischen Gründen nicht eingestellt werden.

- 17 -

- 2.) Tabelle 6 : Produktuntersuchung des Einspritzproduktes in die DHD-Kammer,
- 3.) Tabelle 7: Produktuntersuchung des Abstreiferproduktes der DHD-Kammer,
- 4.) Tabelle 8: Produktuntersuchung des im Betrieb aus dem Abstreiferprodukt ohne Leichtbenzinzusatz herausgeschnittenen stabilisierten Benzins,
- 5.) Tabelle 9: Produktuntersuchung des im Betrieb aus dem Abstreiferprodukt herausgeschnittenen Mittelöles,
- 6.) Tabelle 10: Produktuntersuchung des mit Leichtbenzin gestellten Fertigbenzins,
- 7.) Tabelle 11: Fraktionszerlegung des Fertigbenzins,
- 8.) Tabelle 12: Restbenzin- und Aromatenuntersuchung des Fertigbenzins,
- 9.) Tabelle 13: Fraktionszerlegung des durch SO<sub>2</sub>-Extraktion gewonnenen Extraktes des Fertigbenzins.

#### VII. Produkterprobung des Fertigbenzins im Überlademotor.

Entscheidend für die Beurteilung des Benzins ist das Verhalten im Überlademotor. Die im Technischen Prüfstand Oppau am BMW-Überlademotor ermittelte Überladekurve des DHD-Fertigbenzins ist auf Tafel 6 im Vergleich mit den Überladekurven von VT 705 und CV<sub>2</sub>b aufgetragen und zeigt eine deutliche Verbesserung noch über das aus gleichem Rohstoff hergestellte Aromatisierungsbenzin CV<sub>2</sub>b hinaus. Dem Verhalten der verschiedenen Benzine im Überlademotor gehen die nach der Motor-Methode bestimmten Klopffzahlen parallel, wie folgende Zahlen zeigen:

Produkt:	VT 705	CV <sub>2</sub> b	DHD	VT 706b	VT 706
Oktanzahl Motor-Methode ohne Pb	73	79	84,5	79	82,5
+ 0,12 Pb	90,5	91	94,5	91	93

In der Tabelle sind die bei VT 706b und VT 706 ermittelten Klopffwerte zum Vergleich mitaufgeföhrt. Hiennach erweist sich das DHD-Benzin auch noch diesen beiden Kraftstoffen gegenüber überlegen bzw. im Vergleich zu VT 706 zumindest gleichwertig.

67

**Tabella 2.**

**Mengen und Zusammensetzung der Entspannungs- und DHD-Kammer (Kohlenwasserstoff-Verteilung).**

	Überschussgas des Kreislaufes		Entspannungsgas des Abstreifers		Destillations- und Stabilisiergas	Gesamtmenge in Obn		Gesamtmenge kg C	Gesamtmenge kg KW	KW-Verteilung
	Vol.-%	Obn	Vol.-%	Obn		Obn	Obn			
Menge pro t Einspritzung		180 Obn		74 Obn	12 Obn	261,5 m <sup>3</sup>	149,06 kg	185,82 kg		
						(ohne C <sub>5</sub> )	(ohne C <sub>5</sub> )	(ohne C <sub>5</sub> )		
CO <sub>2</sub>			0,15	0,11	0,40	0,05	0,16			
H <sub>2</sub> S										
NH <sub>3</sub>			0,03	0,02	0,08	0,01	0,03			
O <sub>2</sub>										
CO	0,25	0,45								
H <sub>2</sub>	55,50	99,90	5,80	4,29	0,05	0,01	104,20			
N <sub>2</sub>	0,88	1,58	0,40	0,30	0,77	0,09	1,97			
Ungesättigte KW (MC = 3)	0,05	0,09	0,40	0,30	0,70	0,08	0,47	0,70	0,82	0,4
CH <sub>4</sub>	31,14	56,06	22,05	16,32	0,05	0,01	72,39	36,20	48,25	25,8
C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>	8,08	14,54	30,35	22,45	3,60	0,43	37,42	37,42	46,80	25,1
C <sub>3</sub> H <sub>8</sub>	2,48	4,46	24,35	18,02	47,80	5,73	28,21	42,34	51,80	27,8
C <sub>4</sub> H <sub>10</sub>	0,81	1,46	12,43	9,20	46,15	5,54	16,20	32,40	39,15	20,9
C <sub>5</sub> H <sub>12</sub> höhere Ges. KW	0,71	1,28	4,04	2,99	0,40	0,05				
	0,10	0,18								
Isobutan von Gesamtbutan	40,0	0,58	44,5	4,09	44,0	2,44	7,11	14,22	17,20	43,9

68

**Tabella 3.**

Periode	Betriebsbedingungen der vorangegangenen DHD-Periode								Koksab- gesamt kg	
	Einspritzung		Gas/ kg Ein- spritzung	Gew.-% Aromaten 1. Ab- in streifer Benzin		Vergasung bes. a. Einspritzung		Regenerations- zeit mit Luft		
	kg/h	h		%	%	%	%			
19	450	24	0,9	64	62	19,80	0,75	13	2 <sup>h</sup> 50'	15,5
21	450	26	0,9	67	65	18,54	0,81	12 1/2	3 <sup>h</sup> 30'	20,5
24	450	30	0,9	61	58	19,74	0,91	9	2 <sup>h</sup> 5'	15,5
25	450	24	0,9	63	60	19,25	0,99	12	2 <sup>h</sup> 25'	14,4
45	450	30	0,9	68	66	18,21	0,91	11	3 <sup>h</sup> 40'	17,8
46	450	35	0,9	70	69	17,44	0,91	12	4 <sup>h</sup> 15'	24,8
47	450	19	1,2	67	65	18,00	0,95	10	3 <sup>h</sup> 10'	18,0
48	450	10	1,2	68	66	17,00	1,11	8	1 <sup>h</sup> 5'	14,5
49	450	35	1,2	67	65	17,70	0,84	12	3 <sup>h</sup> 20'	19,9

**Tabella 4.**

Periode	Betriebsbedingungen der vorangegangenen DHD-Periode								Gesamt- menge I-III kg Ei
	Mittlere Temperaturen in °C				Vergasung bes. a. Einspritzung		Koksbildung kg Gesamt	% der Eins- spritzg.	
	Ofen I	Ofen II	Ofen III	Ofen IV	%	%			
19	510	515	516	296	19,80	0,75	15,5	0,16	-1
21	505	516	518	296	18,54	0,81	20,5	0,17	-1
24	493	501	505	296	19,74	0,91	15,5	0,13	-1
25	498	503	505	296	19,25	0,99	14,4	0,13	-1
45	498	513	513	296	18,21	0,91	17,8	0,15	-1
46	495	514	514	296	17,44	0,91	24,8	0,16	-1
47	492	514	514	296	18,00	0,95	18,0	0,21	-1
48	490	510	518	296	17,00	1,11	12,5	0,28	-1
49	492	512	516	296	17,70	0,84	19,9	0,13	-1

Tabelle 3.

67

Code	Koksanfall in den einzelnen Öfen:											
	Regenerations-		Koksbildung		Ofen I		Ofen II		Ofen III		Ofen IV	
	ges. Regenerations-	zeit	kg Ge-	% d. Ein-	mit	% von	mit	% von	mit	% von	mit	% von
ung	ge-	mit	sant	spritzg.	Luft	Ges. Koks	Luft	Ges. Koks	Luft	Ges. Koks	Luft	Ges. Koks
2	sent	Luft	kg	%	Min.	%	Min.	%	Min.	%	Min.	%
75	13	2 <sup>h</sup> 50	15,5	0,16	100	34	80	32	40	15	40	19
81	12 <sup>1/2</sup>	3 <sup>h</sup> 30	20,5	0,17	80	28	130	35	75	18	50	19
91	9	2 <sup>h</sup> 5	15,5	0,13	85	39	40	23	67	25	33	13
99	12	2 <sup>h</sup> 25	14,4	0,13	75	31	40	21	45	23	50	25
01	11	3 <sup>h</sup> 40	17,8	0,15	101	36	59	25	76	25	25	14
01	12	4 <sup>h</sup> 15	24,8	0,16	180	46	75	15	110	30	20	9
5	10	3 <sup>h</sup> 10	18,0	0,21	90	42	40	17	80	27	18	14
1	8	1 <sup>h</sup> 5	17,5	0,28	70	42	40	20	35	26	15	12
4	12	3 <sup>h</sup> 20	19,9	0,13	116	41	70	28	49	17	31	14

Tabelle 4.

Code	Wärmetönung in den einzelnen Öfen:										
	Koksbildung		Gesamtwärmetönung von Ofen I-III, Cal/kg Einspritzg.	Ofen I		Ofen II		Ofen III		Ofen IV	
	kg	% der Gesamt		Cal/kg Einspr.	% v. Gesamt	Cal/kg Einspr.	% v. Ges.	Cal/kg Einspr.	% v. Gesamt	Cal/kg Einspr.	% v. Ges.
kg	%	Cal	Cal	%	Cal	%	Cal	%	Cal	%	
75	15,5	0,16	-116	-81	70	-28	24	-7	6	+ 22	19
81	20,5	0,17	-120	-74,5	62	-33	27,5	-12,5	10,5	+ 25	21
91	15,5	0,13	-122	-79	65	-33	27	-10	8	+ 22	18
99	14,4	0,13	-112	-76	68	-30	27	-6	5	+ 16	14
01	17,8	0,15	-114	-81	71	-33	29	-	-	+ 22	19
01	24,8	0,16	-125	-79	63	-37,5	30	-8,5	7	+ 24	19
5	18,0	0,21	-130	-87	67	-36,5	28	-6,5	5	+ 22	17
1	12,5	0,28	-140	-95	68	-36,5	26	-8,5	6	+ 23	16,5
4	19,9	0,13	-127	-96,5	76	-23	18	-7,5	6	+ 22	17

Tabelle 5.

Produktuntersuchung des Ausgangsproduktes und seiner Zerlegungs-  
produkte.

	Ausgangs- produkt: 5058/6434 Benzin Scholven	Leichtban- zin -90°C unstabili- siert	Leichtban- zin -90°C stabili- siert	Fraktion 90-190°C	Fraktion 90-190°C redest. auf Endpunkt 175-180°C
Spez. Gewicht/15°C	0,760	0,676	0,710	0,795	0,779
Anilinpunkt I °C	+ 44,5	+ 49,5	+ 46,8	+ 41,6	+ 41,8
" II °C	+ 52,0	+ 53,2	+ 52,7	+ 51,7	+ 51,6
<u>A.S.T.M.</u>					
Siedebeginn °C	44	33	48	98	92
Vol. % -40°C	-	8,5	-	-	-
" -50°C	1,0	35,0	1,0	-	-
" -60°C	5,0	60,0	26,5	-	-
" -70°C	10,0	84,0	65,0	-	-
" -80°C	18,0	96,0	92,0	-	-
" -90°C	27,0	-	96,0	-	-
" -100°C	35,0	-	-	0,8	4,0
" -110°C	44,0	-	-	10,0	30,0
" -120°C	53,0	-	-	27,0	45,0
" -130°C	60,0	-	-	41,0	59,0
" -140°C	67,0	-	-	52,0	71,0
" -150°C	72,0	-	-	61,0	81,0
" -160°C	77,0	-	-	71,0	90,0
" -170°C	84,0	-	-	83,0	96,0
" -180°C	92,0	-	-	93,0	-
Endpunkt °C/%	189/97,5	89/97,5	93/97	187/98,2	176/98,0
Rückstand %	1,0	1,0	1,5	1,2	1,2
Verlust %	1,5	1,5	1,5	0,6	0,8
<u>Klopfwerte:</u>					
<u>Research-Methode</u>					
ohne Pb	67	-	81,0	-	-
+ 0,12 Pb	-	-	97,5	-	-
<u>Motor-Methode</u>					
ohne Pb	-	-	79,5	-	-
+ 0,12 Pb	-	-	94,5	-	-
<u>Zusammensetzung:</u>					
Gew. % Paraffine	36	42,0	40,0	34	34
" % Naphthene	52	52,0	53,0	52,5	52,5
" % Aromaten	10	4,5	5,5	11,5	11,5
" % Ungesättigte	2	1,5	1,5	2	2



Tabelle 6.

Produktuntersuchung des Einspritzproduktes (Fraktion 90-175°C)  
in die DHD - Kammer.

		Gesamtprodukt:		
Spez.Gewicht bei 15°C	0,776	<u>Elementaranalyse</u>	%	%/100 grC
Anilinpunkt I °C	+ 41,6	Kohlenstoff	85,89	100,00
Anilinpunkt II °C	+ 51,5	Wasserstoff	14,14	16,46
Jodzahl	1,9	Sauerstoff	0,00	0,00
<u>Siedekurve</u>	<u>100 gr Engler</u>	Stickstoff	<0,01	<0,01
Siedebeginn °C	92	Schwefel	<0,01	<0,01
Gew.% -100°C	3,2	Chlor	<0,01	<0,01
" % -125°C	46,4	<u>Zusammensetzung</u>	Gew. %	
" % -150°C	73,9	Paraffine	34	
" % -160°C	82,7	Naphthene	52,5	
" % -170°C	92,1	Aromaten	11,5	
Endpunkt °C/%	178/98,0	Ungesättigte	2	
Rückstand %	1,6			
Verlust %	0,4			

Fraktionserlegung: (2 kg Produkt)

Fraktion	g	Gew. %	Spez.Gew. bei 15°C	Anilinpunkt I	Anilinpunkt II	Gew. % Aromaten
80-100°C	522	26,1	0,753	+ 40,2	+ 48,5	10
100-120°C	420	21,0	0,768	+ 39,8	+ 51,1	13,5
120-140°C	324	16,2	0,785	+ 42,4	+ 54,5	14,5
140-160°C	328	16,4	0,801	+ 45,0	+ 55,0	12
160-180°C	342	17,1	0,825	+ 47,3	+ 55,4	10
Rückstand	60	3,0	0,850	-	-	-
Verlust	4	0,2	-	-	-	-

Tabelle 7.

Produktuntersuchung des Abstreiferproduktes der DHD-Kammer.

		Elementaranalyse		
Spez.Gewicht b.15°C	0,815	%	%/100 gr C	
Anilinpunkt I °C	-12,2 (berechnet)	Kohlenstoff	88,99	100,00
Anilinpunkt II °C	+ 56,0	Wasserstoff	11,04	12,41
Jodzahl	2,0	Sauerstoff	0,00	0,00
<u>Siedekurve</u>	<u>100 gr Engler</u>	Stickstoff	0,01	0,01
Siedebeginn °C	45	Schwefel	<0,01	<0,01
Gew.% -50°C	0,98	Chlor	<0,01	<0,01
" % -75°C	8,33	oberer Heizwert	10 494 cal.	
" % -100°C	30,73	unterer "	9 898 "	
" % -125°C	58,14	<u>3 kg-Zerlegung:</u>		
" % -150°C	82,21		unstabilisiert	stabilisiert
" % -175°C	91,96	Gew.% bis 165°C	94,2	91,6
" % -200°C	94,69	" > 165°C	5,7	
Endpunkt °C/%	216/95,96	" Verlust	0,1	2,6
Rückstand %	1,40			
Verlust %	2,64			

Fraktionserlegung: (2 kg Produkt)

Fraktion	g	Gew. %	Spez.Gew. bei 15°C	Anilinpunkt I	Anilinpunkt II	Gew. % Aromaten
-75°C	348	17,4	0,686	-	+ 53,6	
75-100°C	402	20,1	0,782	+ 6,3	+ 55,2	45
100-120°C	462	23,1	0,845	-34,0	+ 62,4	90
120-140°C	352	17,6	0,862	ber. -46,4	+ 66,3	97,5
140-160°C	220	11,0	0,870	ber. -48,5	> 66	97,5
160-180°C	100	5,0	0,892	ber. -50,3	> 66	97,5
Rückstand	110	5,5	0,970	ber. -52,9	> 66	97,5
Verlust	6	0,3	-	ber. -	-	-

Tabelle 8.

71

Produktuntersuchung des im Betrieb aus dem Abstreiferprodukt ohne Leichtbenzinzusatz herausgeschnittenen stabilisierten Benzins -165°C.

Spez. Gewicht b. 15°C	0,807	<u>Elementaranalyse</u>	<u>%</u>	<u>%/100 gr C</u>
Anilinpunkt I °C	-14,0 (korr.)	Kohlenstoff	88,65	100,00
Anilinpunkt II °C	+ 57,4	Wasserstoff	11,33	12,78
Jodzahl	2,2	Sauerstoff	0,00	0,00
<u>Siedekurve</u>	<u>A.S.T.M.</u>	Stickstoff	0,02	0,02
Siedebeginn °C	55	Schwefel	<0,01	<0,01
Vol. % -60°C	1,5	Chlor	<0,01	<0,01
" " -70°C	5,5	oberer Heizwert	10 582 cal	
" " -80°C	12,5	unterer " "	9 970 "	
" " -90°C	25,0	<u>Teste des unverbleiten Benzins:</u>		
" " -100°C	39,0	Dampfdruck atm	0,402	
" " -110°C	56,0	Brechungsindex	1,4651	
" " -120°C	69,0	Dokortest	negativ	
" " -130°C	81,0	Cu-Streifen	gut	
" " -140°C	88,5	Cu-Schale	0,8 mg	
" " -150°C	93,0	<u>Teste des mit 0,12 Pb verbleiten Benzins:</u>		
" " -160°C	96,0	Cu-Schale	4,4 mg	
Endpunkt °C/%	166/98,0	Bombentest	ohne Abfall	
Rückstand %	1,4	Glasschale vor Al- terung	1,4 mg	
Verlust %	0,6	Glasschale nach Al- terung	5,6 mg	
<u>Zusammensetzung</u>	<u>Gew. %</u>	<u>Klopffwerte:</u>		
Paraffine	18	Research-Methode	ohne Pb	+0,12 Pb
Naphthene	13	Motor-Methode	98	107
Aromaten	68		87	95
Ungesättigte	1			

Tabelle 9.

72

Produktuntersuchung des im Betrieb aus dem Abstreiferprodukt  
herausgeschnittenen Mittelöles > 165°C.

Spez. Gewicht b. 15°C	0,945	<u>Elementaranalyse</u>	%	%/100 gr O
Anilinpunkt I °C	-52,2 berechn.	Kohlenstoff	91,30	100,00
Jodzahl	7,2	Wasserstoff	8,74	9,57
% Ungesättigte	2,5	Sauerstoff	0,00	0,00
<u>Siedekurve</u>	<u>100 gr</u> <u>Engler</u>	Stickstoff	0,012	0,013
Siedebeginn °C	175	Schwefel	<0,01	<0,01
Gew. % -200°C	59,0	Chlor	0,00	0,00
" % -225°C	88,0	<u>oberer Heizwert</u>	10 117 cal	
" % -250°C	91,5	<u>unterer</u> "	9 646 "	
" % -275°C	95,0	<u>Zusammensetzung</u>	<u>Gew. %</u>	
" % -325°C	99,0	Paraffine	-	
Endpunkt °C/%	325/99,0	Naphthene	-	
Rückstand %	0,3	Aromaten	97,5	
Verlust %	0,7	Ungesättigte	2,5	

Tabelle 10.

73

## Produktuntersuchung des mit Leichtbenzin gestellten Fertigbenzins.

Farbe	wasserhell	Elementaranalyse:	%	g/100 g C
Geruch	gut	Kohlenstoff	87,90	100,00
Spez. Gew. b. 15°C	0,785	Wasserstoff	12,22	13,90
Anilinpunkt I °C	-1,0 korr.	Sauerstoff	0,00	0,00
" II °C	+ 56,0	Stickstoff	< 0,01	< 0,01
Jodzahl	0,63	Schwefel	< 0,01	< 0,01
A.S.T.M.	A.S.T.M.	Chlor	0,00	0,00
Siedebeginn 48°C	Siedebeginn 48°C	oberer Heizwert	10 731 Cal	
Vol. % -60°C 2,8	bei 63°C 5	unterer "	10 071 "	
" " -70°C 11,8	" 69°C 10	<b>Benzingtete:</b>		
" " -80°C 23,0	" 79°C 20	Dampfdruck atm	0,45	
" " -90°C 37,0	" 86°C 30	Brechungsindex	1,4502	
" " -100°C 51,0	" 93°C 40	Dokortest	negativ	
" " -110°C 65,0	" 100°C 50	Trübungspunkt	+ 12°C	
" " -120°C 75,0	" 109°C 60	Kristallisationspkt.	unter -60°C	
" " -130°C 83,0	" 118°C 70	Cu-Streifen	gut	
" " -140°C 90,0	" 130°C 80	<b>Lagerungstete:</b>		
" " -150°C 95,0	" 145°C 90	Cu-Schale	ohne Pb + 0,12% Pb	
" " -160°C 96,0	" 166°C 95	Bombentest	ohne Abfall	
Endp. °C/% 168/98,0	Endp. °C/% 168/97,5	Glasschale vor Alterung	0,5 mg	3,0 mg
Rückstand % 1,0	Rückstand % 1,5	Glasschale nach Alterung	3,0 mg	11,4/5,1 mg
Verlust % 1,0	Verlust % 1,0	<b>Zusammensetzung:</b>		
		Gew. %	Vol. %	
		Paraffine	24	26
		Naphthene	21	23
		Aromaten	54	50
		Ungesättigte	1	1
		<b>Klopfwerte:</b>		
		ohne Pb	+0,12% Pb	
		Research-Methode	94,0	105,0
		Motor-Methode	84,5	94,5

Tabelle 11.

74

## Fraktionszerlegung des Fertigbenzins.

Fraktion	-75°C	75-100°	100-120°	120-140°	140-160°	>160°
Gew. % vom Gesamtbenzin	31,2	15,3	25,4	16,2	4,1	3,9
Spez. Gewicht b. 15°C	0,702	0,759	0,841	0,854	0,859	0,893
Anilinpunkt I °C	+ 43,0	+ 30,7	-31,9 ber.	-39,5 ber.	-42,6 ber.	-43,2 ber.
Anilinpunkt II °C	+ 53,7	+ 55,8	+ 62,0	+ 65,0	>65	>65
A.S.T.M. Siedebeginn °C	41	81	105	130	145	162
°C/%	50/5,8	85/48,0	109/70,0	135/55,0	150/39,5	165/17,0
°C/%	55/27,0	90/87,0	110/94,0	136/85,5	155/86,0	170/88,0
°C/%	60/48,0			137/96,5	156/90,0	
°C/%	65/70,0				158/96,0	
°C/%	70/93,5					
Endpunkt °C/%	72/97,5	95/98,0	111/98,0	138/98,5	159/98,0	175/98,0
Rückstand %	0,5	1,0	1,0	1,0	1,0	1,2
Verlust %	2,0	1,0	1,0	0,5	1,0	0,8
<b>Zusammensetzung:</b>		Gew. %	Gew. %	Gew. %	Gew. %	Gew. %
Aromaten	10	29	84	95	100	100
Paraffine	41	37	11	3,5	-	-
Naphthene	48	33	4	1	-	-
Ungesättigte	1	1	1	0,5	-	-
<b>Klopfwerte:</b>		Q.Z.	Q.Z.	Q.Z.	Q.Z.	Q.Z.
Research-Methode ohne Pb	84		106,5	106,5	-	-
Research-Methode + 0,12 Pb	97		116	118	-	-
Motor-Methode ohne Pb	80		91,5	95	93	91,5
Motor-Methode + 0,12 Pb	99		97	101,5	100	-

Tabelle 12.

75

Restbenzin- und Aromaten-Untersuchung des Fertigbenzins  
durch SO<sub>2</sub>-Extraktion.

Produkt	Gesamt- produkt	Raffinat (Rest- benzin)	Restben- zin -100° (Raffi- nat)	Rest- benzin >100° (Raffinat)	Extrakt (Aromaten)
Gew. %	100	44,3	(88,5)	(11,5)	55,7
Spez. Gewicht/15°C	0,785	0,703	0,699	0,741	0,872
Anilinpunkt I °C	-1,0	+ 54,8	+ 54,7	+ 55,0	-59,6
Anilinpunkt II °C	+ 56,0	+ 56,5	+ 55,8	+ 60,5	-
<u>Siedekurve</u>	<u>A.S.T.M.</u>	<u>A.S.T.M.</u>	<u>A.S.T.M.</u>	<u>A.S.T.M.</u>	<u>Podbielniak- Destillation</u>
Siedebeginn °C	48	40	40	96	
Vol. % -60°C	2,8	13,0	18,0	-	Vorlauf = 1,6%
Vol. % -70°C	11,8	32,0	44,0	-	Benzol = 10,8%
" " -80°C	23,0	56,0	77,0	-	Zwifrakt. = 3,4%
" " -90°C	37,0	71,0	98,0	-	Toluol = 37,6%
" " -100°C	51,0	82,0	-	6,0	Zwifrakt. = 3,5%
" " -110°C	65,0	88,0	-	44,0	Xylol = 27,0%
" " -120°C	75,0	90,0	-	67,0	höhere Aromaten = 14,9%
" " -130°C	83,0	92,0	-	79,0	Verlust = 1,2%
" " -140°C	90,0	94,0	-	86,0	
" " -150°C	95,0	96,0	-	92,5	
" " -160°C	96,0	-	-	97,0	
Endpunkt 0/°	168/98,0	155/97,5	90/98,0	165/98,5	
Rückstand %	1,0	1,0	1,0	1,5	
Verlust %	1,0	1,5	1,0	0	
<u>Zusammensetzung:</u>	<u>Gew. %</u>	<u>Gew. %</u>	<u>Gew. %</u>	<u>Gew. %</u>	
Paraffine	24	53,5	52,5	64,5	
Naphthene	21	44,5	46,0	30,0	
Aromaten	54	1,5	1,0	5,0	
Ungesättigte	1	0,5	0,5	0,5	
<u>Klopffwerte:</u>					
Research-Methode ohne Pb	94	73,5	79,5	52,0	
Research-Methode + 0,12 Pb	105	91,0	94,5	78,5	
Motor-Methode ohne Pb	84,5	74,0	77,0	52,5	
Motor-Methode + 0,12 Pb	94,5	90,0	94,0	76,5	

Tabelle 13.

Fraktionszerlegung des durch SO<sub>2</sub>-Extraktion gewonnenen Extraktes  
des Fertighbenzins.

Fraktion	75-100°	100-120°	120-140°	140-160°	>160°
Gew.% vom Gesamt-Extrakt	12,1	40,6	27,0	9,4	7,2
Gew.% vom Gesamt-Benzin	6,7	22,6	15,0	5,2	4,0
Spez.Gewicht bei 15°	0,876	0,871	0,870	0,873	0,895
Anilinpunkt I °	-55,5 ber.	-63,9 ber.	-59,7 ber.	-54,9 ber.	-53,9 ber.
<u>S.T.M.</u>					
Siedebeginn °	77	104	131	143	160
°C/%	80/42,0	110/95,5	135/45,5	150/17,0	165/24,0
°C/%	85/95,0			155/77,5	170/90,0
°C/%	90/97,0			160/98,5	
Endpunkt °C/%	94/98,5	111/98,5	137/98,5	161/98,8	174/98,5
Rückstand %	0,6	0,8	0,8	0,8	1,2
Verlust %	0,9	0,7	0,7	0,4	0,3
<u>Klopfwerte:</u>					
Motor-Methode ohne Pb	106	109	103	97	93,5

Tabelle 2. Messungen und Zusammenfassung der Stoffmengen Gasphase der DHD-Kammer.

Menge Gas zu Einströmung	180 Liter X		74 Liter X		12 Liter X		267,5 Liter X (auf 85°)		14906 Liter X (auf 85°)		18245 Liter X (auf 85°)		K.W. Umwälzung
	Vol. %	Liter	Vol. %	Liter	Vol. %	Liter	Vol. %	Liter	Vol. %	Liter	Vol. %	Liter	
CO <sub>2</sub>	-	-	0,15	0,11	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
H <sub>2</sub>	-	-	0,03	0,02	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08	0,08
H <sub>2</sub> O	0,25	0,45	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
H <sub>2</sub>	55,51	99,96	5,80	4,29	0,45	0,45	0,45	0,45	0,45	0,45	0,45	0,45	0,45
H <sub>2</sub>	4,85	0,55	0,40	0,30	0,42	0,42	0,42	0,42	0,42	0,42	0,42	0,42	0,42
Wasserdampf-KW (auf 85°)	0,05	0,09	0,48	0,30	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20	0,20
H <sub>2</sub>	31,14	56,06	22,05	16,32	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
H <sub>2</sub>	5,05	14,04	30,35	22,45	3,60	3,60	3,60	3,60	3,60	3,60	3,60	3,60	3,60
H <sub>2</sub>	2,43	4,46	24,35	18,00	4,80	4,80	4,80	4,80	4,80	4,80	4,80	4,80	4,80
H <sub>2</sub>	0,59	1,16	12,43	9,20	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40	0,40
H <sub>2</sub>	0,21	0,42	4,54	3,39	-	-	-	-	-	-	-	-	-
H <sub>2</sub>	0,10	0,18	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Wasserdampf-KW	40,0	0,58	44,5	4,09	44,0	4,09	44,0	4,09	44,0	4,09	4,09	4,09	4,09
Wasserdampf-KW	77	77,20	77	77,20	77	77,20	77	77,20	77	77,20	77	77,20	77

(78)

Tabelle 1.

Betriebsbedingungen und Betriebsergebnisse

Periode	18	19	20	21	22	23
<b>Betriebsbedingungen:</b>						
Gesamtdruck atm (Eingang Ofen I)	40	50	50	40	50	50
H <sub>2</sub> -Druck atm (Eingang Ofen I)	29,1	29,7	29,6	22,8	48,0	30,5
oben Gas/kg Einspritzung	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9
Einstr.-/Mitteltemp. Ofen I	543/515	540/510	541/512	536/509	544/515	538/500
" " " " II	535/518	535/515	535/515	537/516	527/513	527/500
" " " " III	526/522	527/516	527/518	528/518	525/514	515/500
" " " " IV	207/296	219/296	294/296	291/296	208/296	289/296
Durchsatz (bz. Einspritzl.) Ltr. Kontakt. und Standen	0,46	0,48	0,48	0,46	0,48	0,46
Einspritzdauer Standen	24	24	24	26	24	27
Regenerationszeit	16	13	15	1242	13	11
<b>Rohbilanz Kammer-Austrag:</b>						
Abstreiferprodukt (einschl. Gasphase)	74,50	79,29	79,85	80,48	77,30	79,20
H <sub>2</sub> -Abspaltung	0,74	0,75	0,79	0,01	0,73	0,82
KW-Vergasung	24,43	19,80	20,20	18,54	21,80	19,83
Koko	0,23	0,16	0,16	0,17	0,17	0,15
<b>Abstreiferprodukt:</b>						
spez. Gewicht bei 15°C	0,815	0,806	0,808	0,815	0,810	0,812
Gew. % Aromaten (im stabilis. Abstreifer)	69	64	68	67	68	64
Gew. % -165°C (im stabilis. Abstreifer)	84,7	93,0	93,0	93,4	92,3	92,5
<b>Benzin -165°C stabilisiert:</b>						
(aus DHD-Abstreifer)						
spez. Gewicht bei 15°C	0,804	0,799	0,804	0,804	0,809	0,805
Jodzahl	1,4	1,2	1,5	1,5	1,6	1,5
Gew. % Aromaten	67	62	66	65	66	62
ASTM: Siedebeginn °C	42	43	38	39	49	54
" " " " -100°C	39	38	39	37	33	30
Endpunkt °C/%	160/98	166/98	166/98,5	166/98,5	167/98,5	168/98,5
<b>Betriebsergebnisse:</b>						
Leistung Benzin-165°C	0,31	0,33	0,35	0,35	0,34	0,35
Vergasung bez. auf Benzin + Vergasung	26,7	21,3	21,2	20,1	23,5	21,5
oben Überschussgas/ t Einspritzung	165	169	168	161	156	159
Gasdichte des Kreislaufgases	0,47	0,44	0,42	0,45	0,43	0,42
H <sub>2</sub> in Kreislaufgas	43,5	51,4	53,2	57,2	56,0	61,0

Eing.-/Mitteltemp. Or. I	543/515	540/510	541/512	538/505	544/515	538/505
" " " " II	535/518	535/515	535/516	537/516	527/513	527/505
" " " " III	526/522	527/516	527/518	528/518	525/514	515/510
" " " " IV	287/296	289/296	294/296	291/296	288/296	289/296
Durchsatz (ca Einspr.) Ltr. Kontakt und Stunden	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48
Einspritzdauer Stunden	24	24	24	26	24	27
Regenerationszeit "	16	13	15	1242	13	11
Rohbilanz Kammer-Ausgang:						
Abstreiferprodukt C <sub>4</sub> -frei (einschl. Gasbenzin)	Gew.% 74,60	Gew.% 79,29	Gew.% 78,85	Gew.% 80,48	Gew.% 77,30	Gew.% 79,20
H <sub>2</sub> -Abspaltung	0,74	0,75	0,79	0,61	0,73	0,82
KW-Vergasung	24,43	19,80	20,20	18,54	21,80	19,83
Koks	0,23	0,16	0,16	0,17	0,17	0,15
Abstreiferprodukt:						
spez. Gewicht bei 15°C	0,815	0,806	0,808	0,815	0,810	0,812
Gew.% Aromaten (im stabilis. Abstreifer)	69	64	68	67	68	64
Gew.% -165°C (im stabilis. Abstreifer)	84,7	93,0	93,0	93,4	92,3	92,5
Benzin -165°C stabilisiert: (aus DHD-Abstreifer)						
spez. Gewicht bei 15°C	0,804	0,799	0,804	0,804	0,809	0,805
Jodzahl	1,4	1,2	1,5	1,5	1,6	1,5
Gew.% Aromaten	67	62	66	65	66	62
ASTM: Siedebeginn °C	42	48	38	39	49	54
% -100°C	39	38	39	37	33	30
Endpunkt °C/%	160/ 98	166/ 98	168/ 98,5	166/ 98,5	167/ 98,5	168/ 98,5
Betriebsergebnisse:						
Leistung Benzin-165°C	0,31	0,33	0,35	0,35	0,34	0,35
Vergasung bez. auf Benzin + Vergasung %	26,7	21,3	21,2	20,1	23,5	21,3
qm Überschussgas/ % Ein- spritzung	165	169	168	161	156,1	159
Gasdichte des Kreislauf- gases	0,47	0,44	0,42	0,45	0,43	0,42
% H <sub>2</sub> im Kreislaufgas	48,6	51,4	53,2	57,2	56,0	61,0

Tabelle 1.

und Betriebsbedingungen in den einzelnen Fahrperioden.

	23	24	25	26	45	46	47	48
50	50	50	50	50	50	50	50	50
2,8	48,0	30,5	32,4	30,5	31,2	29,6	29,5	28,7
0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	1,2
38/505	544/515	538/502	535/493	537/498	535/493	537/498	531/495	536/492
37/516	527/513	527/505	524/501	522/503	523/502	532/513	534/514	530/514
28/518	525/514	515/510	513/505	513/505	515/506	518/513	522/514	520/514
91/296	288/296	289/296	292/296	292/296	292/296	292/296	292/296	292/296
0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48
24	27	30	24	24	30	35	19	10
13	11	9	12	10	11	12	10	8
Gew.%	Gew.%	Gew.%	Gew.%	Gew.%	Gew.%	Gew.%	Gew.%	Gew.%
0,48	77,30	79,20	79,22	79,63	80,22	80,73	81,49	80,84
0,61	0,73	0,82	0,91	0,99	0,93	0,91	0,91	0,95
8,54	21,80	19,83	19,74	19,25	18,70	18,21	17,44	18,00
0,17	0,17	0,15	0,13	0,13	0,15	0,15	0,16	0,21
0,815	0,810	0,812	0,810	0,810	0,810	0,810	0,809	0,809
68	68	64	61	63	63	68	70	67
3,4	92,3	92,5	92,5	93,0	92,3	94,0	93,5	96
0,805	0,803	0,805	0,803	0,803	0,802	0,801	0,803	0,803
1,5	2,1	1,5	1,8	1,8	1,8	2,8	3,2	1,8
62	58	62	60	60	66	66	69	65
49	54	54	48	55	42	46	53	42
33	30	30	40	33	39	31	37	38
167/ 98,5	167/ 98,5	168/ 98,5	168/ 98	164/ 97,5	168/ 98,5	167/ 97,5	168/ 98,0	167/ 98,0
0,35	0,34	0,35	0,36	0,35	0,34	0,34	0,34	0,35
0,1	23,5	21,5	19,2	20,6	20,2	18,5	19,1	18,7
61	156	159	163	175	165	172	174	191
0,45	0,43	0,42	0,38	0,39	0,45	0,39	0,40	0,40
7,2	56,0	61,0	64,0	61,0	62,5	59,1	59,0	57,4

Tabelle 1.

Betriebsbedingungen und Betriebsergebnisse in

Periode	18	19	20	21	22	23
Betriebsbedingungen:						
Gesamtdruck atm (Eingang Ofen I)	60	50	50	40	50	50
H <sub>2</sub> -Druck atm (Eingang Ofen I)	29,1	25,7	26,5	22,8	48,0	30,5
qm Gas/kg Einspritzung	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9
Eing.-/Mitteltemp. Or. I	543/515	540/510	541/512	538/505	544/515	538/502
" " " " II	535/518	535/515	535/516	537/516	527/513	527/505
" " " " III	526/522	527/516	527/518	528/518	525/514	515/510
" " " " IV	287/296	289/296	294/296	291/296	288/296	289/296
Durchsatz (ca Einspr.) Ltr. Kontakt und Stunden	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48
Einspritzdauer Stunden	24	24	24	26	24	27
Regenerationszeit "	16	13	15	1242	13	11
Rohbilanz Kammer-Ausgang:						
Abstreiferprodukt C <sub>4</sub> -frei (einschl. Gasbenzin)	Gew.% 74,60	Gew.% 79,29	Gew.% 78,85	Gew.% 80,48	Gew.% 77,30	Gew.% 79,20
H <sub>2</sub> -Abspaltung	0,74	0,75	0,79	0,61	0,73	0,82
KW-Vergasung	24,43	19,80	20,20	18,54	21,80	19,83
Koks	0,23	0,16	0,16	0,17	0,17	0,15
Abstreiferprodukt:						
spez. Gewicht bei 15°C	0,815	0,806	0,808	0,815	0,810	0,812
Gew.% Aromaten	69	64	68	67	68	64



Tabelle 1.

Betriebsbedingungen und Betriebsergebnisse in den einzelnen Fahrperioden.

	22	23	24	25	26	45	46	47	48
	50	50	50	50	50	50	50	50	50
	48,0	30,5	32,4	30,5	31,2	29,6	29,5	28,7	29,2
	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	1,2	1,2
	544/515 527/513 525/514 288/296	538/502 527/505 515/510 289/296	535/493 524/501 513/505 292/296	537/498 522/503 513/505 292/296	535/493 523/502 515/505 292/296	537/498 522/513 518/517 292/296	537/498 534/511 522/511 292/296	536/492 510/514 530/514 282/296	535/490 530/510 525/513 292/296
		0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48
		27	30	24	24	30	35	19	10
		11	9	12	10	17	12	10	8
		Gew. %	Gew. %	Gew. %	Gew. %	Gew. %	Gew. %	Gew. %	Gew. %
	77,30	79,20	79,22	79,63	80,22	80,73	81,49	80,84	81,61
	0,73	0,82	0,91	0,99	0,93	0,91	0,91	0,99	1,11
	21,80	19,83	19,74	19,25	18,70	18,21	17,44	18,00	17,00
	0,17	0,15	0,13	0,13	0,15	0,15	0,16	0,21	0,28
	0,815	0,810	0,812	0,810	0,810	0,810	0,809	0,809	0,809
	68	64	61	63	63	68	70	67	68
	92,5	92,5	92,5	93,0	92,3	94,0	93,5	96	96
	0,804	0,809	0,805	0,803	0,803	0,801	0,803	0,803	0,801
	1,5	1,5	1,5	2,1	1,8	1,8	2,8	3,2	1,8
	66	66	52	58	60	66	69	65	66
	49	49	54	54	48	55	42	46	53
	33	33	30	37	40	33	39	31	37
	166/ 98,5	167/ 98,5	168/ 98	168/ 97,5	168/ 98,5	167/ 97,5	168/ 98,0	167/ 99,0	167/ 98,0
	0,35	0,34	0,35	0,36	0,35	0,34	0,34	0,35	0,36
	20,7	21,5	19,2	19,2	20,6	20,2	18,5	19,1	18,7
	161	159	163	175	169	172	174	191	223
	0,4	0,42	0,38	0,39	0,45	0,39	0,40	0,40	0,41
	57,2	58,0	61,0	64,9	61,0	62,5	59,1	59,0	57,4

80

Tabelle 1.

Betriebsbedingungen und Betriebsergebnisse in d

Periode	18	19	20	21	22	23
<b>Betriebsbedingungen:</b>						
Gesamtdruck atm (Eingang Ofen I)	60	50	50	40	50	50
H <sub>2</sub> -Druck atm (Eingang Ofen I)	29,1	25,7	20,3	22,8	48,0	30,5
edm Gas/kg Einspritzung	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9
Eing.-/Mitteltemp. Of. I	543/515	540/510	541/512	538/505	544/515	538/502
" " " II	535/518	525/515	535/516	537/516	527/513	527/505
" " " III	526/522	527/516	527/518	528/518	525/514	515/510
" " " IV	287/296	289/296	294/296	291/296	288/296	289/296
Durchsatz (kg Einspr./ ltr. Kontakt und Stunde)	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48
Einspritzdauer Stunden	24	24	24	25	24	27
Regenerationszeit "	16	13	15	12 1/2	13	11
<b>Robbilanz Kammer-Ausgang:</b>						
Asbestfaserprodukt C <sub>4</sub> -Frei	Gew. %	Gew. %	Gew. %	Gew. %	Gew. %	Gew. %
	74,60	73,29	73,85	70,48	71,30	70,00

80

Tabella 1.

Betriebsbedingungen und Betriebsergebnisse in %

Parameter	19	20	21	22	23	
<b>Betriebsbedingungen</b>						
Gedruckdruck am (Eingang Ofen I)	50	50	50	50	50	
H <sub>2</sub> -Druck am (Eingang Ofen I)	29,0	21,0	20,0	22,8	48,0	
Gas/Ag Elströmung	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	
Blas-/Mischtemp. Of. I	545/515	540/510	541/512	538/505	544/515	
" " " II	535/515	535/515	537/516	537/516	527/513	
" " " III	527/522	527/516	527/528	525/513	525/514	
" " " IV	297/295	299/295	294/295	291/295	298/295	
Reinigungszeit (ab. Einpr./Dr. Kontakt und Stände)	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	
Reinigungszeit (Stunden)	24	24	24	26	24	
Reinigungszeit (min)	18	13	15	1242	13	
<b>Rohmaterial-Kammer-Ansatz:</b>						
Abstreiferprodukt C <sub>2</sub> -Frei (abrechl. Gasbestand)	Gew. % 74,60	Gew. % 79,29	Gew. % 78,05	Gew. % 80,48	Gew. % 77,30	Gew. % 79,20
H <sub>2</sub> -Aussparung	0,74	0,75	0,73	0,63	0,73	0,52
KV-Verhältnis	24,43	19,80	20,20	18,54	21,80	19,83
Koks	0,25	0,10	0,16	0,17	0,17	0,15
<b>Abstreiferprodukt:</b>						
spez. Gewicht bei 15°C	0,815	0,806	0,808	0,815	0,810	0,812
Gew. % Aromaten (im stabilis. Abstreifer)	69	64	68	67	68	64
Gew. % -165°C (im stabilis. Abstreifer)	86,7	93,0	93,0	93,4	92,3	92,5
<b>Benzin -165°C stabilisiert:</b>						
(aus DHD-Abstreifer)						
spez. Gewicht bei 15°C	0,804	0,799	0,804	0,804	0,809	0,805
Jodsahl	1,4	1,2	1,5	1,5	1,6	1,5
Gew. % Aromaten	67	62	66	65	66	62
ASTM: Siedebereich °C	42	43	38	39	49	54
% -100°C	39	38	39	37	33	30
Endpunkt °C/g	160/98	156/98	163/98,5	163/98,5	167/98,5	166/98,5
<b>Betriebsergebnisse:</b>						
Leistung Benzin-165°C	0,31	0,33	0,35	0,35	0,34	0,35
Vergasung bez. auf Benzol + Vergasung %	26,7	21,5	21,2	20,1	23,5	21,5
abm. Überschussgas/ % Einströmung	163	169	168	161	156	159
Gasdicke des Kreislaufgases	0,47	0,44	0,42	0,43	0,43	0,42
% H <sub>2</sub> im Kreislaufgas	43,6	51,4	53,2	57,2	56,0	51,0

Periode	18	19	20	21	22	23
<b>Betriebsbedingungen:</b>						
Gesamtdruck atm (Eingang Ofen I)	60	50	50	40	50	50
H <sub>2</sub> -Druck atm (Eingang Ofen I)	29,1	25,7	26,1	22,8	48,0	30,5
cbm Gas/kg Einspritzung	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9
Eing.-/Mitteltemp. Of. I	543/515	540/510	541/512	538/505	544/515	538/502
" " " " II	535/518	535/515	537/516	537/516	527/513	527/505
" " " " III	526/522	527/516	527/518	528/518	525/514	515/510
" " " " IV	287/296	289/296	294/296	291/296	288/296	289/296
Durchsatz (kg Einspr./Ltr. Kontakt und Stunde)	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48
Einspritzdauer Stunden	24	24	24	26	24	27
Regenerationszeit "	16	13	15	1242	13	11
<b>Rohbilanz Kammer-Ausgang:</b>						
Abstreiferprodukt C <sub>1</sub> -frei (einschl. Gasbenzin)	Gew.% 74,60	Gew.% 79,29	Gew.% 78,35	Gew.% 80,48	Gew.% 77,30	Gew.% 79,20
H <sub>2</sub> -Abspaltung	0,74	0,75	0,79	0,81	0,73	0,82
KW-Vergasung	24,43	19,80	20,20	18,54	21,80	19,33
Koku	0,23	0,16	0,16	0,17	0,17	0,15
<b>Abstreiferprodukt:</b>						
spez. Gewicht bei 15°C	0,815	0,806	0,808	0,815	0,810	0,812
Gew.% Aromaten (im stabilis. Abstreifer)	69	64	68	67	68	64
Gew.% -165°C (im stabilis. Abstreifer)	86,7	93,0	93,0	93,4	92,3	92,5
<b>Benzin -165°C stabilisiert:</b>						
(aus DHD-Abstreifer)						
spez. Gewicht bei 15°C	0,804	0,799	0,804	0,804	0,809	0,805
Jodzahl	1,4	1,2	1,5	1,5	1,6	1,5
Gew.% Aromaten	67	62	66	65	66	62
ASTM: Siedebeginn °C	42	43	38	39	49	54
% -100°C	39	38	39	37	35	30
Endpunkt °C/%	160/98	166/98	164/98,5	166/98,5	167/98,5	168/98,5
<b>Betriebsergebnisse:</b>						
Leistung Benzin-165°C	0,31	0,33	0,35	0,35	0,34	0,35
Vergasung bez. auf Benzin + Vergasung %	26,7	21,8	21,2	20,1	23,5	21,5
cbm Überschussgas/ t Einspritzung	1,5	1,69	1,68	1,61	1,58	1,59
Gasdichte des Kreislaufgases	0,47	0,44	0,42	0,45	0,43	0,42
H <sub>2</sub> im Kreislaufgas	48,6	51,4	53,2	57,2	56,0	61,0

Tabelle 1.

Betriebsergebnisse in den einzelnen Feuerperioden.

21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
40	50	50	50	50	50	50	50	50	50
29,1	48,0	30,5	32,4	30,5	31,2	29,0	29,3	28,7	29,2
0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9
538/505	241/515	538/502	535/493	537/498	535/493	537/498	537/495	534/492	535/490
527/516	527/513	527/505	524/501	522/505	523/502	532/513	534/514	530/514	530/510
522/518	525/514	515/510	513/505	513/505	513/505	518/513	522/514	520/514	525/518
291/296	288/296	289/296	292/296	292/296	292/296	292/296	292/296	292/296	292/296
0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48
24	24	27	30	24	24	30	35	19	10
1242	13	11	9	12	10	11	12	10	10
Gew.%	Gew.%	Gew.%	Gew.%	Gew.%	Gew.%	Gew.%	Gew.%	Gew.%	Gew.%
0,48	77,30	79,20	79,24	79,63	80,22	80,73	81,49	80,54	81,61
0,74	0,73	0,82	0,91	0,93	0,93	0,91	0,91	0,93	1,11
24,43	21,80	19,83	19,74	19,25	18,70	18,21	17,44	19,00	17,00
0,17	0,17	0,15	0,13	0,13	0,15	0,15	0,15	0,21	0,23
0,812	0,810	0,810	0,810	0,810	0,810	0,810	0,809	0,809	0,809
69	64	61	63	63	68	70	67	67	64
86,7	92,5	92,5	93,0	92,3	94,0	93,5	96	96	96
0,804	0,809	0,805	0,803	0,803	0,802	0,801	0,803	0,805	0,801
1,4	1,6	1,5	2,1	1,8	1,8	2,2	2,2	1,8	1,5
67	66	62	58	60	60	66	69	65	66
42	49	54	54	48	55	42	46	53	42
39	33	30	37	40	33	39	31	38	38
160/98,5	167/98,5	168/98,5	168/98	164/98,5	168/98,5	167/98,5	168/98,0	167/98,0	167/98,0
0,35	0,34	0,35	0,36	0,35	0,34	0,34	0,34	0,35	0,36
20,1	23,5	21,5	21,2	20,6	20,2	18,5	19,1	18,7	19,2
1,5	1,5	1,59	1,63	1,75	1,69	1,72	1,74	1,91	2,27
0,45	0,43	0,42	0,43	0,43	0,45	0,43	0,40	0,40	0,41
48,6	56,0	61,0	61,9	61,0	62,5	69,2	69,0	67,4	68,4

Tabelle 1.

Betriebsbedingungen und Betriebsergebnisse

Periode	18	19	20	21	22	23
<b>Betriebsbedingungen:</b>						
Gesamtdruck atm						

81

Tabelle 1.

Betriebsbedingungen und Betriebsergebnisse

Periode	19	19	20	21	22	23
<b>Betriebsbedingungen:</b>						
Gesamtdruck atm (Eingang Ofen I)	60	50	50	40	50	50
H <sub>2</sub> -Druck atm (Eingang Ofen I)	29,1	25,7	26,0	27,0	42,0	30,5
uba Gas/kg Einspritzung	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9
Einr.-/Mitteltemp. Of. I	543/515	540/510	541/512	538/505	544/515	538/502
" " " II	535/516	535/515	537/516	537/516	527/513	527/502
" " " III	528/522	527/515	527/518	525/518	525/514	515/510
" " " IV	287/230	289/235	294/236	291/236	288/296	289/292
Durchsatz (als Einspritz./ Etr. Kontakt und Stunde)	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48
Einspritzdauer Stunden	24	24	24	26	24	27
Regenerationszeit "	16	13	15	12/2	13	11
<b>Rohbilanz Kessel-Ausgang:</b>						
Abstreiferprodukt C <sub>1</sub> -frei (einschl. Gasbenzol)	Gew. % 74,60	Gew. % 79,29	Gew. % 78,35	Gew. % 80,48	Gew. % 77,30	Gew. % 79,20
H <sub>2</sub> -Abspaltung	0,74	0,75	0,75	0,62	0,73	0,82
K <sub>1</sub> -Vergasung	24,43	19,80	20,20	18,54	21,80	19,83
Koks	0,23	0,16	0,16	0,17	0,17	0,15
<b>Abstreiferprodukt:</b>						
spez. Gewicht bei 15°C	0,815	0,806	0,805	0,815	0,810	0,812
Gew. % Aromaten (im stabilis. Abstreifer)	69	64	68	67	68	64
Gew. % -165°C (im stabilis. Abstreifer)	86,7	92,0	93,0	93,4	92,3	92,5
<b>Benzin -165°C stabilisiert:</b>						
(aus DID-Abstreifer)						
spez. Gewicht bei 15°C	0,804	0,799	0,800	0,804	0,809	0,805
Jodzahl	1,4	1,2	1,3	1,5	1,6	1,5
Gew. % Aromaten	67	62	66	65	60	62
ASTM: Siedebeginn °C	42	43	38	39	49	54
% -100°C	39	38	39	37	35	30
% Endpunkt °C/%	160/98	160/90	168/98,5	166/98,5	167/98,5	160/98,5
<b>Betriebsergebnisse:</b>						
Leistung bei 514-165°C	0,31	0,31	0,35	0,35	0,34	0,35
Vergasung bez. auf Benzin + Vergasung %	26,7	21,5	21,2	20,1	23,5	21,5
Überschussgas/1 Ein- spritzung	162	169	167	161	158	159
Gasdicke des Kreislauf- gases	0,47	0,46	0,42	0,45	0,43	0,42
% H <sub>2</sub> im Kreislaufgas	43,8	51,4	53,2	54,2	56,0	51,0

Tabella 1.

La Tab. 1. Betriev's re-annesse in don of adlyan Feurperiod.

21	22	23	24	25	26	45	46	47	48
40	50	50	50	50	50	50	50	50	50
22		30,5	32,4	30,5	31,2	29,5	29,5	28,7	29,2
9		0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	1,2	1,2
53		538/502	535/493	537/498	535/495	537/498	537/495	536/492	535/490
59		527/505	524/501	522/503	523/502	532/513	534/514	530/514	530/520
528/518	525/514	515/510	513/505	513/505	511/505	518/513	522/514	520/514	525/518
291/296	288/296	289/296	292/296	292/296	292/296	292/296	292/296	292/296	292/296
0,48	0,43	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48
26	24	27	30	24	24	30	35	19	110
1242	13	11	9	12	10	11	12	10	3
Gew. %	Gew. %	Gew. %	Gew. %	Gew. %	Gew. %	Gew. %	Gew. %	Gew. %	Gew. %
30,48	77,30	79,20	79,22	79,53	80,22	80,73	81,49	80,84	81,61
0,07	0,73	0,82	0,91	0,9	0,93	0,91	0,91	0,95	1,11
10,54	21,80	19,83	19,74	19,25	18,70	18,21	17,44	18,00	17,00
0,17	0,17	0,15	0,13	0,15	0,15	0,15	0,16	0,21	0,23
0,815	0,810	0,812	0,810	0,810	0,810	0,810	0,809	0,809	0,809
37	68	64	61	63	63	68	70	67	68
93,4	92,3	92,5	92,5	93,0	92,3	94,0	93,5	96	96
0,804	0,809	0,805	0,803	0,809	0,808	0,801	0,803	0,805	0,801
1,5	1,6	1,5	2,1	1,6	1,6	2,0	3,2	1,8	1,5
65	68	62	58	60	60	66	69	65	66
49		54	54	48	55	42	46	53	42
27		30	37	40	33	39	31	37	38
16		168/	168/	164/	168/	167/	163/	167/	167/
9		98,5	98	97,5	98,5	97,5	98,0	98,0	98,0
0,35	0,34	0,35	0,36	0,35	0,34	0,34	0,34	0,35	0,36
20,1	23,5	21,5	19,2	20,0	20,2	18,5	19,1	18,7	19,2
161	156	159	163	175	165	172	174	191	223
0,45	0,43	0,42	0,38	0,39	0,45	0,39	0,40	0,40	0,41
57,2	56,0	61,0	64,9	61,0	62,5	59,1	59,0	57,4	58,4

Betriebsbedingungen und Betriebsergebnisse in

Periode	18	19	20	21	22	23
<b>Betriebsbedingungen:</b>						
Gesamtdruck atm (Eingang Ofen I)	60	50	50	40	50	50
H <sub>2</sub> -Druck atm (Eingang Ofen I)	29,1	25,7	26,6	22,8	48,0	30,5
obere Gas/fg Einspritzung	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9
Eing.-/Mitteltemp. Öl. I	543/515	540/510	541/512	538/505	544/515	538/502
" " " II	535/518	535/515	531/516	537/516	527/513	527/505
" " " III	528/522	527/516	521/518	526/518	525/514	515/510
" " " IV	287/296	283/296	294/296	291/296	288/296	289/296
Durchsatz (Einspritzung/ Ltr. Kontakt und Stande)	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48
Einspritzdauer Stande	24	24	24	24	24	27
Regenerationszeit "	16	17	15	12 1/2	13	11
<b>Reinigungs-Kammer-Abstände</b>						
Abstreiferprodukt C <sub>1</sub> -Frakt (einschl. Saubenschicht)	Gew.% 74,60	Gew.% 79,29	Gew.% 78,35	Gew.% 80,48	Gew.% 77,30	Gew.% 79,20
H <sub>2</sub> -Abspaltung	0,74	0,75	0,79	0,81	0,73	0,82
KW-Vergasung	24,45	19,80	20,20	18,54	21,80	19,83
Koks	0,23	0,16	0,16	0,17	0,17	0,15
<b>Abstreiferprodukt:</b>						
spez. Gewicht bei 15°C	0,815	0,806	0,808	0,815	0,810	0,812
Gew.% Aromaten (im stabilis. Abstreifer)	69	64	68	67	68	64
Gew.% -165°C (im stabilis. Abstreifer)	86,7	93,0	93,0	93,4	92,3	92,5
<b>Benzin -165°C stabilisiert:</b> (aus DHD-Abstreifer)						
spez. Gewicht bei 15°C	0,804	0,799	0,802	0,804	0,809	0,805
Jpdzahl	1,4	1,2	1,5	1,5	1,6	1,5
Gew.% Aromaten	67	62	66	65	65	62
ASTM: Siedebeginn °C	42	41	38	39	49	54
% -100°C	39	38	39	37	35	30
Endpunkt °C/%	160/ 98	166/ 98	168/ 98,5	166/ 98,5	167/ 98,5	168/ 98,5
<b>Betriebsergebnisse:</b>						
Leistung Benzin-165°C	0,31	0,33	0,35	0,35	0,34	0,35
Vergasung bez. auf Benzin + Vergasung %	26,7	21,3	21,2	20,1	23,5	21,5
obere Überschussgas t Ein- spritzung	165	169	168	161	156	159
Gasdichte des Kreislauf- gases	0,44	0,44	0,42	0,45	0,43	0,42
% H <sub>2</sub> im Kreislaufgas	48,6	51,4	53,2	57,2	56,0	51,0

30,5	32,4	30,5	31,2	29,6	29,6	29,7	29,2
0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	1,2	1,2
538/502	535/493	537/498	535/493	537/498	537/495	536/492	535/490
527/505	524/501	522/503	523/502	532/513	534/514	530/514	530/510
515/510	513/505	513/505	513/506	518/513	522/514	520/514	525/518
289/296	292/296	292/296	292/296	292/296	292/296	292/296	292/296
0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48
26	24	24	24	30	35	19	10
12/2	13	11	9	12	10	10	8
Gew.-%	Gew.-%	Gew.-%	Gew.-%	Gew.-%	Gew.-%	Gew.-%	Gew.-%
70,48	77,30	79,20	79,22	79,63	80,22	80,73	81,49
0,61	0,73	0,82	0,91	0,98	0,93	0,91	0,91
18,54	21,80	19,83	19,74	19,25	18,70	18,21	17,44
0,17	0,17	0,15	0,13	0,15	0,15	0,15	0,16
0,815	0,810	0,812	0,810	0,810	0,810	0,809	0,809
57	68	64	61	63	63	68	70
93,4	92,3	92,5	92,5	93,0	92,3	94,0	93,5
0,804	0,809	0,805	0,803	0,803	0,803	0,801	0,803
1,5	1,6	1,5	2,1	1,8	1,6	2,8	3,2
65	62	62	58	60	60	66	69
54	54	54	48	48	42	46	46
30	37	37	40	40	39	31	37
168/98,5	168/98	164/97,5	168/98,5	167/97,5	168/98,0	167/98,0	167/98,0
0,33	0,34	0,35	0,36	0,35	0,34	0,34	0,35
20,1	23,5	21,5	19,2	20,6	20,2	18,5	19,1
161	156	159	163	175	165	172	174
0,45	0,43	0,42	0,38	0,38	0,45	0,39	0,40
57,2	56,0	61,0	64,9	61,0	62,5	59,1	59,0

82

Tabelle 1.  
Betriebsbedingungen und Betriebsergebnisse in

Periode	19	19	20	21	22	23
<b>Betriebsbedingungen:</b>						
Gesamtdruck atm (Eingang Ofen I)	60	50	50	40	50	50
H <sub>2</sub> -Druck atm (Eingang Ofen I)	29,1	25,7	24,6	22,8	48,0	30,5
oben Gas/ig Einspritzung	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9
Eing.-/Mitteltemp. Of. I	543/515	540/510	541/512	538/505	544/515	538/502
" " " II	535/518	535/515	535/516	537/516	527/513	527/505
" " " III	526/522	527/516	527/518	528/518	525/514	515/510
" " " IV	287/296	289/296	294/296	291/296	288/296	289/296
Durchsatz (Ltr. Kontakt und Stunde)	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48
Einspritzdauer Stunden	24	24	24	26	24	27
Regenerationszeit "	16	13	15	12/2	13	11
<b>Rohbilanz Kammer-Ausgänge:</b>						
Abstreiferprodukt C <sub>4</sub> -frei (einschl. Gasbenzin)	Gew.-% 74,60	Gew.-% 79,29	Gew.-% 78,85	Gew.-% 80,48	Gew.-% 77,30	Gew.-% 79,20
H <sub>2</sub> -Abspaltung	0,74	0,75	0,79	0,81	0,73	0,82
KW-Vergasung	24,43	19,00	20,20	18,54	21,80	19,83
Koks	0,23	0,16	0,16	0,17	0,17	0,15
<b>Abstreiferprodukt:</b>						
Spez. Gewicht bei 15°C	0,815	0,806	0,809	0,815	0,810	0,812
Gew.-% Aromaten (im stabilis. Abstreifer)	69	64	68	67	68	64
Gew.-% -165°C (im stabilis. Abstreifer)	86,7	93,0	93,0	93,4	92,3	92,5
<b>Benzin -165°C stabilisiert:</b>						
(aus DHD-Abstreifer)						
Spez. Gewicht bei 15°C	0,804	0,799	0,804	0,804	0,809	0,805
Spdzahl	1,4	1,2	1,5	1,5	1,6	1,5
Gew.-% Aromaten	67	62	66	65	65	62
ASTM Siedebeginn °C	42	43	38	39	49	54
% -100°C	39	38	39	37	33	30
Endpunkt °C/%	160/98	166/98	168/98,5	166/98,5	167/98,5	168/98,5
<b>Betriebsergebnisse:</b>						
Leistung Benzin-165°C	0,31	0,33	0,35	0,35	0,34	0,35
Vergasung bez. auf Benzin + Vergasung %	26,7	21,3	21,2	20,1	23,5	21,5
oben Überschussgas/ t Einspritzung	165	169	168	161	156	159
Gasdichte des Kreislaufgases	0,47	0,44	0,42	0,45	0,43	0,42
% H <sub>2</sub> im Kreislaufgas	48,6	51,4	53,2	57,2	56,0	61,0

Tabelle 1.

82

Betriebsergebnisse in den einzelnen Feuerperioden.

	22	23	24	25	26	45	46	47	48
	50	50	50	50	50	50	50	50	50
	48,0	30,5	32,4	30,5	31,2	29,6	29,5	28,7	29,2
	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	1,2	1,2
538/505	544/515	538/502	535/493	537/498	535/493	537/498	537/495	536/492	535/490
	527/513	527/505	524/501	522/503	523/502	532/513	534/514	530/514	530/510
	525/514	515/510	513/505	513/505	513/506	518/513	522/514	520/514	525/518
	288/296	289/296	292/296	292/296	292/296	292/296	292/296	292/296	292/296
	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48
	27	30	24	24	24	30	35	19	10
	11	9	12	10	11	12	10	10	8

Tabelle 1.

Ergebnisse in den einzelnen Fahrperioden.

		23	24	25	26	45	46	47	48
40	50	50	50	50	50	50	50	50	50
22,8	48,0	30,5	32,4	30,5	31,2	29,6	29,5	28,7	29,2
0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	1,2	1,2
538/505	544/515	538/502	535/493	537/498	535/493	537/498	537/495	536/492	535/490
537/516	527/513	527/505	524/501	522/503	523/502	532/513	534/514	530/514	530/510
528/518	525/514	515/510	513/505	513/505	515/506	518/513	522/514	520/514	525/518
291/296	288/296	289/296	292/296	292/296	292/296	292/296	292/296	292/296	292/296
0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48
26	24	27	30	24	24	30	35	19	10
1242	13	11	9	12	10	11	12	10	8
Gew. %	Gew. %	Gew. %	Gew. %	Gew. %	Gew. %	Gew. %	Gew. %	Gew. %	Gew. %
30,48	77,30	79,20	79,22	79,63	80,22	80,73	81,49	80,84	81,61
0,61	0,73	0,82	0,91	0,99	0,93	0,91	0,91	0,95	1,11
18,54	21,80	19,83	19,74	19,25	18,70	18,21	17,44	18,00	17,00
10,17	0,17	0,15	0,13	0,13	0,15	0,15	0,16	0,21	0,29
0,815	0,810	0,812	0,810	0,810	0,810	0,810	0,809	0,809	0,809
57	68	64	61	63	63	68	70	67	68
33		92,5	92,5	93,0	92,3	94,0	93,5	96	96
0,804	0,809	0,805	0,803	0,806	0,802	0,801	0,803	0,805	0,801
1,5	1,6	1,5	2,1	1,8	1,8	2,0	3,2	1,8	1,5
5	66	62	58	60	60	60	69	65	66
19	49	54	54	48	55	42	46	53	42
37	33	30	37	40	33	39	31	37	38
66/	167/	168/	168/	164/	168/	167/	168/	167/	167/
98,5	98,5	98,5	98	97,5	98,5	97,5	98,0	98,0	98,0
0,55	0,34	0,35	0,36	0,35	0,34	0,34	0,34	0,35	0,36
0,1	23,5	21,5	19,2	20,6	20,2	18,5	19,1	18,7	19,2
61	156	159	163	175	165	172	174	191	223
45	0,43	0,42	0,38	0,39	0,45	0,35	0,40	0,40	0,41
7,2	56,0	61,0	64,9	61,0	62,5	59,2	59,0	57,4	58,4



84

Tabellw 1.

Betriebsbedingungen und Betriebsergebnisse

Periode	18	19	20	21	22	23
<b>Betriebsbedingungen:</b>						
Gesamtdruck ab (Eingang Ofen I)	50	50	50	40	50	50
H <sub>2</sub> -Druck ab (Eingang Ofen I)	29,1	29,7	26,6	22,8	48,0	30,5
Gas/1kg Einspritzung	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9
Blas-/Mitteltemp. Of. I	543/515	540/510	541/512	538/505	544/515	538/502
" " " " II	539/510	535/510	538/518	537/516	527/513	527/505
" " " " III	523/522	521/516	527/519	524/513	525/514	515/510
" " " " IV	297/296	299/296	294/296	291/296	288/296	289/296
Durchsatz (kg Einspritz/Luftkontakt und Stunde)	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48
Einspritzdauer Stunden	24	24	24	26	24	27
Reparationszeit "	16	13	15	12/2	15	11
<b>Holzgas-Katalysat-Ausgang:</b>						
Abstreiferprodukt Gew.% (chemisch gasförmig)	74,60	73,29	78,85	70,48	77,30	79,20
H <sub>2</sub> -Abspaltung	0,74	0,75	0,79	0,81	0,73	0,82
K <sub>2</sub> O-Vergasung	24,45	19,20	20,20	18,54	21,80	19,33
Kohl	0,23	0,16	0,16	0,17	0,17	0,15
<b>Abstreiferprodukt:</b>						
spez. Gewicht bei 15°C	0,815	0,808	0,808	0,815	0,810	0,812
Gew.% Aromaten (zu stabilis. Abstreifer)	69	64	68	67	68	64
Gew.% -105°C (zu stabilis. Abstreifer)	66,7	63,0	63,0	63,4	62,3	62,5
<b>Benzin -105°C stabilisiert:</b>						
(aus DED-Abstreifer)						
spez. Gewicht bei 15°C	0,804	0,799	0,804	0,804	0,809	0,805
Jodzahl	1,4	1,2	1,5	1,5	1,6	1,5
Gew.% Aromaten	67	62	66	65	66	62
ASTM: Siedepunkt °C	42	43	38	39	49	54
" " -100°C	30	32	39	37	33	30
Explosionspunkt C/%	160/98	156/93	168/98,5	166/98,5	167/98,5	168/98,5
<b>Betriebsergebnisse:</b>						
Leistung Benzin-105°C	0,31	0,33	0,35	0,35	0,34	0,35
Verbrauch bez. auf Benzol + Vergasung %	20,7	21,3	21,2	20,1	23,5	21,5
Gasdurchsatz (kg/1kg Einspritzung)	165	169	169	161	156	159
Gasdruck des Kreislaufs	0,47	0,44	0,47	0,45	0,43	0,42
H <sub>2</sub> im Kreislauf	48,8	51,4	53,2	57,2	56,0	61,0

Periode	18	19	20	21	22	23
<b>Betriebsbedingungen:</b>						
Gesamtdruck atm (Eingang Ofen I)	60	50	50	40	50	50
H <sub>2</sub> -Druck atm (Eingang Ofen I)	29,1	25,7	26,5	22,8	48,0	30,5
obm Gas/lkg Einspritzung	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9
Eing.-/Mitteltemp.Ofen I	543/515	540/510	541/512	530/505	544/515	538/502
" " " II	535/518	535/515	535/516	537/516	527/513	527/505
" " " III	528/522	527/518	527/518	521/518	525/514	515/510
" " " IV	287/296	289/296	294/296	291/296	288/296	289/296
Durchsatz (kg Edspr. / Ltr. Kontakt und Stunde)	0,48	0,48	0,48	0,45	0,48	0,48
Einspritzdauer Stunden	24	24	24	26	24	27
Regenerationzeit "	16	15	15	1242	13	11
<b>Reibbilanz Katalysator-Ausgang:</b>						
Abstreiferprodukt C <sub>1</sub> -frei (einschl. Gasbenzol)	Gew. % 74,60	Gew. % 79,29	Gew. % 78,85	Gew. % 80,48	Gew. % 77,30	Gew. % 79,20
H <sub>2</sub> -Abspaltung	0,74	0,75	0,75	0,61	0,73	0,82
KW-Vergasung	24,43	19,20	20,20	18,54	21,80	19,33
Koks	0,23	0,16	0,16	0,17	0,17	0,15
<b>Abstreiferprodukt:</b>						
spez. Gewicht bei 15°C	0,815	0,806	0,808	0,815	0,810	0,812
Gew. % Aromaten (im stabilis. Abstreifer)	69	64	68	67	68	64
Gew. % -165°C (im stabilis. Abstreifer)	86,7	93,0	93,0	93,4	92,3	92,5
<b>Benzin -165°C stabilisiert:</b>						
(aus DHD-Abstreifer) spez. Gewicht bei 15°C	0,804	0,799	0,801	0,804	0,809	0,805
Jodzahl	1,4	1,2	1,5	1,5	1,6	1,5
Gew. % Aromaten	67	62	66	65	68	62
ASTM: Siedebeginn °C	42	43	48	39	49	54
% -100°C	39	38	39	37	35	30
Endpunkt °C/%	160/98	160/98	160/98,5	166/98,5	167/98,5	166/98,5
<b>Betriebsergebnisse:</b>						
Leistung Benzin-165°C	0,31	0,33	0,35	0,35	0,34	0,35
Vergasung bez. auf Benzin + Vergasung	26,7	21,5	21,2	20,1	23,5	21,5
obm Überschussgas/ v. Einspritzung	165	169	168	161	156	159
Gerdichte des Kreislaufgases	0,47	0,44	0,42	0,45	0,43	0,42
% H <sub>2</sub> im Kreislaufgas	48,5	51,4	53,2	57,2	56,0	61,0

Tabelle 1.

Leistungs- und Betriebsergebnisse in den einzelnen Fahrperioden.

21	22	23	24	25	26	45	46	47	48
40	50	50	50	50	50	50	50	50	50
22,8	48,0	30,5	32,4	30,5	31,2	29,5	29,5	28,7	29,2
0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	1,2	1,2
538/505	544/515	538/502	535/493	537/498	535/493	537/498	537/495	536/492	535/490
513/510	513/514	527/505	524/501	522/503	523/502	532/513	534/514	530/514	530/510
289/296	289/296	292/296	292/296	292/296	292/296	292/296	292/296	292/296	292/296
0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48
24	24	27	30	24	24	30	35	19	10
1242	13	11	9	12	10	11	12	10	8
Gew. % 80,48	Gew. % 77,30	Gew. % 79,20	Gew. % 79,22	Gew. % 79,63	Gew. % 80,22	Gew. % 80,73	Gew. % 81,49	Gew. % 80,84	Gew. % 81,61
0,61	0,73	0,82	0,91	0,99	0,93	0,91	0,91	0,95	1,11
18,54	21,80	19,83	19,74	19,25	18,70	18,21	17,44	19,00	17,00
0,17	0,17	0,15	0,15	0,13	0,15	0,15	0,16	0,21	0,28
0,815	0,810	0,812	0,810	0,810	0,810	0,810	0,809	0,809	0,809
69	68	64	61	63	63	68	70	67	68
93,4	92,3	92,5	92,5	93,0	92,3	94,0	93,5	96	96
0,804	0,809	0,805	0,803	0,803	0,802	0,801	0,803	0,803	0,801
1,5	1,6	1,5	2,1	1,8	1,8	2,3	3,2	1,8	1,5
65	66	62	58	60	60	66	69	65	66
39	49	54	54	48	55	42	46	53	42
37	33	30	37	40	33	39	31	37	38
166	167	168	168	164	168	167	168	167	167
98,5	98,5	98,5	98	97,5	98,5	97,5	98,0	98,0	98,0
0,35	0,36	0,35	0,35	0,35	0,34	0,34	0,34	0,35	0,36
21,5	19,2	19,2	19,2	20,0	20,2	19,5	19,1	19,7	19,2
165	159	159	163	175	165	172	174	173	223
0,45	0,43	0,42	0,38	0,39	0,45	0,39	0,40	0,40	0,41
57,2	56,0	61,0	64,8	61,0	62,5	59,1	59,0	57,4	58,4

Periode	18	19	20	21	22	23
<b>Betriebsbedingungen:</b>						
Gesamtdruck atm						

Tabelle 1.

Betriebsbedingungen und Betriebsergebnisse in

Periode	18	19	20	21	22	23
<b>Betriebsbedingungen:</b>						
Gesamtdruck atm (Eingang Ofen I)	50	50	50	40	50	50
H <sub>2</sub> -Druck atm (Eingang Ofen I)	29,1	25,7	26,6	22,8	48,0	30,5
obm Gas/kg Einspritzung	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9
Eing.-/Mitteltemp.Of.I	543/515	540/510	541/512	538/505	544/515	538/502
" " " II	535/518	535/515	535/516	537/516	527/513	527/505
" " " III	526/522	527/516	527/518	528/518	525/514	515/510
" " " IV	287/296	289/296	294/296	291/296	288/296	289/296
Durchsatz (aus Einspr./ Ltr.Kontakt. und Stunde)	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48
Einspritzdauer Stunden	24	24	24	26	24	27
Regenerationszeit "	16	13	15	12/2	13	11
<b>Robbilanz Katalysator-Ausgang:</b>						
Abstreiferprodukt C <sub>1</sub> -frei (einschl. Gasbenzin)	Gew.% 74,60	Gew.% 79,29	Gew.% 78,85	Gew.% 80,48	Gew.% 77,30	Gew.% 79,20
H <sub>2</sub> -Abspaltung	0,74	0,75	0,79	0,67	0,73	0,82
KW-Vergasung	24,45	19,80	20,20	18,54	21,80	19,83
Koku	0,23	0,16	0,16	0,17	0,17	0,15
<b>Abstreiferprodukt:</b>						
spez.Gewicht bei 15°C	0,815	0,806	0,808	0,815	0,810	0,812
Gew.% Aromaten (im stabilis. Abstreifer)	69	64	68	67	68	64
Gew.% -165°C (im stabilis. Abstreifer)	86,7	93,0	93,0	93,4	92,3	92,5
<b>Benzin -165°C stabilisiert:</b> (aus DHD-Abstreifer)						
spez.Gewicht bei 15°C	0,804	0,799	0,801	0,804	0,809	0,805
Jodzahl	1,4	1,2	1,5	1,5	1,6	1,5
Gew.% Aromaten	67	62	66	65	66	62
ASTM: Siedebeginn °C	42	43	38	39	49	54
% -100°C	39	38	39	37	33	54
Endpunkt °C/%	160/ 98	156/ 98	168/ 98,5	166/ 98,5	167/ 98,5	168/ 98,5
<b>Betriebsergebnisse:</b>						
Leistung Benzin-165°C	0,31	0,33	0,35	0,35	0,34	0,35
Vergasung bez. auf Benzin + Vergasung %	26,7	21,3	21,2	20,1	23,5	21,5
obm Überschussgas/ t Ein- spritzung	165	169	168	161	156	159
Gaslichte des Kreislauf- gases	0,47	0,44	0,42	0,45	0,43	0,42
% H <sub>2</sub> im Kreislaufgas	48,6	51,4	53,2	57,2	56,0	61,0

Tabelle 1.

Betriebsergebnisse in den einzelnen Fahrperioden.

21	22	23	24	25	26	45	46	47	48
40	50	50	50	50	50	50	50	50	50
22,8	48,0	30,5	32,4	30,5	31,2	29,6	29,5	28,7	29,2
0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	1,2	1,2
538/505	544/515	538/502	535/493	537/498	535/493	537/498	537/495	536/492	535/490
537/516	527/513	527/505	524/501	522/503	523/502	532/513	534/514	530/514	530/510
528/518	525/514	515/510	513/505	513/505	515/506	518/513	522/514	520/514	525/518
291/296	288/296	289/296	292/296	292/296	292/296	292/296	292/296	292/296	292/296
0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48
26	24	27	30	24	24	30	35	19	10
12/2	13	11	9	12	10	11	12	10	8
Gew.% 80,48	Gew.% 77,30	Gew.% 79,20	Gew.% 79,22	Gew.% 79,68	Gew.% 80,22	Gew.% 80,73	Gew.% 81,49	Gew.% 80,84	Gew.% 81,61
0,67	0,73	0,82	0,91	0,99	0,93	0,91	0,91	0,95	1,11
18,54	21,80	19,83	19,74	19,25	18,70	18,21	17,44	18,00	17,00
0,27	0,17	0,15	0,13	0,13	0,15	0,15	0,16	0,21	0,28
0	0,809	0,805	0,803	0,803	0,802	0,801	0,803	0,803	0,801
67	66	64	61	63	63	68	70	67	68
93,4	92,3	92,5	92,5	93,0	92,3	94,0	93,5	96	96
0	0,809	0,805	0,803	0,803	0,802	0,801	0,803	0,803	0,801
1,5	1,6	1,5	2,1	1,8	1,8	2,8	1,2	1,8	1,5
62	66	62	59	60	60	66	66	65	66
39	49	54	54	48	55	42	41	53	42
37	33	30	37	40	33	39	31	37	38
166/ 98,5	167/ 98,5	168/ 98,5	168/ 98	164/ 97,5	168/ 98,5	167/ 97,5	168/ 98,0	167/ 98,0	167/ 98,0
0,35	0,34	0,35	0,36	0,35	0,34	0,34	0,34	0,35	0,36
20,1	23,5	21,5	19,2	20,6	20,2	18,5	18,1	18,7	19,2
161	156	159	143	175	165	172	174	191	223
0	0,43	0,42	0,38	0,39	0,45	0,39	0,40	0,40	0,41
57	56,0	61,0	64,0	61,0	62,5	59,1	57,4	57,4	58,4

## Betriebsbedingungen und Betriebsergebnisse

Periode	19	20	21	22	23	
<b>Betriebsbedingungen:</b>						
Gesamtdruck atm (Eingang Ofen I)	60	50	50	40	50	50
H <sub>2</sub> -Druck atm (Eingang Ofen I)	29,1	25,7	26,6	22,8	48,0	30,5
obm Gas/kg Einspritzung	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9
Bing.-/Mitteltemp. Of. I	543/515	540/510	541/512	538/505	544/515	538/502
" " " II	533/518	535/513	537/516	537/516	527/513	527/505
" " " III	526/522	527/518	527/518	528/518	525/514	515/510
" " " IV	287/296	289/296	294/296	291/296	288/296	289/296
Durchsatz (% Einspr./ Ltr. Kontakt und Stunde)	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48
Einspritzdauer Stunden	24	24	24	26	24	27
Regenerationszeit "	16	13	15	12/2	13	11
<b>Rohbilanz Kammern-Austrag:</b>						
Abstreiferprodukt C <sub>4</sub> -frei (einschl. Gasbenzin)	Gew. % 74,60	Gew. % 79,29	Gew. % 79,95	Gew. % 80,48	Gew. % 77,30	Gew. % 79,20
H <sub>2</sub> -Abspaltung	0,74	0,75	0,79	0,67	0,73	0,82
KW-Vergasung	24,43	19,80	20,20	18,54	21,80	19,83
Koks	0,23	0,13	0,16	0,17	0,17	0,15
<b>Abstreiferprodukt:</b>						
spez. Gewicht bei 15°C	0,815	0,806	0,808	0,815	0,810	0,812
Gew. % Aromaten (im stabilis. Abstreifer)	69	64	68	67	68	64
Gew. % -165°C (im stabilis. Abstreifer)	86,7	93,0	93,0	93,4	92,3	92,5
<b>Benzin -165°C stabilisiert: (aus DHD-Abstreifer)</b>						
spez. Gewicht bei 15°C	0,804	0,799	0,804	0,804	0,809	0,805
Jodzahl	1,4	1,2	1,5	1,5	1,6	1,5
Gew. % Aromaten	67	62	66	65	66	62
ASTM: Siedebeginn °C	42	48	38	39	49	54
% -100°C	39	38	39	37	33	30
Endpunkt °C/%	160/ 98	166/ 98	168/ 98,5	166/ 98,5	167/ 98,5	168/ 98,5
<b>Betriebsergebnisse:</b>						
Leistung Benzin-165°C	0,31	0,33	0,35	0,35	0,34	0,35
Vergasung bez. auf Benzin + Vergasung %	26,7	21,3	21,2	20,1	23,5	21,5
obm Überschussgas/t Ein- spritzung	165	169	168	161	156	159
Gasdichte des Kreislauf- gases	0,47	0,44	0,42	0,45	0,43	0,42
% H <sub>2</sub> im Kreislaufgas	48,0	51,4	53,2	57,2	56,0	61,0

Tabolle 1.

Spill- und Betriebsergebnisse in den einzelnen Fahrperioden.

21	22	23	24	25	26	27	28	29	30
40	50	50	50	50	50	50	50	50	50
22		30,5	32,4	30,5	31,2	29,6	29,5	23,7	23,2
0,9		0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	1,2	1,2
538/502		538/502	535/493	537/498	535/493	537/498	537/495	536/492	535/490
527/505		527/505	524/501	522/503	523/502	532/513	534/514	530/514	530/510
515/510		515/510	513/505	513/505	515/506	518/513	522/514	520/514	525/518
291/296	288/296	289/296	292/296	292/296	292/296	292/296	292/296	292/296	292/296
0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48
26	24	27	30	24	24	30	35	19	10
1242	13	11	9	12	10	11	12	10	8
Gew. %	Gew. %	Gew. %	Gew. %	Gew. %	Gew. %	Gew. %	Gew. %	Gew. %	Gew. %
80,48	77,30	79,20	79,22	79,63	80,22	80,73	81,49	80,84	81,61
0,81	0,73	0,82	0,91	0,99	0,93	0,91	0,91	0,95	1,11
18,54	21,80	19,83	19,74	19,25	18,70	18,21	17,44	18,00	17,00
0,17	0,17	0,15	0,13	0,13	0,15	0,15	0,16	0,21	0,28
0,815	0,810	0,812	0,810	0,810	0,810	0,810	0,809	0,809	0,809
68	68	64	61	63	63	68	70	67	68
92,3	92,3	92,5	92,5	93,0	92,3	94,0	93,5	96	96
0,804	0,809	0,805	0,803	0,803	0,802	0,801	0,803	0,803	0,801
1,5	1,6	1,5	2,1	1,8	1,8	2,8	3,2	1,8	1,5
62	66	62	58	60	60	66	69	65	66
54		54	54	48	55	42	46	53	42
30		30	37	40	33	39	31	37	38
168/		168/	168/	164/	168/	167/	168/	167/	167/
98,5		98,5	98	97,5	98,5	97,5	98,0	98,0	98,0
0,35	0,34	0,35	0,36	0,35	0,34	0,34	0,34	0,35	0,36
0,1	23,5	21,5	19,2	20,6	20,2	18,5	19,1	18,7	19,2
61	156	159	163	175	165	172	174	191	223
0,45	0,43	0,42	0,38	0,39	0,45	0,39	0,40	0,40	0,41
7,2	56,0	61,0	64,9	61,0	62,5	59,1	59,0	57,4	58,4

87

Tabelle 1.

Betriebsbedingungen und Betriebsergebnisse 1:

Periode	18	19	20	21	22	23
<b>Betriebsbedingungen:</b>						
Gesamtdruck atm (Eingang Ofen I)	60	50	50	40	50	50
H <sub>2</sub> -Druck atm (Eingang Ofen I)	29,1	25,7	26,6	22,8	48,0	30,5
obm Gas/kg Einspritzung	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9
Eing.-/Mitteltemp.Of.I	543/515	540/510	541/512	538/505	544/515	538/502
" / " " II	535/518	535/515	535/516	537/516	527/513	527/505
" / " " III	526/522	527/516	527/518	528/518	525/514	515/510
" / " " IV	287/296	289/296	294/296	291/296	288/296	289/296
Durchsatz (kg Einspr./ Ltr.Kontakt und Stunde)	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48
Einspritzdauer Stunden	24	24	24	26	24	27
Regenerationszeit "	16	13	15	1242	13	11
<b>Rohbilanz Kammer-Ausgang:</b>						
Abstreiferprodukt C <sub>1</sub> -frei (einschl. Gasbenzin)	Gew.% 74,60	Gew.% 79,29	Gew.% 78,85	Gew.% 80,48	Gew.% 77,30	Gew.% 79,20
H <sub>2</sub> -Abspaltung	0,74	0,75	0,79	0,61	0,73	0,82
KW-Vergasung	24,43	19,80	20,20	18,54	21,80	19,83
Koku	0,23	0,16	0,16	0,17	0,17	0,15
<b>Abstreiferprodukt:</b>						
spez.Gewicht bei 15°C	0,815	0,806	0,808	0,815	0,810	0,812
Gew.% Aromaten (im stabilis. Abstreifer)	69	64	68	57	68	64
Gew.% -165°C (im stabilis. Abstreifer)	80,7	93,0	93,0	93,4	92,3	92,5
<b>Benzin -165°C stabilisiert (aus DHD-Abstreifer)</b>						
spez.Gewicht bei 15°C	0,804	0,799	0,804	0,804	0,809	0,805
Jodzahl	1,4	1,2	1,5	1,5	1,6	1,5
Gew.% Aromaten	67	62	66	65	66	62
ASTM: Siedebeginn °C	42	40	38	39	49	54
% -100°C	39	38	39	37	33	30
Endpunkt °C/%	160/ 98	166/ 98	168/ 98,5	166/ 98,5	167/ 98,5	168/ 98,5
<b>Betriebsergebnisse:</b>						
Leistung Benzin-165°C	0,31	0,33	0,35	0,35	0,34	0,35
Vergasung bez. auf Benzin + Vergasung %	28,7	21,3	21,2	20,1	23,5	21,5
obm Überschussgas/t Ein- spritzung	165	169	168	161	156	159
Gasdichte des Kreislauf- gases	0,47	0,44	0,42	0,45	0,43	0,42
% H <sub>2</sub> im Kreislaufgas	48,6	51,4	53,2	57,2	56,0	61,0

Tabelle 1.

87

ngen und Betriebsergebnisse in den einzelnen Fahrperioden.

22	23	24	25	26	45	46	47	48
----	----	----	----	----	----	----	----	----

40 50 50 50 50

Tabelle 1.

Leistungen und Betriebsergebnisse in den einzelnen Fahrperioden.

	22	23	24	25	26	45	46	47	48
40	50	50	50	50	50	50	50	50	50
22,8	48,0	30,5	32,4	30,5	31,2	29,6	29,5	28,7	29,2
0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	1,2	1,2
538/505	544/515	538/502	535/493	537/498	535/493	537/490	537/495	536/492	535/490
537/516	527/513	527/505	524/501	522/505	523/502	532/513	534/514	530/514	530/510
528/518	525/514	515/510	513/505	513/505	515/506	518/513	522/514	520/514	525/510
291/296	288/296	289/296	292/296	292/296	292/296	292/296	292/296	292/296	292/296
0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48
26	24	27	30	24	24	30	35	19	10
10	13	11	9	12	10	11	12	10	8
		Gew. %	Gew. %	Gew. %	Gew. %	Gew. %	Gew. %	Gew. %	Gew. %
		79,20	79,22	79,63	80,22	90,73	81,49	80,84	81,61
		0,92	0,91	0,99	0,93	0,91	0,91	0,95	1,11
		19,83	19,74	19,25	18,70	18,21	17,44	18,00	17,00
		0,15	0,13	0,13	0,15	0,15	0,16	0,21	0,28
0,815	0,810	0,812	0,810	0,810	0,810	0,810	0,809	0,809	0,809
67	68	64	61	63	63	68	70	67	68
93,4	92,3	92,5	92,5	93,0	92,3	94,0	93,5	96	96
0,804	0,809	0,805	0,803	0,803	0,802	0,801	0,803	0,803	0,801
1,5	1,6	1,5	2,1	1,8	1,8	2,8	3,2	1,8	1,5
69	66	62	58	60	60	66	69	65	66
39	49	54	54	48	55	42	46	53	42
37	33	30	37	40	33	59	31	37	38
166/	167/	168/	168/	164/	168/	167/	168/	167/	167/
98,5	98,5	98,5	98	97,5	98,5	97,5	98,0	98,0	98,0
0,35	0,34	0,35	0,36	0,35	0,34	0,34	0,34	0,35	0,36
20,1	23,5	21,5	19,2	20,6	20,2	18,5	19,1	18,7	19,2
161	156	159	163	175	165	172	174	191	223
0,45	0,43	0,42	0,38	0,39	0,45	0,39	0,40	0,40	0,41
57		61,0	64,9	61,0	62,5	59,1	59,0	57,4	58,4

	22	23	24	25	26	45	46	47	48
40	50	50	50	50	50	50	50	50	50
22,8	48,0	30,5	32,4	30,5	31,2	29,6	29,5	28,7	29,2
0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	0,9	1,2	1,2
538/505	544/515	538/502	535/493	537/498	535/493	537/490	537/495	536/492	535/490
537/516	527/513	527/505	524/501	522/505	523/502	532/513	534/514	530/514	530/510
528/518	525/514	515/510	513/505	513/505	515/506	518/513	522/514	520/514	525/518
291/296	280/296	289/296	292/296	292/296	292/296	292/296	292/296	292/296	292/296
0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48	0,48
26	24	27	30	24	24	30	35	19	10
	13	11	9	12	10	11	12	10	8
		Gew. %	Gew. %	Gew. %	Gew. %	Gew. %	Gew. %	Gew. %	Gew. %
		79,20	79,22	79,63	80,22	80,73	81,49	80,84	81,61
		0,82	0,91	0,99	0,93	0,91	0,91	0,95	1,11
		19,83	19,74	19,25	18,70	18,21	17,44	18,00	17,00
		0,15	0,13	0,13	0,15	0,15	0,16	0,21	0,28
0,815	0,810	0,812	0,810	0,810	0,810	0,810	0,809	0,809	0,809
67	68	64	61	63	63	68	70	67	68
93,4	92,3	92,5	92,5	93,0	92,3	94,0	93,5	96	96
0,804	0,809	0,805	0,803	0,803	0,802	0,801	0,803	0,803	0,801
1,5	1,6	1,5	2,1	1,8	1,8	2,8	3,2	1,8	1,5
65	66	62	58	60	60	66	69	65	66
39	49	54	54	48	55	42	46	53	42
37	33	30	37	40	33	39	31	37	38
166/	167/	168/	168/	164/	168/	167/	168/	167/	167/
98,5	98,5	98,5	98	97,5	98,5	97,5	98,0	98,0	98,0
0,35	0,34	0,35	0,36	0,35	0,34	0,34	0,34	0,35	0,36
20,1	23,5	21,5	19,2	20,6	20,2	18,5	19,1	18,7	19,2
161	156	159	163	175	165	172	174	191	223
0,45	0,48	0,42	0,38	0,39	0,45	0,39	0,40	0,40	0,41
57		61,0	64,5	61,0	62,5	59,1	59,0	57,4	58,4

TITLE PAGE

2. Dehydrierung von Aromatisierungschwerbenzinen.  
 Versuche in 1 ltr.-Ofen mit K 7994 (leichte  
 Tonerde plus 2% MgO plus 12% MoO<sub>3</sub>).  
 Dehydrogenation of aromatization heavy  
 gasolines. Tests in the 1 ltr. furnace  
 with K 7994 (light alumina (clay)  
 plus 2% MgO plus 12% MoO<sub>3</sub>).

Frame Nos. 88 - 99



Dehydrierung von Aromatisierungsschwerbensinen  
Versuche im 1 ltr.-Ofen mit K 7994 (leichte Ton-  
erde + 2 % NaO + 12% NaCO<sub>3</sub>)

(2)

Zusammenfassung.

Einige Schwerbensine der einstufigen<sup>1)</sup> 600- und zweistufigen<sup>2)</sup> 250-atm-Aromatisierung von benzinfreien Sumpffasemittelölen ließen sich in Kleinversuchen sehr gut über einen Kontakt von mittlerer<sup>3)</sup> Dehydrier- und Spaltaktivität nach dem DHD-Verfahren verarbeiten.

Versuchsbedingungen, Ausbeuten und Produktqualität zeigt die folgende Tabelle:

Aromatisierungsbensin	600 atm; K7978 a.P1271 red.vom 28.12.40 Ofen 308 III.v.3.-5. 2.1941	600 atm K 7984 a.P1468 red.165° 325° C. Ofen 705 v. 3.3.41	250 atm K 6434 a.6915-B-M181 aus P1421 165- 325° C. 2,80,-ge- waschen.
% - 100° Gew.% Aromaten	37	39,5 43,5	33 32,5
Zerlegt in Leichtbi Oz.Mot.(stab.)	21 % ca 81	20 % 78,5	15 % ca 81
Schwerbi = Einspr.f.DHD- Ofen Siedebereich %-100 % Aromaten	79 % 96-163 4 43,5	80 % 85-160 24 49,5	85 % 80-163 22,5 36,5
H <sub>2</sub> -Druck atm Temp. °C	25 308	25 ca 503	25 ca 505
% Gas (incl H <sub>2</sub> ) + Koks	1 ltr. 100 ltr. geschätzt 5,4 8,5	1 ltr. 100 ltr. gesch. 4,2 7,5	1 ltr. 100 ltr. gesch. 9,6 13,5
Anfallprod. Spez.Gew./20° A.P. Siedebereich %-100 -160 % Aromaten	0,821 -14 67-181 20,2 92 70	0,825 -22,5 68-178 23,5 93 75	0,809 -14 65-195 24,5 91 70
Jodzahl	1,7	1,9	1,6
Restbi: %-100 Oz. Motor	- - -	72 69	72 69

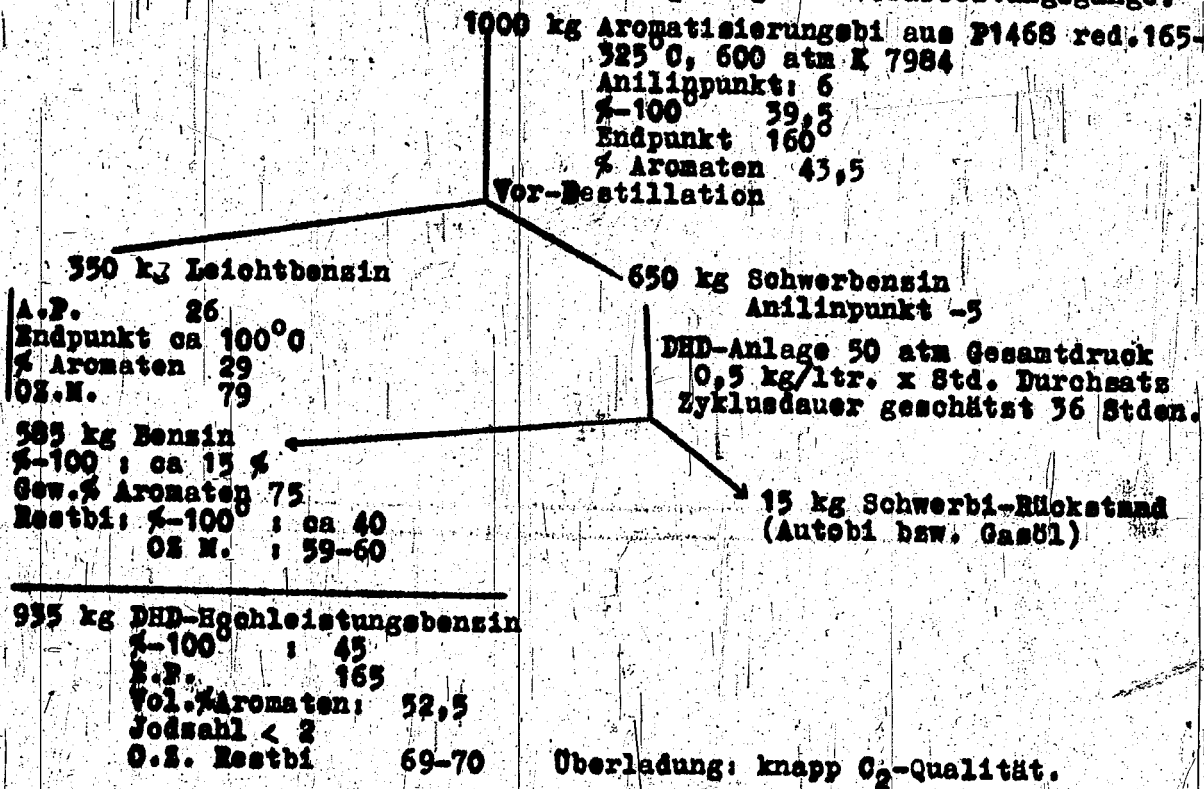
78698

Fußnoten siehe nächste Seite

Auch wenn der Gas+Koksverlust nur auf die Neubildung von Aromaten bezogen wird, ergibt das 250-atm-Schwerbensin ein etwas schlechteres Ergebnis als das 600-atm-Bensin. Dabei muss jedoch berücksichtigt werden, dass vom 250-atm-Aromatisierungsbensin nur das Bensin der zweiten Stufe (K6434) verarbeitet wurde. Wird das Bensin der ersten Stufe im Anfallverhältnis hinzugenommen, so wird das Ausbeuteergebnis verbessert, allerdings ist auch dann noch ein Unterschied gegenüber der einstufigen Aromatisierung vorhanden.<sup>1)</sup>

Durch Zumischung der Leichtbensine zu den dehydrierten Schwerbensinen und Redestillation der Mischungen werden Kraftstoffe mit 60 bis 63 Gew.% Aromaten und einer Restbensinanzahl nach Motormethode von 72 bis 73 erhalten. Durch weitere Zumischung von VE 705 lassen sich Benzine in Hochleistungskraftstoffe mit 50 Vol.% Aromaten und C<sub>2</sub>-Qualität überführen.

Wird die Zerlegung der Aromatisierungsbensine in Leicht- und Schwerbensin so vorgenommen, dass man nach Zumischung des Leichtbensins zum dehydrierten Schwerbensin einen Kraftstoff mit etwa 50 Vol.% Aromaten erhält, so ergeben sich rechnergemäß folgende Verarbeitungsgänge:<sup>2)</sup>



Fußnoten zu Seite 1

- 1) Kontakte auf Bleicherdebasis: K 7978 (Welheim); K 7984 (Terrana-5% ZnO + 10% CrO<sub>3</sub> + 1% Mg WO<sub>3</sub>).
- 2) Kontakt: 6915 (Tonerde + 10% CrO<sub>3</sub>) f.d. erste Stufe, K6434 f.d. zweite Stufe (n. 2 mal. Wäsche m. 60%iger H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>).
- 3) vgl. m. Techn. K7360.

1000 kg Aromatisierungsbensin aus 6915 B-MASZ aus  
P 1421 165-325°, 250 atm K 6434.

Anilinpunkt 20  
% - 100° 33  
Endpunkt 165  
% Aromaten 32,5  
Vordestillation

250 kg Leichtbensin  
Anilinpunkt 38  
Endpunkt ca 95°  
% Aromaten 15  
O.Z.M. 80

650 kg Bensin  
% - 100° ca 15 %  
Gew.% Aromaten: 70  
Restbi: % - 100: 40  
O.Z.M.: 60

750 kg Schwerbensin  
Anilinpunkt 14

DHD-Anlage 50 atm Gesamt-  
druck  
0,5 kg/ltr. x Std. Durch-  
satz  
Zyklusdauer geschätzt  
35 Stunden

18 kg Schwerbensinrück-  
stand (Autobensin bzw.  
Gasöl)

600 kg DHD-Hochleistungsbensin

% - 100° 38  
E.P. 165°  
Vol.% Aromaten: 50  
Jodsahl: < 2  
O.Z. Restbi: 70  
Überladung: knapp O<sub>2</sub>-Qualität

Fußnoten von Seite 2

- 1) Es wird z.Zt. noch geprüft, ob der bei der einstufigen Aromatisierung angewendete Druck (250 oder 600 atm) für die nachfolgender Verarbeitung nach dem DHD-Verfahren von Bedeutung ist.
- 2) Für die Ausbauten wurden die Werte eingesetzt, die sich bei der Verarbeitung im 100 ltr.-Ofen ergeben würden.

Dehydrierung von Aromatisierungsschwerbensinen  
Versuche im 1 ltr.-Ofen mit K 7994 (leichte Ton-  
erde + 2% NaO + 12% MoO<sub>3</sub>).

Versuchsverlauf.

Im 1 ltr.-Ofen wurden einige Versuche zur Dehydrierung von Aromatisierungsschwerbensinen aus bensinfreien Sumpphasenmittelölen durchgeführt. Als Einspritzprodukte wurden die Schwerbensinfraktionen dreier Sammelbensine gewählt, die unter den in Tabelle 1 aufgeführten Bedingungen hergestellt wurden.<sup>1)</sup>

Tabelle 1

Sammelbensine	E.P. 165°		
Datum	3.-5.2.41	3.3.41.	2) 23.-26.3.41
Ofen	von xxx		

Behydrierung von Aromatisierungsschwerbensinen  
Versuche im 1 ltr.-Ofen mit K 7994 (leichte Ton-  
erde + 2% MgO+12% MoO<sub>3</sub>).

Versuchsverlauf.

Im 1 ltr.-Ofen wurden einige Versuche zur Behydrierung von Aromatisierungsschwerbensinen aus benzinfreien Sumpffasemittelölen durchgeführt. Als Einspritzprodukte wurden die Schwerbensinfraktionen dreier Sammelbensine gewählt, die unter den in Tabelle 1 aufgeführten Bedingungen hergestellt wurden. 1)

Tabelle 1

Sammelbensine N.P. 169 <sup>0</sup>			
Datum	3.-5.2.41	3.3.41.	2) 23.-28.3.41
Ofen	308 III	703	315
Volumen (ltr)	1,78	42	0,5
Einspritzprod.	F1271 red.v.28. 12.40.	F1468 red.165- 325 <sup>0</sup>	6915-B-M <sup>81</sup> aus F1421 165-325 <sup>0</sup> 2x mit 60%ig H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> gewaschen. <sup>2</sup>
Kontakt	7978	7984	6434
Kontaktsusstg.	orig. Weltsinkat Eisenerdebasis	Terrana+5%Mo+10% Cr <sub>2</sub> O <sub>3</sub> +1%NiO <sub>4</sub>	-
Druck atm	470	320	250
Temp. °C	470	486	426
Durchs.kg/LxStd.	1,12	0,95	1,0
Gas:Öl cbm/kg	3,0-1,5	3,8(Kreislauf)	3,0
Effekführung	50 %	50 %	50 %
Bi-Leistung	0,45	0,27	0,5
Verg./Bi+Vergas.	17 %	20 %	16 %

Tabelle 2 enthält die Eigenschaften der Leicht- und Schwerbensinfraktion dieser Bensine.

- 1) Die Versuche werden demnächst zusammengestellt.  
 2) aktive Tonerde + 10% Cr<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

Tabelle 2.

Ausgangsmat.	Bi Kol 308 III 3.-5.2.41		Bi Ofen 703 3.3.41		Bi Kol 315 23.-28.3.41	
	Leichtbi = 21 %	Schwerbi = 79 %	Leichtbi = 20 %	Schwerbi = 80 %	Leichtbi = 15 %	Schw.Bi = 85 %
Eigenschaften:						
Spez.Gew./20 <sup>0</sup>	0,686	0,800	0,714	0,806	0,674	0,786
A.P. I	39	8,5	32	-0,5	41,2	16,8
A.P. II	(50,5)	50,5	(49)	49	(51)	51
Siedebeginn <sup>0</sup>	28	96	29	85	22	80
70 <sup>0</sup>	81	-	69	-	62,5	-
80 <sup>0</sup>	94,5	-	-	5	77,5	5
90 <sup>0</sup>	-	-	-	24	84,5	22,5
100 <sup>0</sup>	-	4	-	64,5	87,5	52,0
120 <sup>0</sup>	-	50,5	-	94,0	-	87,5
150 <sup>0</sup>	-	87,0	-	97	-	96,5
160 <sup>0</sup>	-	94,0	-	-	-	-
180 <sup>0</sup>	-	-	-	-	-	-
Smpunkt	80/94,5	163/97,5	88/97	160/97	106/89	163/98,7
% Gasverlust	4,5	1,0	2,0	2	10,2	-
Zusammensetzg.						
Paraffine	14	18	20	14	12	23,0
Naphthene	14	33,5	20	32,5	12	39,0
Aromaten	14	43,5	20	49,5	12	36,5
Ungesättigte						
n. Jodzahl ber.		ca 5		ca 4		ca 1,5
O.S. Res.Meth.	88,5		88		90,2	
Not.Meth.	81,5		78,5		82,5 <sup>2)</sup>	
Not.Meth.+0,12 Pb	99		92,5		100	

Für die Behydrierung der Schwerbensinfraktionen wurde ein Kontakt folgender Zusammensetzung gewählt:  
 Leichte Tonerde + 2%MgO + 12 % MoO<sub>3</sub> (K 7994). Nach Versuchen in 100-ccm-Ofen hat der MgO-Zusatz im allgemeinen einen spaltungshemmenden Einfluss; jedoch hängt die Größe dieses Effektes in noch nicht geklärter Weise von der Kontaktpräparierung ab. Zunächst wurde K 7994 mit einigen Hydrier- und Erdölschwerbensinen geprüft und dabei festgestellt, dass er nur etwa die Behydrieraktivität einer mittelguten Charge von K 7360 techn. besitzt; auch hinsichtlich der Spaltaktivität ist zwischen K 7994 und K 7360 techn. kein grosser Unterschied vorhanden. Nach 5 Versuchsperioden wurden die Aromatisierungsschwerbensine in acht Stundenzyklen gefahren. Die Untersuchungsergebnisse sind in Anlage 1 zusammengestellt. Da der Aromatengehalt der verwendeten Ausgangsprodukte verschieden ist, wurde zum besseren Vergleich aus den

- 1) Labordestillation: Unschärfe Trennung.  
 2) stabilisiert ca: OS.M 81.

aus den erhaltenen Versuchsergebnissen die Ausbeuten berechnet, die bei der Dehydrierung der Restbensine der Ausgangsprodukte zu erwarten sind (Anlage 1a). Dabei wurde die Annahme gemacht, dass Aromaten unter Dehydrierbedingungen nur wenig zu Gas und Koks aufgespalten werden. In Kurvenblatt 1 sind sowohl für die wirklich gefahrenen Ausgangsprodukte (1a) als auch für ihre Restbensine (1b) die bei der Dehydrierung erhaltenen Ausbeuten in Abhängigkeit vom Aromatengehalt des Anfallproduktes aufgetragen. Aus den Kurven geht deutlich hervor, dass sich das 250-atm-Schwerbenzin etwas schwerer als die 600-atm-Schwerbenzine dehydrieren lässt. Bei diesem Ergebnis ist zu berücksichtigen, dass von dem 250-atm-Aromatisierungsbenzin nur das Benzin der zweiten Stufe (K 6434) dehydriert wurde. Das im geraden Durchgang über K 6915 erzeugte Benzin der ersten Stufe lässt sich erheblich leichter dehydrieren<sup>1)</sup>, so dass in Summa das Ausbeuteergebnis etwas günstiger wird (6915-B1/6434-B1 = 1:5), als mit dem Benzin der 2. Stufe allein.

Die Anlagen 2a und 2b enthalten eine genaue Untersuchung zweier Anfallprodukte und ihrer Restbensine. Die wichtigen Zahlen sind in der folgenden Tabelle aufgeführt:

Tabelle

Ausgangsmaterial	600-atm-Aromatisierung benzin aus P1468 165- 325°C. Kontakt; Basis Elscheerde	250-atm-Aromatisierung benzin aus P1421 165- 325°C. Kontakt; 6915/ 6434.
Druck atm	25	25
Temperatur °C	508	508
% Gas (H <sub>2</sub> , O <sub>1</sub> -O <sub>4</sub> ) + Koks	3,0	10,2
Eigenschaften des B1		
Spez. Gew./15°	0,835	0,822
A.P. I	-25	-17
A.P. II	55,7	55,7
Siedebereich	64-176	73-178
%-100	25	26
% Aromaten	77	72
Jodsahl	1,9	1,6
Restbenzin		
%-100	72	72
O.Z.M.	69	69
berechn: m. dasugehörigen Leichtbi gemischt:		
% v. Ausgangsmat.	20	15
Gew. % Aromaten	65	62
Restbi: %-100	86	83
O.Z. M.	72,5	73
dann m. VT 705, auf 50 Vol. % arom. gestellt:	18 %	11 %
O.Z.M. Restbi	72,5	73
Qualität 4. Kraftst.	O <sub>2</sub> -Qualität	O <sub>2</sub> -Qualität
Fußnote siehe nächste Seite		

Im zweiten Teil der Tabelle ist die Benzinqualität berechnet, die man erhält, wenn man den dehydrierten Schwerbenzinen die zugehörigen leichten Anteile zumischt und diese Benzine dann mit VT 705 auf 50 Vol% Aromaten stellt. Rechnungsmässig ergeben sich Hochleistungskraftstoffe von O<sub>2</sub>-Qualität.

gez. Nonnenmacher

Gemeinsam mit:  
Dr. Donath  
Dr. Reits  
Dr. Hirschberger, Lajus  
Dr. Fürst

Fußnote von Seite 6

<sup>1)</sup> Die Verhältnisse liegen ähnlich wie bei den Benzinerungsbenzinen: Das 5058-Verhydrierungsbenzin lässt sich leichter dehydrieren als das 6434-Benzin.

# KOLIK

## Anlage 1

		Zum Vergleich									
		10.3.	29.3.	31.3.	1.4.	Ausgangs- material	2.4.	3.4.	27.3.	5.4.	
		25	25	25	25	508	25	25	25	25	
Ofen 308 II	Ausgangs- material	493	508	493	508	Ausgangs- material	508	539/921/ 492/921	508	508	
Durchs.kg/lrStd.	Schwerbi	0,5	0,5	0,5	0,5	Schwerbi	0,5	forhyd.	0,5	0,5	
Gas:Ol cbm/kg SW	v.Kol.	1,0	1,0	1,0	1,0	>75 aus	1,0	Bl Ley-	1,0	1,0	
Zyklusdauer	v.3.3.41	8	8	8	8	SammeM	8	na.90	8	8	
Mahl d. Regen.	sum P	7	6	8	9	v.Kol.35	10		4	13	
	P1271										
Ausbeute an		95,7	95,0	97,7	95,4	v.23.3.-	90,2		86,6		
Ca-freiem Prod.		4,2	4,8	2,2	4,5	28.3.41	9,7		12,0		
Cl <sub>2</sub> -G		0,11	0,16	0,09	gesch.01		gesch.0.		1,4		
Kohl		93	93	92	98						
Gas-Anfall/Kin- spritzung											
Eigenschaftes											
Spez.Gew./20											
A.P. I	0,800	0,822	0,821	0,820	0,826	0,786	0,811	0,822	0,792	0,802	
	8,5	-13,5	-18,5	-20	-26,5	16,8	-17,0	-26	-0,2	-6,0	
	50,5	54,0	ber.	ber.	ber.	(51)	55,7	ber.	ber.	ber.	
	96	73	56,0	52	53,7	80	65	66,5	65	64	
			67	72	67			61	35	46	
			20,2	26	23,5			2	5,5	2,5	
			54	61	61,0	22,5	24,5	27	23	21	
			86,5	92	91,0	52,0	52,8	86	49,5	48,0	
			92,0	96	92,5	87,5	84,7		80,5	82,0	
			181/	172/	179/	96,5	90,8		87,5	88,5	
	163/	189/	98	98	97		95,7		94	94,0	
	97,5	98,5	-17,5	98	97	163/	195/	192/	210/	195/	
						98,7	98,5	97,5	97	97,5	
							-12,5	-23	-5	-4	
							-42,5	-81	-40,5	-44	
							72	81	61,5	64,5	
							1,6	2,4	2,4	1,8	
A.P. II											
Siedebeginn °C											
X-70											
-100											
-120											
-150											
-160											
-180											
Endpunkt											
A.P.-165°											
A.P.-165°											
Aromaten											
Jodsahl											
1)aktive Temperatur-Verteilung											

Anlage 1a (Berechnet als Anlage 1)

Druck	Ausgangsmaterial	25	Ausgangsmat.	25	25	Ausgangsmaterial	25
Temperatur	Restbil des Schw.	493	Restbil des Schw. Blz. Of.	493	508	Restbil des Schw.	508
Durchs. kg/lrstd.	Schw. Blz. Of.	0,5	702 v. J. J. 41	0,5	0,5	Bl aus Sammelbil	0,5
Gas: Öl cbm/kg Std	2.41	1,0		1,0	1,0	28.3)	1,0
Zyklusdauer		8		8	8		8
Ausbeute an C <sub>4</sub> -freien Prod.		92,5		95,4	90,8		84,5
Produkt							
Zusammensetzung							
4-Paraffine	35	27	30	24	21	37	26,5
Naphthene	65	32	70	37	26	63	24
Arom. Kuges.	0	41	0	39	53	0	49,5

**Ausgangsmaterial** 7984-Schwerbi aus  
 P1468 red. 165-325°C  
 Ofen 308 II Tag 1.4.41 Produkt: Anfallprodukt  
 11-19<sup>0</sup>  
 Kontakt 7994  
 Druck 25 atm  
 Temperatur 508

SO <sub>2</sub> -Extraktion			
3 x 100% SO <sub>2</sub>	1 x 100% Propan	Temperatur -78°	
Restbenzin-Untersuchung.			
Produkt	Gesamtprodukt	Raffinat (Restbi)	Extrakt
Gewicht %		21,0	79,0
Spez. Gew.	0,835/15	0,721/15	0,872/15
Anilinpunkt I	-25,0	+53,5	-61,3
Anilinpunkt II	+53,7	+54,7	
ASTM. Kurve	64°	46°	
- 60		3,0	
- 70		7,5	
- 80	1,0	22,0	
- 90	8,5	54,0	
- 100	23,0	72,0	
- 110	45,0	83,0	
- 120	61,0	89,0	
- 130	75,0	93,0	
- 140	86,0	95,0	
- 150	93,0		
- 160	96,0		
Endpunkt	176/98,5	150/97,0	
Rückstand	1,2	1,4	
Verlust	0,3	1,6	
Paraffine	10	45,0	
Naphtene	11,5	52,5	
Aromaten	77,0	1,5	
Ungesättigte	1,5	1,0	
OZ. Motor		69	

Anlage 2b.

**Ausgangsmaterial:** 6434 Schwerbi aus  
 6915-B-M'81 aus P 1421 165-325°C  
 Ofen 308 II Tag 2.4.41h Produkt: Anfallbenzin  
 12-20<sup>h</sup>  
 Kontakt 7994  
 Druck 25 atm  
 Temperatur 508°

SO <sub>2</sub> -Extraktion			
3 x 100% SO <sub>2</sub>	1 x 100% Propan	Temperatur -78°	
Restbenzin-Untersuchung.			
Produkt	Gesamtprodukt	Raffinat (Restbi)	Extrakt
Gewicht %		27,0	73,0
Spez. Gewicht	0,822/15	0,720/15	0,872/15
Anilinpunkt I	-17,0	+55,2	
Anilinpunkt II	+55,7	+56,3	
ASTM. Kurve	73°	57°	
- 70°		7,5	
- 80°	1,0	29,0	
- 90°	8,0	52,0	
- 100°	26,0	72,0	
- 110°	40,5	80,0	
- 120°	53,0	84,0	
- 130°	65,0	89,0	
- 140°	75,0	92,0	
- 150°	86,0	95,0	
- 160°	93,0		
- 170°	95,0		
Endpunkt	178/98,0	158/97,0	
Rückstand	1,5	1,5	
Verlust	0,3	1,5	
Paraffine	14,0	51,5	
Naphtene	12,5	46,0	
Aromaten	72,0	1,5	
Ungesättigte	1,5	1,0	
OZ. Motor		69	

Überprüfung von Anfallbenzin

Kennwert (Kett. / OZ)

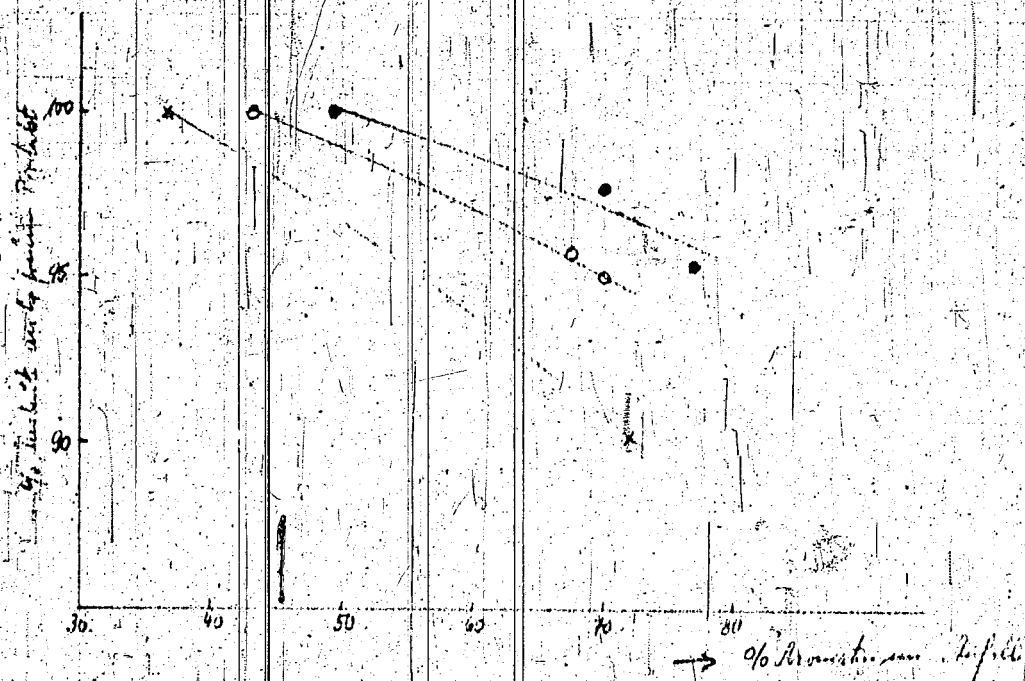
Leiter: O. Späcker - Anfallbenzin von P. 1421 red. 165-325°C (Kett. / OZ) 1.3.5.8.4.

Dehydrierung von Normatzenen und verwandten

Reinheitszahl (19)

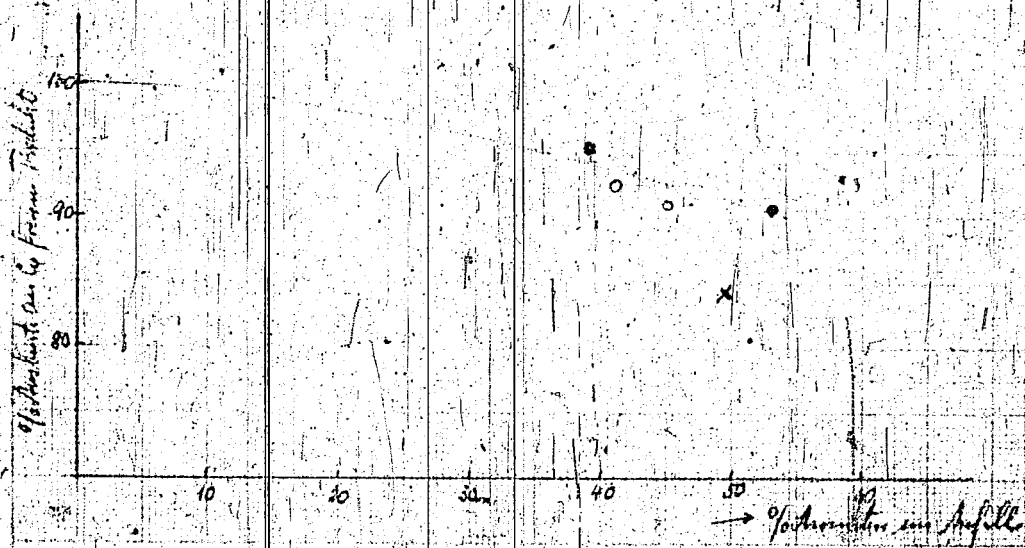
99

- 600 atm - Normatzenung von P1471 und K 7172 (Kalkstein) / 308 v. 3.5.2.4  
 • 600 atm - Normatzenung von P1468, 115.323, K7984 (Alkoholdubase) / 303 v. 3.3.44  
 x 350 atm - Normatzenung von 6415, B. 1108 (aus P142), 105.325, K 6434 / 315 v. 23.28.3



Dehydrierung des Restnormatzenen des obigen Versuches (beobachtet)

(16)



I.G. Farbenindustrie A.G.  
Ludwigshafen



ZUSAMMENFASSUNG

3. Über den Einfluss des Mittelölgehaltes im Antriebsöl auf die Zusammensetzung der neugebildeten Produkte beim Fahren der schlesischen Kohle K 1197 in verschiedenen Fahrweisen.

The influence of the middle oil contents in the driving oil on the composition of the newly formed products during the treatment of Silesian coal K 1197 under various conditions.

Page Nos. 100 - 107

Hochdruckversuche  
La 558

100  
19. Mai 1941 v. Muffling

③ Über den Einfluss des Mittelölgehaltes im Antriebsöl auf die Zusammensetzung der neugebildeten Produkte beim Fahren der schlesischen Kohle K 1197 in verschiedenen Fahrweisen.

Zusammenfassung.

Die Versuchsergebnisse beim Fahren der Kohle K 1197 auf Benzin und Mittelöl, 25 % und 50 % Schwerölüberschuss werden in der Weise ausgewertet, dass die Aufteilung der neugebildeten Produkte in Gas, Benzin, Mittelöl und Schweröl in Abhängigkeit von dem Mittelölgehalt des eingehenden Öles aufgetragen wird. Es zeigt sich dabei dass:

1. die Gasbildung praktisch unabhängig von der Mittelölkonzentration ist,
2. die Benzinkonzentration in den neugebildeten Produkten bei Ansteigen der eingehenden Mittelölkonzentration etwas zunimmt,
3. die Mittelölbildung mit zunehmendem Mittelölgehalt des eingehenden Öles stark ab und entsprechend die Schwerölbildung zunimmt.

Die Temperatur, die allerdings nur in einem kleinen Bereich (etwa maximal zwischen 468 und 476°C) variiert wurde, hatte keinen systematischen Einfluss auf die Ergebnisse, während Erhöhung des Durchsatzes sowohl wie Verringerung der Gasmenge eine Verringerung der Spaltung in der Hauptsache in dem Sinne bewirken, dass weniger Mittelöl und mehr Schweröl in der Gesamtneubildung auftritt.

gez. v. Muffling

78666

Über den Einfluss des Mittelölgehaltes im Anreiböl auf die Zusammensetzung der neugebildeten Produkte beim Fahren der schlesischen Kohle K 1197 in verschiedenen Fahrweisen.

Die schlesische Kohle K 1197 wurde im 10-ltr.-Ofen nacheinander auf Bensin + Mittelöl, auf 25 % und 50 % Schwerölüberschuss gefahren (vgl. Berichte v.16.12.40 u.16.1.41, Dr.v.Hartmann). Es wird untersucht, in welcher Weise sich die bei Änderung der Fahrweise eintretende Änderung der Mittelölkonzentration im eingehenden Öl auf die Verteilung der verschiedenen Produkte in der gesamten Neubildung auswirkt. Für die eingehende Mittelölkonzentration ist der Mittelölgehalt des Anreiböles und (bei Rückführung) des rückgeführten Abschlamms bestimmend. Die Neubildung wird aufgeteilt in Gas  $C_1-C_4$ , berechnet als Öl mit 86 %, Bensin  $-200^\circ$ , Mittelöl  $200-325^\circ$  und Schweröl  $>325^\circ C$ . In der beiliegenden Tabelle sind 35 unter verschiedenen Versuchsbedingungen erhaltene Bilansen ausgewertet. In Figur 1 ist die erhaltene Aufteilung der Neubildung in Abhängigkeit von dem Mittelölgehalt des eingehenden Öles aufgetragen. Aus der Abbildung geht folgendes hervor: Unter vergleichbaren Versuchsbedingungen (Durchsatz, Gasmenge, Temp.) ist die Gasbildung vom Mittelölgehalt des eingehenden Öles praktisch unabhängig, die Bensinbildung nimmt mit zunehmendem Mittelölgehalt etwas zu, die Mittelölneubildung ab, die Schwerölneubildung zu. Von den gezeichneten Geraden, die etwa ein Mittel der unter vergleichbaren Bedingungen erhaltenen Werte darstellen, weichen eindeutig die Punkte ab, die einem höheren Durchsatz und einer verringerten Gasmenge (1000/kg RK statt 5000/kg RK) entsprechen. Hierbei liegt vor allem die Mittelölneubildung und weniger deutlich auch die Gas- und Bi-Neubildung tiefer, dafür die Schwerölneubildung entsprechend höher, wie es je auch der verminderten Spaltung wegen, in diesen Fällen zu erwarten ist. Die Streuungen dürften den normalen Versuchsschwankungen sowie der Ungenauigkeit der Destillationszahlen entsprechen.

Betrachtet man nur die Neubildung an flüssigen Produkten und trägt den hierauf bezogenen Mittelölgehalt in Abhängigkeit vom Mittelölgehalt des eingehenden Öles unter etwa vergleichbaren Bedingungen (Gesamtdurchsatz 13-15 kg/Std, RK-Durchsatz 5-6 kg/Std, Gas 3000/kg RK, Temp.  $470-475^\circ C$ ) auf, so erhält man Fig.2. Die an sich be-

kannte Erscheinung, dass mit zunehmendem Mittelölgehalt des Anreiböles die Mittelölneubildung zurückgeht, lässt vermuten, dass im Verlauf der Reaktion die Mittelölkonzentration im gesamten Öl immer einem etwa gleichen Wert zustrebt. Eine Berechnung zeigt, dass bei der Bi/Mi-Fahrweise bei einer Mittelölkonzentration am Eingang von 8,5% die Mittelölkonzentration am Ausgang etwa 32 %, bei der Fahrweise auf 25 % Schwerölüberschuss bei einer Eingangskonzentration von etwa 30 % am Ausgang etwa 35 % betrug, während bei der Fahrweise auf maximalem Schwerölüberschuss bei einer Konzentration von etwa 50 % Mittelöl im eingehenden Öl die Ausgangskonzentration etwa 42 % erreichte. Man sieht also, dass tatsächlich die Mittelölkonzentration am Ausgang von der Eingangskonzentration nur wenig abhängig ist. Man muss daher wohl annehmen, dass bei einer bestimmten Mittelölkonzentration

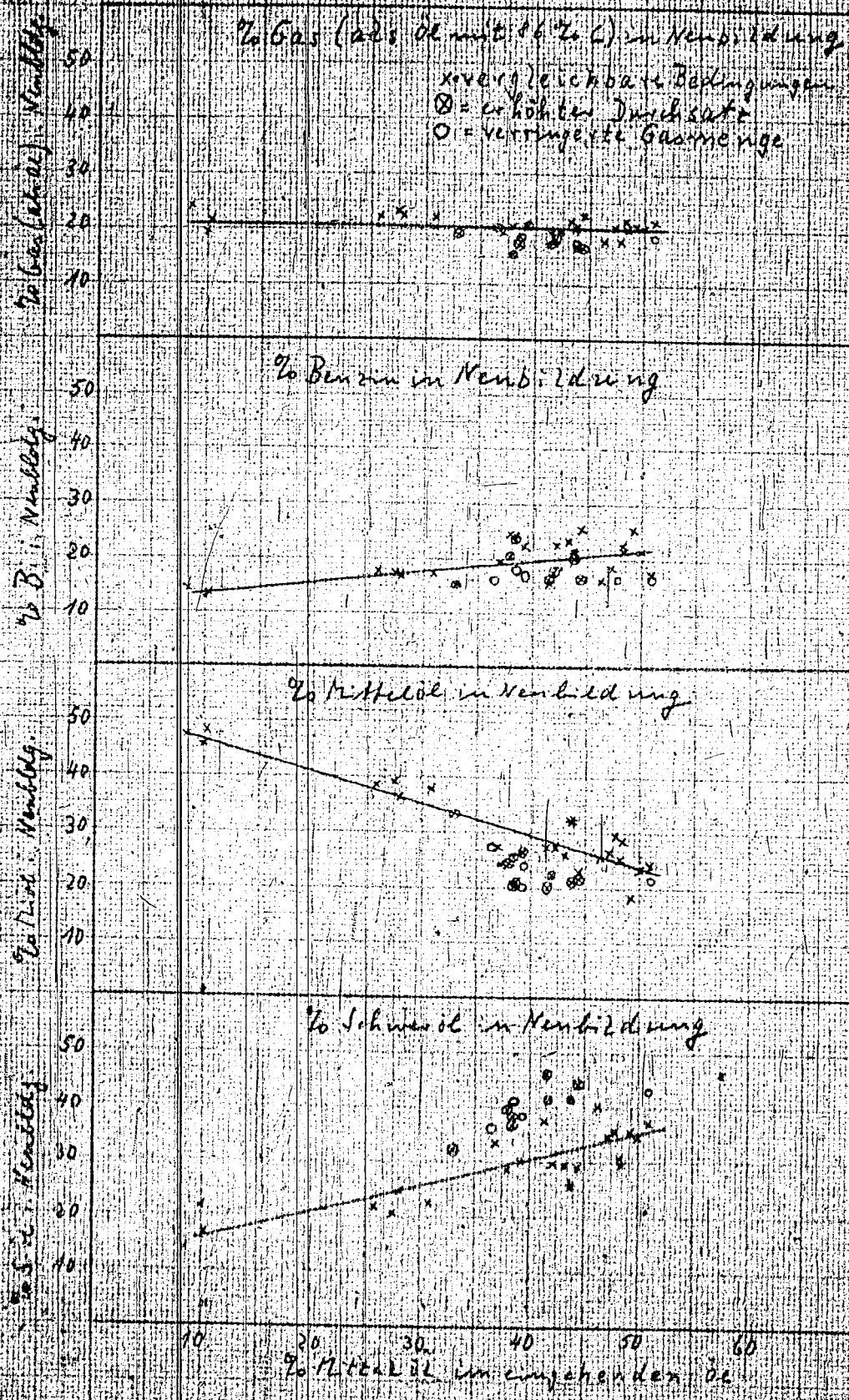
kannte Erscheinung, dass mit zunehmenden Mittelölgehalt des Anreibes  
öles die Mittelöln Neubildung zurückgeht, lässt vermuten, dass im Ver-  
lauf der Reaktion die Mittelölkonzentration im gesamten Öl e inner  
einem etwa gleichen Wert austrebt. Eine Berechnung zeigte, dass bei  
der Bi/Mi-Fahrweise bei einer Mittelölkonzentration am Eingang von  
8,5% die Mittelölkonzentration am Ausgang etwa 32 %, bei der Fahrwei-  
se auf 25 % Schwerölüberschuss bei einer Eingangskonzentration von  
etwa 30 % am Ausgang etwa 35 % betrug, während bei der Fahrweise auf  
maximalem Schwerölüberschuss bei einer Konzentration von etwa 50 %  
Mittelöl im eingehenden Öl die Ausgangskonzentration etwa 42 % erreich-  
te. Man sieht also, dass tatsächlich die Mittelölkonzentration am Aus-  
gang von der Eingangskonzentration nur wenig abhängig ist. Man muss  
daher wohl annehmen, dass bei einer bestimmten Mittelölkonzentration  
die Reaktion einen Zustand erreicht, in dem Mittelöl ebenso schnell  
neugebildet wie gespalten wird.

Un  
Die/abhängigkeit der Gasbildung vom anfänglichen Mittelölgehalt  
deutet darauf hin, dass die Gasbildung aus Mittelöl und Schweröl et-  
wa in gleicher Masse erfolgt, während die Bi-Bildung aus Mittelöl  
etwas bevorzugt ist.

Dat.	Rein-Kohle kg/Std	Gesamt- durchsatz kg/Std	Temp. mV	% Öl i. Ges- Eing.	% M'öl i. ein- geh. Öl	% Ges. Neubildung auf Reinkohle Gas als Öl mit 86% C + Bi + Mi + S-öl	i. d. Neubildung als Öl Bi Mi S-öl mit 86%			
18.8.40	5,05	10,07	24,5	45,9	10,1	88,1	19,6	12,8	45,7	213
12.9.	4,68	9,36	24,8	44,9	10,3	84,6	21,9	15,4	48,0	167
18.9.40	4,53	9,02	24,9	44,7	8,5	92,1	24,1	14,4	47,5	140
3.10.40	5,01	13,09	24,8	53,3	27,4	89,8	23,1	17,3	39,2	204
13.10.40	4,98	13,18	24,7	53,6	30,9	95,4	22,1	17,2	37,9	238
16.10.40	4,93	13,10	24,7	54,2	25,8	88,5	22,1	17,9	38,4	213
19.10.40	5,03	13,19	24,7	54,5	28,0	84,9	22,4	17,0	36,2	244
5.11.40	6,86	18,49	24,3	55,4	33,0	91,2	19,2	15,3	33,9	300
9.11.40	6,76	18,32	24,5	54,6	41,5	94,3	17,5	16,4	20,0	401
18.11.40	6,75	18,28	24,5	54,1	41,9	88,5	18,3	17,7	22,5	413
23.11.40	5,38	14,58	24,3	54,2	37,0	87,5	19,4	19,8	27,6	332
4.12.40	5,08	13,80	24,5	55,3	41,5	94,1	19,3	15,8	27,4	373
10.12.40	6,76	18,30	24,5	53,3	38,0	89,9	15,3	20,8	24,4	398
13.12.40	7,67	20,69	24,9	52,6	38,6	88,0	17,2	23,7	20,7	344
24.12.40	7,56	20,48	25,0	52,8	44,5	86,8	16,8	16,8	21,8	448
28.12.40	7,60	20,63	25,0	52,4	43,8	86,8	17,0	20,0	21,1	412
11.1.41	6,04	16,42	25,0	52,5	37,9	88,3	20,6	24,7	25,9	288
19.1.41	6,06	16,45	25,0	54,4	39,2	92,9	21,3	22,1	26,6	308
23.1.41	5,98	16,42	25,0	55,6	38,6	88,2	18,4	24,3	20,6	367
29.1.41	5,03	13,76	25,0	54,6	43,7	86,6	20,1	21,4	32,7	252
2.2.41	5,01	13,64	24,9	55,4	44,6	83,6	22,4	25,6	23,0	280
6.2.41	5,04	13,63	24,9	55,4	42,2	85,6	19,7	22,9	27,6	298
11.2.41	4,94	13,62	24,9	54,6	43,3	90,7	21,3	23,3	26,0	292
20.2.41	4,99	13,63	24,9	56,6	48,4	88,8	20,0	21,5	28,8	287
24.2.41	5,03	13,64	24,9	55,9	47,3	87,7	20,2	18,4	26,9	345
3.3.41	4,99	13,63	24,9	55,6	49,3	89,2	20,7	25,4	18,6	333
8.3.41	5,03	13,63	24,9	55,5	51,0	85,3	21,3	17,5	24,2	370
14.3.41	5,02	13,66	24,9	55,3	48,2	86,0	21,4	22,7	25,2	307
22.3.41	5,00	13,66	24,9	54,6	46,3	91,0	17,9	16,1	25,3	405
28.3.41	5,02	13,68	24,9	55,8	49,9	86,1	20,2	21,9	23,5	344
9.4.41	5,01 <sup>2)</sup>	13,64	24,9	53,3	47,7	89,2	17,9	16,7	29,8	335
8.4.41	5,00 <sup>2)</sup>	13,64	24,9	55,4	50,9	83,4	18,9	16,6	21,4	431
14.4.41	4,96 <sup>2)</sup>	13,61	24,9	54,6	38,6	86,0	18,9	18,0	21,9	412
21.4.41	5,01 <sup>2)</sup>	13,70	25,2	54,5	39,2	88,5	20,7	17,0	24,1	382
24.4.41	4,96 <sup>2)</sup>	13,57	25,2	54,6	36,6	88,2	20,2	16,0	27,8	360

1) Gasmenge 2 obm/kg RK  
2) Gasmenge 1 obm/kg RK

103



IG Farbenindustrie Aktiengesellschaft  
Ludwigshafen a. Rhein

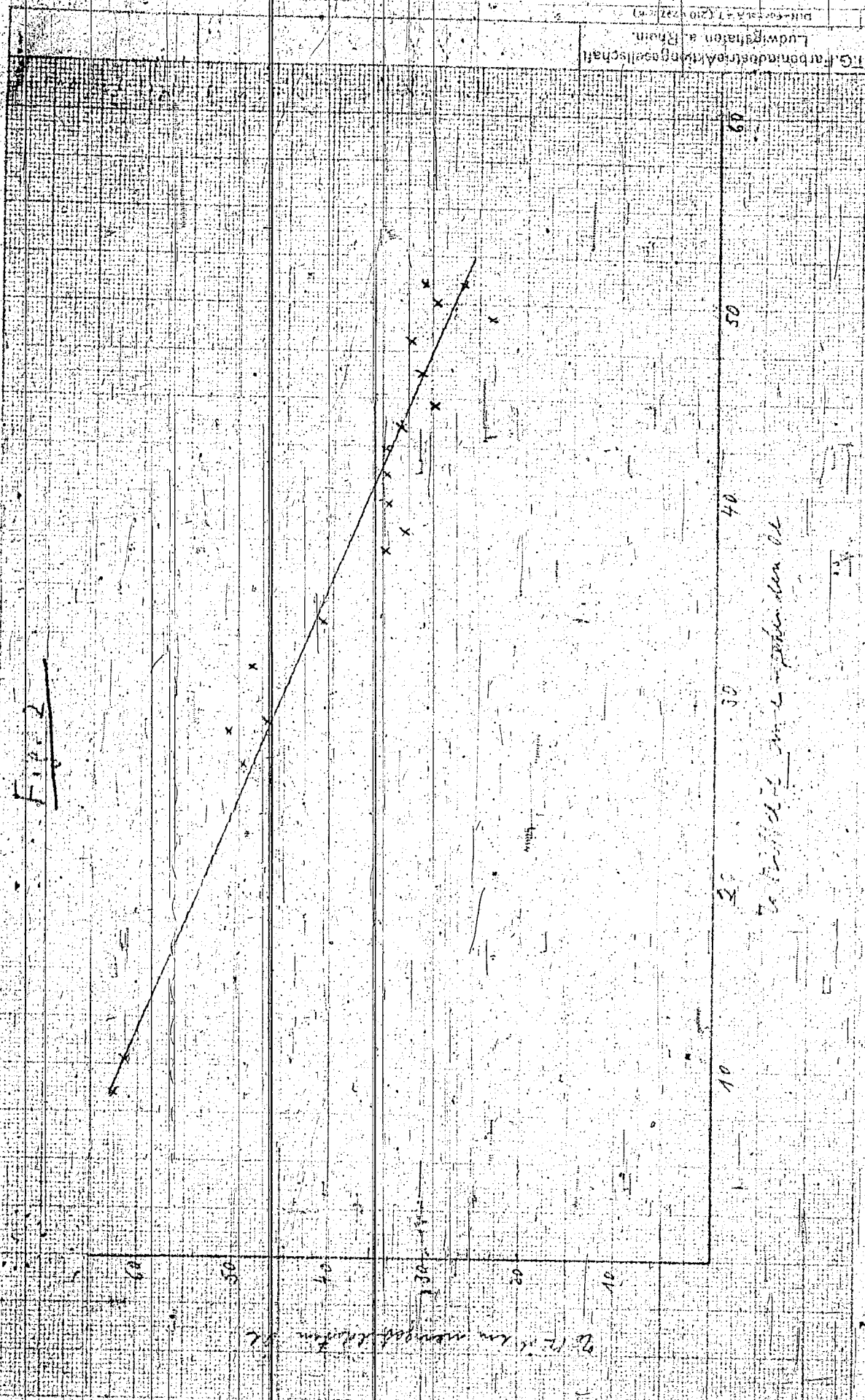
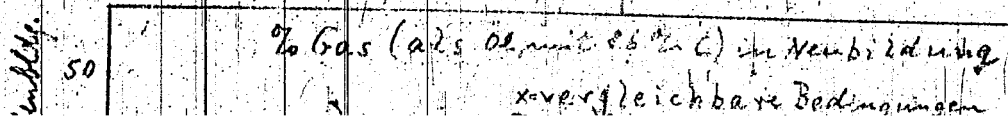


Fig. 2



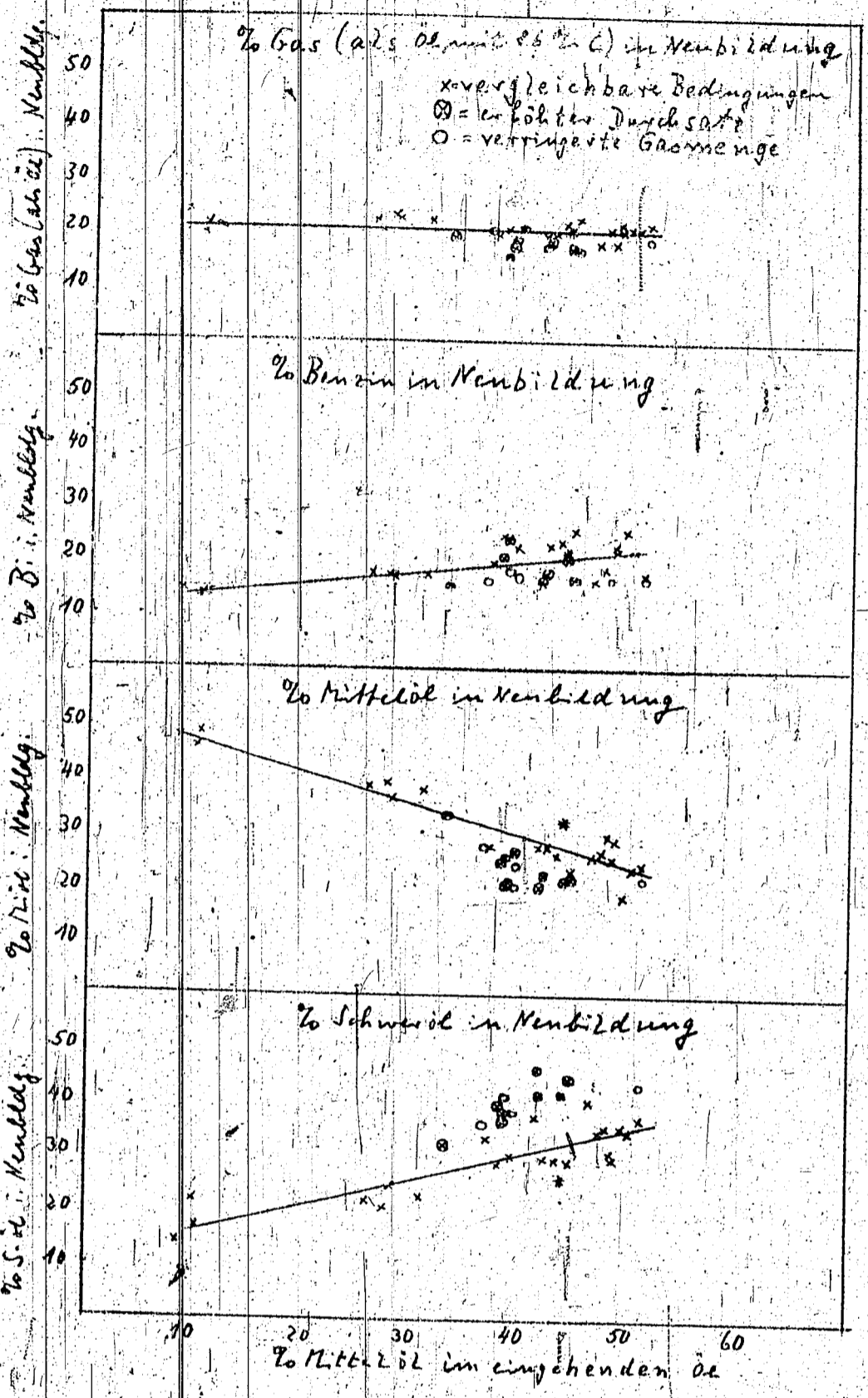
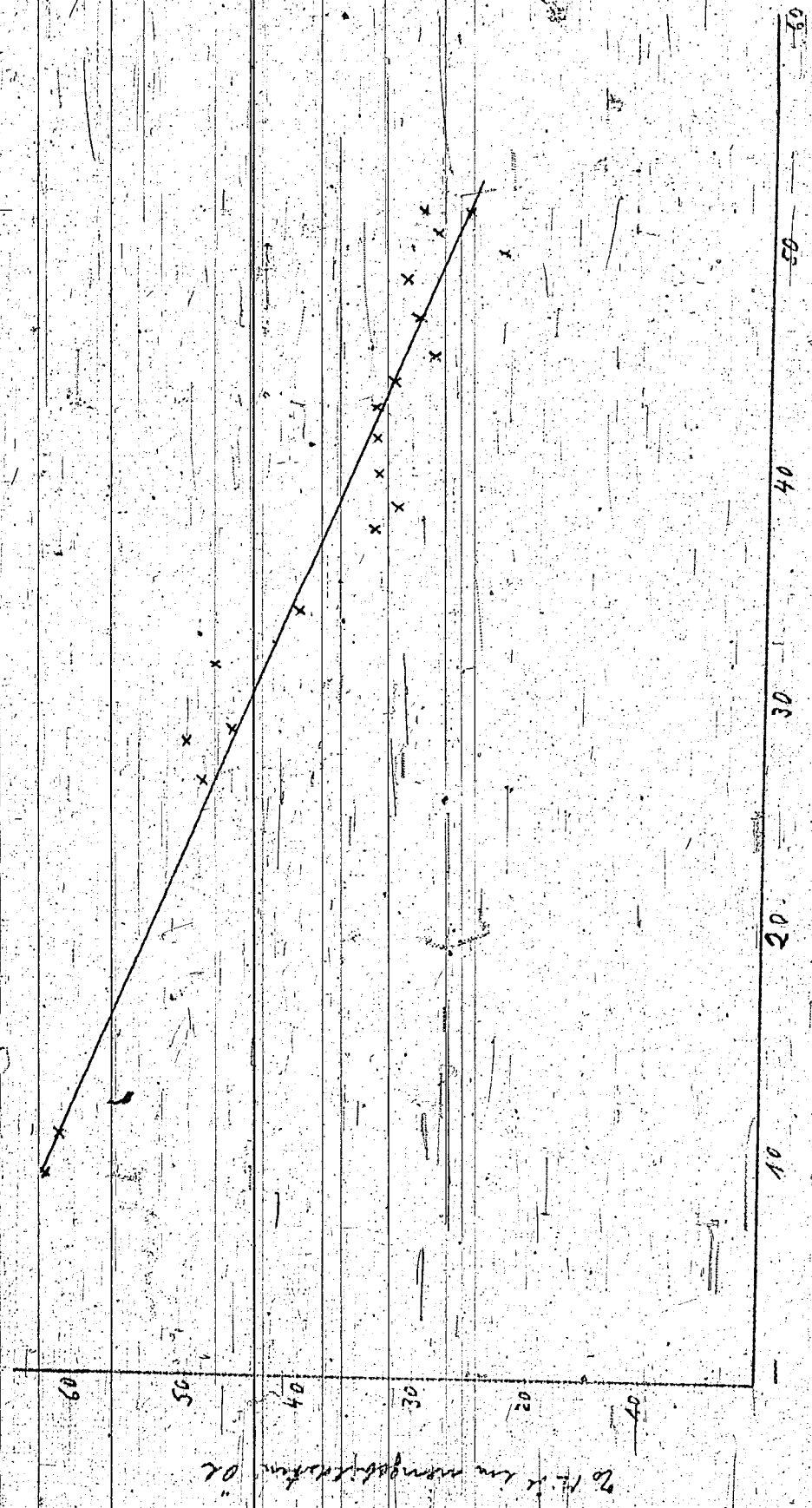


FIG. 2



No. of ... in ...

Wissenschaftlich-Technische  
Anstalt für Luft- und Raumfahrt  
Luftfahrtforschungsanstalt  
Postfach 101 + 110

108

Hochdruckversuche  
Lu 550

12. Mai 1941 Oct/R

Vertraulich

#### Schema Alkylat-Anlage.

Die Kohlenwasserstoffe werden gereinigt, verflüssigt und in Iso- und Normal-Butan getrennt dem Vorratbehälter 1 und 16 zugeleitet. Das Normalbutan wird dem Vorratbehälter 1 entnommen, in dem Verdampfer 2 vergast und über ein System von Wärmeaustauschern 3 dem Ofen 4 zugeführt, in dem es über einen Kontakt dehydriert wird. Das austretende Gasgemisch wird in einem Kühler 5 herabgekühlt. Aus diesem wird das Gasgemisch durch den Kompressor 7 angesaugt und auf 10 at komprimiert. Im Kondensator 8 wird das Gas verflüssigt und anschließend einem Scheidebehälter 9 zugeführt. Der nicht verflüssigte Anteil wird in der Ölwäsche im Wascher 10 mit Öl im Gegenstrom unter 10 atü gewaschen. Im Entgaser 11 aus dem Öl wieder entfernt und das Gasgemisch in Gasometer 6 zurückgeführt. Das entgaste Waschöl wird über den Kühler 12 dem Waschturm 10 im Kreislauf wieder zugeführt. Das vom Öl im Wascher 10 nicht absorbierte Gas wird dem Gasometer 13 zugeleitet und steht für die Brenner der Dehydrierung oder für andere Zwecke zur Verfügung. Das im Scheidebehälter 9 anfallende Flüssiggas wird in der Stabilisier-Kolonne 14 bei etwa 25 atü von niedrigsiedenden Kohlenwasserstoffen getrennt. Diese werden ebenfalls dem Gasometer 13 zugeleitet oder nach Bedarf in die Treibgasanlage gegeben. Die im Sumpf der Kolonne 14 anfallenden schweren Kohlenwasserstoffe gelangen in flüssigem Zustand in den Zwischenbehälter 15, dem der Zwischenbehälter 16 parallel geschaltet ist. Sie werden im bestimmten Verhältnis mit Isobutan aus Behälter 16 gemischt und der Butantrocknung 17 zugeleitet. Vor dem eigentlichen Mischbehälter 18 werden noch weitere Kreislaufprodukte zugeführt, das Produkt gelangt über ein Wärmeaustauscher-System 19 zu dem Alkylatbehälter 20, in dem ein Teil des Produktes verdampft wird. Die bei dieser Verdampfung anfallenden Gase gelangen in einen Nebenkreislauf der Butanverflüssigung, wobei die Butangase zunächst in einem Waschturm 24 ausgewaschen, in einem Neutralisierturm 25 neutralisiert und anschließend mittels Kompressor 27 und Kühler 28 wieder verflüssigt werden. Die verflüssigten Produkte werden wie oben erwähnt in den Kreislauf zurückgeführt. Die im Waschturm 24 anfallenden Flüssig-Bestandteile werden im Scheidebehälter 25 getrennt. Isobutananteile gelangen in den Kreislauf, während die restlichen Bestandteile abgeschieden werden. Die im Alky-

- 2 -

18675c

109

- 2 -



Die Kohlenwasserstoffe werden gereinigt, verflüssigt und in Normal- und Normal-Butan getrennt dem Vorratbehälter 1 und 16 zugeleitet. Das Normalbutan wird dem Vorratbehälter 1 entnommen, in dem Verdampfer 2 vergast und über ein System von Wärmeaustauschern 3 dem Ofen 4 zugeführt, in dem es über einen Kontakt dehydriert wird. Das austretende Gasgemisch wird in einem Kühler 5 herabgekühlt. Aus diesem wird das Gasgemisch durch den Kompressor 7 angesaugt und auf 10 at komprimiert. Im Kondensator 8 wird das Gas verflüssigt und anschließend einem Scheidebehälter 9 zugeführt. Der nicht verflüssigte Anteil wird in der Ölwäsche im Wascher 10 mit Öl im Gegenstrom unter 10 atü gewaschen. Im Entgaser 11 aus dem Öl wieder entfernt und das Gasgemisch in Gasometer 6 zurückgeführt. Das entgaste Waschlöl wird über den Kühler 12 dem Waschturm 10 im Kreislauf wieder zugeführt. Das vom Öl im Wascher 10 nicht absorbierte Gas wird dem Gasometer 13 zugeleitet und steht für die Brenner der Dehydrierung oder für andere Zwecke zur Verfügung. Das im Scheidebehälter 9 anfallende Flüssiggas wird in der Stabilisier-Kolonne 14 bei etwa 25 atü von niedrigsiedenden Kohlenwasserstoffen getrennt. Diese werden ebenfalls dem Gasometer 13 zugeleitet oder nach Bedarf in die Treibgasanlage gegeben. Die im Sumpf der Kolonne 14 anfallenden schweren Kohlenwasserstoffe gelangen in flüssigen Zustand in den Zwischenbehälter 15, dem der Zwischenbehälter 16 parallel geschaltet ist. Sie werden im bestimmten Verhältnis mit Isobutan aus Behälter 16 gemischt und der Butantrocknung 17 zugeleitet. Vor dem eigentlichen Mischbehälter 18 werden noch weitere Kreislaufprodukte zugeführt, das Produkt gelangt über ein Wärmeaustauscher-System 19 zu dem Alkylatbehälter 20, in dem ein Teil des Produktes verdampft wird. Die bei dieser Verdampfung anfallenden Gase gelangen in einen Nebenkreislauf der Butanverflüssigung, wobei die Butangase zunächst in einem Waschturm 24 ausgewaschen, in einem Neutralisiererturm 26 neutralisiert und anschließend mittels Kompressor 27 und Kühler 28 wieder verflüssigt werden. Die verflüssigten Produkte werden wie oben erwähnt in den Kreislauf zurückgeführt. Die im Waschturm 24 anfallenden Flüssig-Bestandteile werden im Scheidebehälter 25 getrennt, Isobutananteile gelangen in den Kreislauf, während die restlichen Bestandteile abgeschieden werden. Die im Alky-

- 2 -

18675c

109

- 2 -

latbehälter 20 vorhandenen flüssigen Kohlenwasserstoffe werden in Gegenwart von konzentrierter Schwefelsäure teilweise zu Alkylat umgewandelt, über das Verweilgefäß 21 geleitet, das Produktsäuregemisch zu dem Behälter 22, in dem die Schwefelsäure abgezogen und in den Kreislauf zurückgeführt wird. Der aus dem Kreislauf entfernte Säureanteil wird durch Frischsäure aus dem Vorratbehälter 23 ersetzt. Das im Behälter 22 abgeschiedene Gemisch von Kohlenwasserstoffen und Alkylat gelangt über den Wärmeaustauscher 19 zu einer Laugewäsche, um die Reste Säure zu neutralisieren. Vor dem Orifice-Mischer 29 wird aus dem Behälter 30 verdünnte Natronlauge beigemischt und die Mischung anschließend im Scheidebehälter 31 getrennt. Die in diesem Behälter anfallende Natronlauge wird über ein Sammelgefäß 32 in den Kreislauf zurückgeführt, wobei in bestimmten Zeitabständen ein Teil der stark verdünnten Lauge abgeschieden wird. Das Gemisch aus Kohlenwasserstoffen und Alkylat gelangt aus dem Scheidebehälter 31 in eine anschließende Wasserwäsche, in dem die Reste Lauge mittels Wasser ausgewaschen und im Übrigen ein ähnlicher Prozeß wie bei der Laugewäsche nunmehr in dem Orifice-Mischer 33, dem Wasservorratbehälter 34, dem Scheidebehälter 35 und dem Sammelgefäß 36 durchgeführt wird. Das nunmehr von Säure und Lauge befreite Produktgemisch gelangt über eine Pumpe 37 in die Stabilisierkolonne 38. Aus dem Sumpf der Kolonne wird das eigentliche Alkylat mittels einer Pumpe der Redestillation 40 zugeführt. Kopfprodukt AT 244 (Alkylat) geht zur Fertigtanklager 41.

Die in der Stabilisierung gasförmig abgetriebenen Butane gelangen in die Butantrennkolonne 42. Das im Sumpf anfallende Normalbutan geht nach 1, das als Kopfprodukt abgetriebene Isobutan wird in einer Schlußkolonne von niedrigsiedenden Kohlenwasserstoffen weitgehend gereinigt und in den Kreislauf der Alkylierung vor der Butantrocknung zurückgeführt.

gez. Öttinger

Schema einer Alkylierung

Dehydrierung

3

1

2

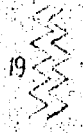
5

6

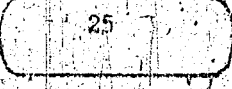
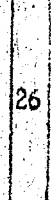
Dehydrierung



Alkylierung



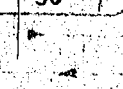
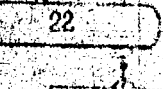
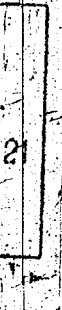
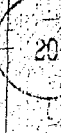
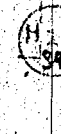
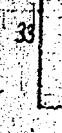
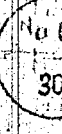
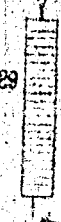
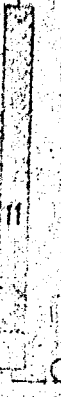
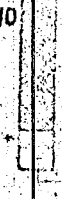
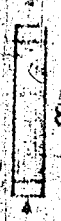
Destillation



F. G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft  
Ludwigshafen am Rhein  
Pat. 233.547

Schema einer Alkylat-Anlage

110



Übersichtsskizze nach DIN 24

RSK 6059

TITLE PAGE

5. Überlastkurven und chemische Konstitution der  
Treibstoffe.  
Overload curves and chemical constitution  
of the fuels.

Frame Nos. 111 - 118

Überladekurven und chemische Konstitution der Treibstoffe.  
-----

(5)  
Zusammenfassung der Berichte und Berechnungen von  
Dr. Fromhera, Dr. v. Müffling und Dr. Nonnenmacher  
in der Zeit von Dezember 1940 bis April 1941.

I. Zur theoretischen Deutung von Überladekurven<sup>1)</sup>.

Um den charakteristischen Verlauf der Überladekurven theoretisch zu erklären, wird von der bekannten Vorstellung ausgegangen, dass für das Eintreten des Klopfens die höchste im unverbrannten Teil der Zylinderladung erreichte Temperatur verantwortlich ist. Diese ändert sich bei Änderung der Luftüberschusszahl  $\lambda$  in einer Weise, die <sup>sich</sup> aus der Kompressions- und Verbrennungsendtemperatur berechnen lässt. Die Änderung der Maximaltemperatur wird dann durch eine entsprechende Druckänderung kompensiert, sodass gerade wieder Klopfen einsetzt. Aus Temperatur- und Druckabhängigkeit der Selbstzündungsreaktion wurden für einzelne Kohlenwasserstoffe (Isooktan und Benzol) in Abhängigkeit von der Luftüberschusszahl Ladedruckkurven für verschiedene Ladelufttemperaturen berechnet. Die berechneten Kurven zeigen folgende Reihe von Gesetzmässigkeiten:

- 1.) Beim Benzol verlaufen die Überladekurven wesentlich steiler als beim Isooktan;
- 2.) Bei Erhöhung der Ladelufttemperatur nehmen die Ladedruck beim Benzol stärker ab als beim Isooktan;
- 3.) Das Minimum der Kurven liegt bei einer Ladelufttemperatur von 80°C zwischen  $\lambda$  1,0 - 1,1 und zwar beim Isooktan bei etwas höheren<sup>2)</sup> Werten als beim Benzol. Es verschiebt sich bei Erhöhung der Ladelufttemperatur beim Isooktan nach zunehmend höheren, beim Benzol nach niederen  $\lambda$ -Werten.

1) Vgl. Berichte vom 6. und 12. Dezember 1940 (von Müffling, Nonnenmacher)

- 4.) Die Überladekurven verlaufen bei Erhöhung der Ladelufttemperatur steiler d.h. die  $p_{me}$ -Werte verschieben sich im Luftüberschussgebiet stärker als im fetten Gebiet.

Der charakteristische Verlauf der berechneten Kurven stimmt also mit den experimentellen Kurven weitgehend überein, sodass man annehmen kann, dass die zugrundegelegte Theorie die wirklichen Verhältnisse annähernd richtig beschreibt. Die hier bereits berechneten Gesetzmässigkeiten werden z.B. auch experimentell in den Einzelheiten bestätigt durch einen Bericht des Technischen Prüfstandes Oppau <sup>1)</sup>, in dem Ergebnisse an Stoffen mitgeteilt werden, die von uns zu diesem Zweck nach Oppau geliefert wurden.

## II. Berechnung der Überladekurven aus der Oktanzahl des Restbenzins und dem Aromatengehalt(Naphtengehalt).

Aus dem Abschnitt I geht die Möglichkeit hervor, die wesentlichsten Gesetzmässigkeiten der Überladekurven durch reine Temperaturbetrachtungen ohne Annahme spezieller Reaktionsmechanismen zu erklären. Dies legt nahe, dass Überladeverhalten von Treibstoffgemischen additiv aus dem Verhalten der einzelnen Komponenten mittels einer Mischungsregel zu berechnen. Dies lässt sich in der Tat mit einer Genauigkeit durchführen, die innerhalb der Fehlergrenzen der experimentellen Daten (vgl. Abschnitt III) für die Überladekurven liegen <sup>2)</sup>.

Die allgemeinen Regeln dieser Berechnung, auf die im übrigen aus den <sup>zitierten</sup> Berichten genau zu ersehen sind, lassen sich im Folgenden zusammenfassen:

- 1.) Die Überladekurven, insbesondere von Aromatenbenzinen, setzen sich in erster Näherung additiv nach der Mischungs-

<sup>1)</sup> Bericht des Techn. Prüfstandes Oppau Nr. 454 vom 21.4.41

<sup>2)</sup> Berichte vom 5.12.40, 9.1.41, 18.3.41 (Promherz)

regel zusammen aus einer Einheitsüberladekurve für Aromaten und der Überladekurve des Restbenzins (gegebenenfalls + Isooktan);

- 2.) Die Überladekurve des Restbenzins geht mit seiner Motoroktanzahl parallel nach einer durch eine Kurve gegebenen

regel zusammen aus einer Einheitsüberladekurve für Aromaten und der Überladekurve des Restbenzins (gegebenenfalls + Isooktan);

2.) Die Überladekurve des Restbenzins geht mit seiner Motoroktanzahl parallel nach einer durch eine Kurve gegebenen empirischen Beziehung.

Beispiel:

G<sub>2</sub> mit DHD (50 % Aromaten) aus Steinkohle (4075 H).  
Das Benzin enthält 80 % DHD-Benzin < 40 % Aromaten  
40 % Restbenzin (O.Z.74)  
20 % ET 100 → 20 % ET 100 (O.Z.100).

Die Oktanzahl des Gesamt-Restbenzins (Restbenzin + ET 100) berechnet sich nach der Mischungsregel zu

$$\frac{40 \times 74 + 20 \times 100}{40 + 20} = 81,5$$

Die Kurvenbeziehung ergibt für das Restbenzin mit der Oktanzahl 81,5 für p<sub>me</sub> (max.) (λ = 0,8) 16 atm; für p<sub>me</sub> (min.) (λ = 1,2) 10,5 atm. Für die Aromaten sind nach der Einheitskurve die entsprechenden p<sub>me</sub> 34 und 14 atm. Die Additionsregel ergibt für die p<sub>me</sub> des Benzins im Maximum und im Minimum

$$\frac{40 \times 34 + 60 \times 16}{100} = 23,2 \text{ atm und } \frac{40 \times 14 + 60 \times 10,5}{100} = 11,9;$$

gemessen wurde 23,5 atm und 11,8 atm.

3.) Einfluss des Naphthengehaltes.

Ersetzt man in einem Benzin (bzw. Restbenzin) einen gewissen Prozentsatz des darin enthaltenen Naphthenes durch den gleichen Prozentsatz an Paraffinischem Benzin mit einer dem herausgenommenen Naphthen gleichen Oktanzahl (Motormethode), so ändert sich an der Überladekurve folgendes:

- a) Das p<sub>me</sub> (Min.) (bei λ = 1,2) ändert sich in erster Näherung nicht.
- b) Das p<sub>me</sub> (Max.) (bei λ = 0,8) wird für je 10 % (Vol.%) vom Benzin bzw. Restbenzin herausgenommen und durch

paraffinisches Benzin der gleichen Oktanzahl ersetzen Naphthenbenzins näherungsweise um 0,65 atm erniedrigt.

4.) Unterschiedliches Verhalten der einzelnen Aromaten.

Eine genaue Untersuchung entsprechender Überladekurven zeigt, dass Aromaten, die höher als Toluol sieden, zum Teil ein besseres Überladeverhalten haben als niedrigere Aromaten.

Da bekanntlich die C-C-Bindung zwischen dem ersten und zweiten C-Atom der Seitenkette eines Aromaten am schwächsten ist, <sup>(sogar schwächer als eine normale C-C-Bindung)</sup> war die Vorstellung naheliegend, dass eine derartige vorhandene schwache Stelle sich ähnlich wie bei den Olefinen in Mischungen in Klopf- und Überladeverhalten günstig auswirkt. Auf Grund dieser Überlegung wurden entsprechend ausgewählte Kohlenwasserstoffe dem Technischen Prüfstand Oppau und der DVL zur Prüfung des Überladeverhaltens übersandt. Sowohl der Techn.Prüfstand wie die DVL bestätigten in ihren Ergebnissen unsere Überlegungen weitestgehend <sup>1)</sup>. Nach diesen Überlegungen war z.B. zu erwarten, dass Toluol, Xylol, Benzol, Mesitylen sowie Gemische dieser Stoffe, wie sie insbesondere in den CV<sub>2</sub>-Aromaten vorliegen, im Überladeverhalten schlechter sind als <sup>2)</sup> ~~Methyl~~ Benzol, Diäthylbenzol, Propylbenzol usw. Dies liess sich eindeutig bestätigen.

III. Über die Fehlergrenze bei der Bestimmung der Überladekurven.

Die vom Techn.Prüfstand und von der DVL mit den von uns eingesandten Proben gemessenen Überladekurven zeigen oft erhebliche Schwankungen. Eine genaue Fehlerdiskussion <sup>2)</sup> lässt erkennen, dass es in erster Linie Fehler der Gasmengenmessung

<sup>1)</sup> Bericht Techn.Prüfstand vom 26.2.1941 Nr. 1469; Bericht DVL vom 6.1.41 Nr. 1328.

<sup>2)</sup> Bericht vom 12.12.40 und vom 20.1.41 (Promherz)

(bedingt durch Fehler der Gasuhr und der Ventilüberschneidung) sind, die fehlerhafte λ-Werte in den Überladekurven bewirken:

$$\pm 5 \% \text{ Fehler in der Gasmengenmessung ergibt einen Fehler von } \pm 0,05 \text{ in } \lambda.$$

(bedingt durch Fehler der Gasuhr und der Ventilüberschneidung) sind, die fehlerhafte  $\lambda$ -Werte in den Überladekurven bewirken:

$\pm 5\%$  Fehler in der Gasmengemessung ergibt einen Fehler von  $\pm 0,05$  in  $\lambda$ .

Dazu kommen noch Schwankungen in der Restbenzin-Oktananzahl von  $\pm 2$  Einheiten und Schwankungen im Aromatengehalt von  $\pm 2\%$ .

Jeder dieser Faktoren bedingt einen Fehler von etwa  $\pm 0,5$  atm im  $P_{me}$ . Der Gesamtfehler ergibt sich also zu etwa  $\pm 1,5$  atm; der wahrscheinliche zu etwa  $\pm 1$  atm. Diese Überlegungen werden durch einen Bericht der DVL vom 19.12.40 und einen Bericht vom Techn.Prüfstand vom 23.12.40 Nr. 1274 in denen experimentelle Unterlagen gebracht werden, bestätigt. Sie sind in dem erwähnten Bericht vom 20.1.41 (Fromherz) ausführlich diskutiert worden.

Danach muss man sich darüber klar sein, dass jegliche Auswertung und Bewertung von Differenzen von Überladekurven, die innerhalb von  $\pm 1$  atm im  $P_{me}$  liegen, auf eine Diskussion innerhalb der Fehlergrenze hinausläuft also höchstens Hinweise geben.

Etwas Beweisendes lässt sich aus solchen Differenzen nur sagen, wenn sich der gleiche relativ kleine Effekt im Mittel über 3-5 von einander unabhängigen Überladekurvenmessungen wiederholt feststellen lässt.

Die im Abschnitt II auseinandergesetzte Methode der Vorausberechnung von Überladekurven hat sich als ein gutes und zuverlässiges Orientierungsverfahren erwiesen, um von vornherein die Lage der Überladekurven von noch nicht untersuchten Benzinproben und Benzinsmischungen anzugeben. Ausserdem hat sich gezeigt, dass bei mehreren stark ~~unterschiedlichen~~ untereinander schwankenden ~~Zusammensetzungen~~ Überlademesskurven desselben Benzins die theoretisch voraus berechnete Überladekurve den richtigen Mittelwert ergibt (vgl. Bestimmungen von  $OV_{2b}$  + Alkoholbenzin (+ BT 100)); DVL-Berichte vom 13.41, 14.3.41, 3.2.41, 19./20.3.41 vgl. auch Bericht vom 24.3.41 Dehn).

<sup>1)</sup> vgl. Bericht vom 8.2.1941 (Fromherz)

IV. Theoretische Vorausberechnung der Einstellung von Benzinen auf  $C_2$ - und  $C_3$ -Qualität.

Das in Abschnitt II auseinandergesetzte Verfahren zur Vorausberechnung der Überladekurven aus dem Aromatengehalt und der Oktanzahl des Restbensins kann umgekehrt benutzt werden, um die Frage <sup>quantitativ</sup> zu beantworten, auf welche Weise man durch Zugabe geeigneter Stoffe (wie Isooktan, Alkylloktan, Alkoholbenzin, Leichtbenzin oder Aromaten) irgend ein bekanntes Benzin auf  $C_3$ - oder  $C_2$ -Qualität bringen kann.

In dieser Richtung konnten eine grosse Anzahl von Anfragen beantwortet werden z.B. wurde in einem Schreiben vom 2. Januar 1941 des Ammoniakwerks Merseburg angefragt, wie ein Leuna-HF-Benzin von bestimmter Qualität durch Zugabe von Isooktan auf  $C_3$ -Qualität gebracht werden kann. Diese Frage liess sich ohne weiteres beantworten. Ebenso kann selbstverständlich genau angegeben werden, wie ~~z.B.~~ ein 7019-Vorprodukt, das nicht die Standard- $OV_{2b}$ -Qualität erreicht, durch quantitativ berechenbare Mengen an den oben erwähnten Produkten auf  $OV_{2b}$ -Qualität gebracht werden kann. Das gilt z.B. auch für das in dem Bericht des Techn.Prüfstandes (Kraftstoffprüfung Nr. 207) erwähnte 7019-Vorprodukt von Gelsenberg. In diesem Bericht wird nur qualitativ von der Möglichkeit gesprochen, dass man durch Zumischung einer guten  $OV_{2b}$ -Probe mit hohem Aromatengehalt auch mit dem Vorprodukt an die Güte des Standard- $OV_{2b}$  herankommen kann.

Nach unserem Verfahren lässt sich aber eine genaue quantitative Angabe über die Menge und Qualität der nötigen Zumischung machen.

~~\_\_\_\_\_~~  
~~\_\_\_\_\_~~  
~~\_\_\_\_\_~~  
~~\_\_\_\_\_~~

Schliesslich war es nach dieser Methode möglich, in Form von Kurven für jedes Aromatenbenzin mit gegebener Oktanzahl des Restbensins anzugeben, welche Mengen von Isooktan, bzw. Alkylloktan bzw. Leichtbenzin oder Alkoholben-

Schliesslich war es nach dieser Methode möglich, in Form von Kurven für jedes Arcmatenbenzin mit gegebener Oktanzahl des Restbensins anzugeben, welche Mengen von Isooktan, bzw. Alkyläktan bzw. Leichtbenzin oder Alkoholbenzin nötig sind, um das betreffende Benzin auf  $O_3$ - oder  $O_2$ -Qualität einzustellen.<sup>1)</sup>

V. Beurteilung des Überladeprüfverfahrens der DVL mit veränderlicher (Grundverfahren) und mit konstanter Zündung (vereinfachtes Verfahren).

Seit 1. Januar 1941 wurde bei der DVL an Stelle des Grundverfahrens mit veränderlicher Zündung das vereinfachte Verfahren mit konstanter Zündung zur Aufnahme der Überladekurven angewandt.

Hierbei trat als wesentliches Merkmal die Erscheinung auf, dass im Vermagerungsgebiet die Überladekurven höher liegen als mit veränderlicher Zündung, während im fetten Gebiet die Kurven etwa gleich liegen. Das bedeutet, dass die Überladekurven mit konstanter Zündung einen flacheren Verlauf als die mit veränderlicher Zündung haben.

Auf Grund unserer Erkenntnisse über die Überladekurven konnte diese Erscheinung befriedigend geklärt werden auf Grund der Beziehungen zwischen der Vorzündung (in Kurbelgraden) und dem  $\lambda$ .<sup>2)</sup> Es ist bekannt, dass mit zunehmender Luftüberschusszahl der Zündzeitpunkt vorverlegt werden muss, um die beste Leistung zu erhalten. Während im fetten Gebiet ( $\lambda$  kleiner oder gleich 1,0) diese Abhängigkeit sehr gering ist, muss bei Luftüberschuss ( $\lambda > 1$ ) der Zündpunkt stärker geändert werden. Diese ganz an sich bekannte Erscheinung

<sup>1)</sup> Vgl. Bericht vom 10.1.41 und 13.1.41 (Fromhers)

<sup>2)</sup> Siehe Bericht vom 23.1.1941 (Fromhers und v. Müffling)



( $\lambda$  kleiner oder gleich 1,0) diese Abhängigkeit sehr gering ist, muss bei Luftüberschuss ( $\lambda > 1$ ) der Sündpunkt stärker geändert werden. Diesem an sich bekannte Erscheinung

1) Vgl. Bericht vom 10.1.41 und 13.1.41 (Fromherz)

2) Siehe Bericht vom 23.1.1941 (Fromherz und v.Müffling)

- 8 -

- 8 -

118

wird z.B. auch durch den Bericht des Techn.Prüfstandes Oppau Nr. 204<sup>1)</sup> erneut bestätigt. Es wurde in unserem Bericht gezeigt, dass die Einstellung der Vorzündung bei einem konstanten Kurbelwinkel sich daher besonders im Luftüberschussgebiet bemerkbar machen muss. Als Folge davon tritt bei dem vereinfachten Verfahren eine Erhöhung des  $P_{me}$  gegenüber dem Grundverfahren auf im Luftüberschussgebiet auf, die aber gleichzeitig mit einer schlechteren Kraftstoffausnutzung verbunden ist.

gez. Fromherz

gez. v.Müffling.

<sup>1)</sup> Techn.Prüfstand Oppau, Bericht Nr. 204 v.24.4.41

THIRD PAGE

6. Zur Frage der Verstickung von Chromstählen bei der Hochdruckbenzolsynthese und ihrer Verhütung.  
Nitride formation on chromium steels during the high pressure gasoline synthesis and its prevention.

Frame Nos. 119 - 122

6. Zur Frage der Verstickung von Chromstählen bei der Hochdruckbenzolsynthese und ihrer Verhütung.  
Nitride formation on chromium steels during the high pressure gasoline synthesis and its prevention.

Frage Nos. 119 - 122

Hochdruckversuche  
87/11 558

119  
10. Mai 1941 Pg.

15x

⑥ Zur Frage der Verstickung von Chromstählen bei der Hochdruckbenzolsynthese und ihrer Verhütung.

Aus Anlaß eines kürzlich in Welheim an einem Vorheizer der Sumpffase aufgetretenen Schadens, der möglicherweise auf Versprödung des etwa 3 Jahre in Betrieb gewesenen  $N_{10}$ -Materials durch oberflächliche Verstickung zurückzuführen sein soll <sup>1)</sup>, wird in folgenden zu der Frage Stellung genommen:

Wieweit können Stickstoff, Ammoniak oder organisch gebundener Stickstoff in Konzentrationen, wie sie allgemein bei der katalytischen Druckhydrierung und speziell in der Sumpffase bei Verarbeitung von Steinkohle und Braunkohle vorliegen, und unter den günstigen Bedingungen der Druckhydrierung (Temperatur 400-500°, Gegenwart von Wasserstoff) unter 700 atm Druck) zu einer Verstickung (= oberflächlichen Nitridbildung) der verwendeten Chromhaltigen Stahllegierungen führen?

Aus dem in der Literatur zugänglichen Versuchsmaterial und aus theoretischen Überlegungen, die in einer Anlage zusammengestellt sind (Bericht 18 5791 vom 2. Mai 1941), folgt:

1) Der im Kreislaufgas enthaltene Stickstoff ist mit Sicherheit unschädlich, da eine Nitridbildung aus den in Frage kommenden Metallen und elementarem Stickstoff bei 400 bis 500° (auch unter Druck) nicht eintritt.

2) Eine Nitridbildung aus Ammoniak und Nigen, wie sie in Anwesenheit von Wasserstoff z.B. bei dem zur oberflächlichen Stahlhärtung angewandten Nitrierverfahren eintritt, ist bei der Druckhydrierung infolge der Anwesenheit von überschüssigem Wasserstoff nach Lage des thermodynamischen Gleichgewichtes nicht möglich.

3) Dagegen muß bei Verwendung von Chromhaltigen Materialien wie  $N_2$ ,  $N_2$  und  $N_{10}$  selbst in Gegenwart von Wasserstoff grundsätzlich mit der Möglichkeit gerechnet werden, daß unter der Einwirkung von Ammoniak (der in der Sumpffase bei Verarbeitung von

1) Das betreffende schadefatte Werkstück wies eine größere Oberflächenhärtung auf als frisches Material. Eine genauere Untersuchung liegt noch nicht vor.

-2-

Steinkohle eine Konzentration von 0,35 % und bei Verarbeitung von Braunkohle eine solche von 0,25 % erreichen kann) Chromnitrid entstehen kann, wobei es zu einer Ausscheidung des Nitrides, eventuell auch komplexer, noch andere Metalle enthaltender Nitride, aus dem ursprünglich vorliegenden Eisen-Chrom-Mischkristall kommen würde. Die Tiefenwirkung des Ammoniakangriffes ist dabei auf etwa 0,2 mm begrenzt; die maximale Stickstoffaufnahme könnte bei den genannten Materialien mit ca. 3 % Cr-Gehalt in dieser Oberflächenschicht bis zu 0,8 % betragen. Ob eine solche Nitridausscheidung tatsächlich bei der Hydrierung eintritt, ist allerdings eine Frage, die hauptsächlich von der Geschwindigkeit dieses an sich möglichen Prozesses abhängt und nur durch Untersuchungen an Werkstücken aus dem Betrieb entschieden werden kann (derartige Untersuchungen sind in Vorbereitung).

4) Der in der Kohle und in den Ölen (s. Beispiel im Anreibe-  
öl der Sumpfhase) organisch gebundene Stickstoff verhält sich, mindestens soweit es sich um aminähnlich gebundenen Stickstoff handelt, ähnlich wie freies Ammoniak, sodaß auch an Stellen des Kreislaufes, an denen die Konzentration an freiem Ammoniak niedriger ist, wie etwa in den schon auf hoher Temperatur befindlichen Vorheizern, mit der Möglichkeit einer Chromnitridbildung zu rechnen ist.

5) Falls eine Nitridbildung bei der Betriebstemperatur eingetreten ist, geht diese bei Abkühlen des Materials (s.B. beim Abstellen der Öfen) nicht wieder zurück <sup>1)</sup>.

6) Die obigen Überlegungen gelten für niedrigere Drücke (s.B. 200 atm) ebenso wie für 700 atm.

7) Auch die typischen Nitridbildner Aluminium und Silicium, möglicherweise auch Titan und Vanadium können als Legierungsbestandteile in Stählen unter Hydrierbedingungen Nitride geben, nicht dagegen die Metalle Wolfram, Molybdän und Mangan. Bei den Chromstählen scheint die Frage nach der Nitridbildung der Zusatzelemente, die nur in Konzentrationen unter 1 % vorliegen, für die Beurteilung der Materialeigenschaften weniger wichtig als die Nitridbildung des Chroms.

<sup>1)</sup> In Welheim trat der Schaden auf, als die Anlage nach vorübergehender Außerbetriebnahme kalt abgepreßt wurde.

Sollten die eingeleiteten Materialuntersuchungen tatsächlich eine während längerer Betriebszeiten eingetretene oberflächliche Verstickung des Materials ergeben, so erhebt sich die Frage:

Wie kann bei der katalytischen Druckhydrierung eine oberflächliche Verstickung des verwendeten Materials und die sich daraus ergebende unerwünschte Versprödung verhindert werden?

Hier ergeben sich folgende 2 Möglichkeiten:

1) Überziehen des verwendeten Materials ( $N_2$ ,  $H_2$ ,  $H_2O$ ) mit einem verstickungsfesten Überzug. Als solcher käme z. B. Zink in Frage, das sich bei der Druckhydrierung auch sonst schon als korrosionsfester Überzug bewährt hat und über dessen Verwendung bereits Erfahrungen vorliegen. Zink verhält sich Ammoniak gegenüber ähnlich wie reines Eisen (s.o.).

2) Oberflächliche Verstickung (Nitrierung) der betreffenden Chromstähle vor ihrer Verwendung bei der Druckhydrierung. Es ist denkbar, daß durch Nitrierung unter kontrollierten Bedingungen hierbei eine gleichmäßigere Änderung der Oberflächeneigenschaften zu erzielen wäre, sodaß trotz der auch hierbei eintretenden oberflächlichen Versprödung die Möglichkeit einer Risibildung unter den wechselnden Betriebsbedingungen wesentlich geringer sein könnte. Zu prüfen wäre allerdings, ob das Material nicht wieder reduziert wird, die Verstickung also wieder mehr oder weniger rückgängig gemacht wird, falls das Material im Betrieb bei hoher Temperatur längere Zeit mit Ammoniak-freiem Wasserstoff in Berührung kommt.

In diesem Zusammenhange muß noch darauf hingewiesen werden, daß einer etwaigen Verwendung von stickstoffhaltigen Legierungen mit höherem Stickstoffgehalt, wie sie zur Zeit in den Labors der Stahlindustrie entwickelt werden, in der Druckhydrierung Bedenken entgegenstehen, da bei diesen, falls ihr N-Gehalt höher ist als ihrem Gehalt an Chrom oder anderen typischen Nitridbildnern entspricht, mit der Möglichkeit einer teilweisen Entfernung des Stickstoffs durch den Wasserstoff gerechnet werden muß. Solche Legierungen würden daher spezielle Materialversuche erforderlich machen.

Im folgenden werden noch einige experimentelle Unterlagen zu obigen Ausführungen zusammengestellt:

1) Einfluß von Legierungselementen auf die Nitridbildung von Stählen in reiner Ammoniakatmosphäre bei 400-600°:

Die Nitride der untersuchten Zusatzelemente sind in Eisen fast sämtlich unlöslich. Ihre chemische Affinität zu Stickstoff nimmt in der Reihe Al - Ti - V - Cr - W - Mn - Fe ab, wie sich aus Messungen der Zersetzungstemperatur der betreffenden Nitride beim Erhitzen im Vakuum ergibt. Untersucht wurden hierbei neben reinem Fe, Mn und Cr vor allem Legierungen mit hohem Gehalt an Zusatzkomponente wie Ferrochrom, Ferrowolfram, Ferrotitan, Ferrovandän. Bei Ausscheidung komplexer Nitride wie Al - Cr - Fe - Nitrid ist die Eindringtiefe des Stickstoffs beim Nitrierhärteverfahren etwas geringer als beim Fehlen der entsprechenden Legierungsbestandteile.

2) Nitridbildung bei gleichzeitiger Anwesenheit von Ammoniak und Wasserstoff:

Die Nitrierung eines Stahles mit 0,55 % C, 0,87 % Al, 0,77 % Mo war bei 663° noch in einem  $H_2 - NH_3$  - Gemisch 1 : 1 möglich (in Übereinstimmung mit den Berechnungen in der Anlage) und lieferte dabei sogar bessere Härteeigenschaften als in Abwesenheit von Wasserstoff.

3) Zinknitrid  $Zn_3N_2$ : Zink nimmt beim Erhitzen in reiner Ammoniakatmosphäre die maximale Stickstoffmenge bei etwa 600° auf, ebenso wie auch Eisen. Bei höherer Temperatur erfolgt in beiden Fällen wieder eine teilweise (im Falle des Eisens bei etwa 800° schon vollständige) Zersetzung des gebildeten Nitrids.

gez. Reitz

7. Die Versuche der Anic mit Fluoridkontakten.  
Experiments of the Anic with fluoride  
catalysts.

Frame Nos. 123 - 129

123

Hochdruckversuche  
Lu 558

10. Mai 1941 Bo/E

Die Versuche der Anic mit Fluoridkontakten.

(Besprechung der von Herrn Kaptal erhaltenen Tabelle  
vom 10.8.1941; siehe auch Bericht 123051).

Zusammenfassung.

Aus dem Zahlenmaterial der ANIC (Tabelle in Anlage) ergibt sich  
folgendes:

1. Die HF-Behandlung der Terrana (bei 500° kalsin.) bewirkt eine  
Erhöhung der Spaltleistung von 5 % auf 56 % Benzol bis 180°.
2. FeF<sub>3</sub>-Zusatz bewirkt ebenfalls starke Erhöhung der Spaltleistung;  
sie steigt mit zunehmender FeF<sub>3</sub>-Menge und erreicht mit 80 FeF<sub>3</sub>  
fast das Doppelte gegenüber HF-behandelter Terrana.
3. AlF<sub>3</sub>-Zusatz erhöht die Spaltleistung der reinen HF-behandelten  
Terrana nicht.
4. Die von der ANIC vermutete Naphthenbildung bei Kontakten mit  
AlF<sub>3</sub>-Zusatz ist aus den mitgeteilten Zahlen nicht erkennbar.  
Nach den bei uns ausgeführten Vergleichsversuchen findet eine  
Naphtheneubildung nicht statt.
5. Kalsinierte Kontakte sind getrockneten Kontakten überlegen; die  
optimale Kalsinieretemperatur liegt bei 450°.

Besprechung:

In der Tabelle der ANIC, die in der Anlage mit den uns geläufigen  
deutschen Bezeichnungen beigelegt ist, werden Benzolierungsversuche  
mit Terrana <sup>x)</sup> Terrana HF-behandelt, Terrana AlF<sub>3</sub>, FeF<sub>3</sub>, AlF<sub>3</sub> + FeF<sub>3</sub>  
und FeF<sub>3</sub> + WS<sub>2</sub> von verschiedenen Kalsinierungsgraden den Versuchen  
mit 6434 gegenübergestellt. Auffallend ist die im Gegensatz zu un-  
seren Erfahrungen mit 6434 verhältnismäßig niedrige Benzolkonzen-  
tration in Anfa 11, die bei den angeführten 6434 Vergleichsversuchen  
zwischen maximal 47 % bis 180° (kalsiniert bei 500°) und 30 % bis  
180° schwankt. Bei den AlF<sub>3</sub>-Kontakten ohne HF beträgt die Benzol-  
konzentration bis 180° sogar nur 5%.

Die Versuche sind mit A-M-51 aus Para-Rica Rohöl, welches in  
spez. Gew. (0,831), Ap<sup>o</sup> (70°) und den Siedegrenzen (180-200°) unseren

<sup>x)</sup> Unseres Wissens verwendet die ANIC die gleiche Bleicherde "Terrana"  
aus Deggendorf wie sie für unseren 6434 verwendet wird.

78634

N-51 aus Bruchsaler Hohl sehr ähnlich ist, ausgeführt. Alle Versuche sind im geraden Durchgang bei der gleichen Temperatur (Mittel: 395°) gefahren.

Die Flüssigkeitsbehandlung reiner Terrana bewirkt bereits bei dem getrockneten Kontakt eine Steigerung der Benzinkonzentration (bis 180°) im Anfall auf das Doppelte; ein Optimum der Aktivität zeigt sich bei der bei 500° kalsinierten, HF-behandelten Terrana, die die vierfache Menge Bi-180° gegenüber nicht behandelter Terrana gibt. Die Oktanzahlen erreichen mit dieser HF-behandelten Terrana ohne WS<sub>2</sub> bereits den bei den Versuchen erreichten Höchstwert von 72. Diese Versuche der ANIC bestätigen also die von der I.G. schon vor längerer Zeit festgestellte Tatsache der Erhöhung der Spaltaktivität der Terrana durch HF-Behandlung.

Die ANIC nimmt an, dass sich das Al (12-15% Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> in der Terrana) als Fluorid naphthenbildend auswirkt. Ihre Versuche mit Zusätzen von 5 % AlF<sub>3</sub> zeigen gegenüber reiner Terrana keine Erhöhung der Spaltleistung. Es wurden nur 5% Bensen bis 180° gebildet. Das Bensen zeigt jedoch eine Erhöhung der O.Z. von 69 (bzw. 68,5) auf 72,8 (bzw. 72), die aber nicht allein durch die höheren Anteile bis 100° zu erklären ist.

	T 501 Terrana ge- trocknet	T 501 O Terrana bei 500° cal.	T 503 Terr.+5%AlF <sub>3</sub> getrocknet	T 503 O Terr.+5%AlF <sub>3</sub> bei 500° kalt.
Anfall: spez. Gew.	808	811	808	808
Ap	68,5	68	69	68,8
% -180°	9	5	5	5
Bensen: spez. Gew.	722	728	722	726
Ap	55,5	49,5	49,7	47,5
O.Z.	69	68,5	72,8	72
% -100°	51	48	50	54

Könnte daraus/Auf eine Naphthenanreicherung geschlossen werden; bei der ausserordentlich kleinen Spaltung von 5 % kann es aber sein, dass diese Naphthenanreicherung durch eine bevorzugte Spaltung der Paraffine in Bensen vorgetauscht wird.

Parallelversuche, die von unserer Seite mit Bruchsaler Gasöl und Steinkohlverflüssigungsmittel in dieser Richtung unternommen

wurden, zeigen keinerlei Änderung in der Naphthenmenge gegenüber AlF<sub>3</sub>-freien Kontakten. Mit dem reinen paraffinischen Kogas in II

wurden, zeigen keinerlei Änderung in der Naphthenmenge gegenüber  $AlF_3$ -freien Kontakten. Mit dem reinen paraffinischen Kogasin II wurden mit  $AlF_3$ -Kontakt reine paraffinische Bensine erhalten.

Bei einer Gegenüberstellung von Versuchsergebnissen der ANIC mit HF-behandelter Terrans gegen eine solche mit Zusatz von 5  $AlF_3$  zeigt sich tatsächlich keine wesentliche Änderung in den Ergebnissen,  $AlF_3$  scheint daher überflüssig zu sein, denn die Oktanzahlverbessernde Wirkung der oben erwähnten 5 %  $AlF_3$  wird bereits durch die HF-Behandlung erzielt, wie aus folgender Tabelle ersichtlich ist.

	T 301 0 Terr. 500° kals.	T 302 0 Terr. +10 HF 500 kals.	T 315 0 Terr. +10HF+5 AlF <sub>3</sub> 500 kals.	T 303 0 Terr. 5AlF <sub>3</sub> 500 kals.
Anfall: Spes. Gew.	811	778	778	808
Ap	68	65	63,5	68,2
% - 150°	5	26	25	5
% - 180°	5	26	22	5
Gas	13	14	15,5	13
Bensin: Sp. Gew.	728	712	708	726
Ap	48,5	55,5	55,1	47,5
O.S.	62,5	72	72,6	72
S.B. °C	39	42	43	40
% - 100°	48	64	69	54
S.B. °C	142	153	144	140

Die von der ANIC erwähnte Spaltwirkung des  $FeF_3$  ist bei sämtlichen in der ANIC-Tabelle angeführten Versuchen vorhanden und zwar steigt sie mit steigenden  $FeF_3$ -Mengen, wie folgender Auszug aus der ANIC-Tabelle zeigt:

	Terrans 0. 500° kals	Terr. + 5FeF <sub>3</sub> 500 kals	Terr. +10 10FeF <sub>3</sub> 500 kal	Terr. +10 FeF <sub>3</sub> ge- tröcknet 500kals	Terr. +15 FeF <sub>3</sub> 500kals	Terr. +20 FeF <sub>3</sub> 500 kal	8454 500 kal
Anf. Sp. Gew.	811	780	758	760	743	740	753
Ap.	68	64	61	61	60	59	62
% - 150°	5	22	41	44	54	62	47
Sp. Gew.	728	717	717	707	711	712	712
Ap.	49	54	51	55	55	56	54
O.S.	62,5	71	70,6	71	71,2	70,5	69,2
% - 100°	48	58	56	66	61	61	59



Auch bei diesen  $FeF_3$ -Kontakten ist auf Grund der ANIC-Versuche kein Einfluß des  $AlF_3$ -Zusatzes zu erkennen, abgesehen von der Differenz in den O.Z., die fast immerhalb der Fehlergrenze liegt.

	Terr. + 20 $FeF_3$ 500° kals.	Terr. + 20 $FeF_3$ 5 $AlF_3$ , 450° kal.	6434 500° kals.
Anfall: Spes. Gew.	740	758	755
Ap.	59	61	68
% -180°	55	52	47
Benzin: Spes. Gew.	712	710	718
Ap.	56	55	54
O.Z.	70,5	70	69,2
% -100°	61	59	59

Es hat sogar den Anschein, als ob  $AlF_3$  die Spaltung zurückdrängen würde.

Der Wolframegehalt von Kontakt 324 O (Terrana 20  $FeF_3$ , 10  $W_5$ ) zeigt gegen Kontakt 322 O (Terrana 20  $FeF_3$ ) keine Vorteile in Spaltung und Leistung. Die in der Tabelle angegebene Ausbeute, die sich auf stabilisiertes Fliegerbenzin mit richtigem Dampfdruck bezieht, ist allerdings beim  $W_5$ -haltigen Kontakt etwas höher, nämlich 55 gegenüber 49 %.

Die beiden Reihen mit verschiedenen Kalsinierungstemperaturen (Terrana + 10 HF und 6434) zeigen, dass die Optimaltemperatur bei ungefähr 500° liegt, (Kurve II in Anlage), sie dürfte sogar etwas tiefer gefunden worden sein, da die besten Kontaktkombinationen bei 450° kalsiniert sind. Bei 600° scheint schon eine Art Totbrennen aufzutreten.

Die Kurve I zeigt den Vorteil bei den kalsinierten  $FeF_3$ -Kontakten gegenüber den nur getrockneten.

gez. Rotter

127

Tabelle der ANIC-Versuche mit Fluoridko

erhalten von Herrn Kaptal am 10.2.194

127

Tabelle der ANIC-Versuche mit Fluoridko

erhalten von Herrn Kaftal am 10.2.194

Fahrweise:

Ofen 9, 500 ccm

Druck: 200 atm

Temperatur maximal: 405°C

Temperatur mittel: 385°C

Einspri

Kontakt	T 301 Terrana getrock- net	T 301 C Terrana kalsi- niert bei 500°C	T 302 Terrana + 10 % HF getrock- net	T 302 C Terrana + 10 % HF kalsi- niert bei 400°C	T 302 C 2 Terrana + 10 % HF kalsi- niert bei 500°C	T 302 C 3 Terrana + 10 % HF kalsi- niert bei 600°C	T 302 C 4 Terrana + 10 % HF kalsi- niert bei 600°C
<b>Abstreifer (% S)</b>							
Spez. Gewicht bei 15°C	0,803	0,811	0,795	0,782	0,773	0,779	0,779
Anilinpunkt °C	68,5	68,0	68,0	65,1	63,0	64,1	69,0
% -150°C	6	3	13	21	26	20	3
% -180°C	9	5	20	29	36	26	5
Vergasung/Benzin + Vergasung	15,5	13	16,5	16	14	14,8	13
<b>Benzin</b>							
Spez. Gewicht bei 15°C	0,722	0,728	0,710	0,709	0,712	0,711	0,711
Anilinpunkt °C	53,5	48,5	56	56	53,5	56	49
Bromzahl	7,4	11,8	3,8	2,8	2,2	2,2	1
Oktanzahlen	69	63,5	72	72	72	71	72
Siedebeginn °C	47	39	42	44	42	41	44
% -180°C	51	48	60	66	64	62	50
Endpunkt °C	184	142	145	142	153	156	15
Dampfdruck atm	0,400	0,410	0,480	0,500	0,500	0,500	0,500
% Ausbeute (Gewicht/Ein- spritzung)	9,5	2	9,5	14,5	18,2	15	2

Novara, 24. Dezember 1940/XIX

der ANIC-Versuche mit Fluoridkontakten,

ten von Herrn Kaptal am 10.2.1941.

com  
 Einspritzprodukt: b-Mittelöl von Bari  
 (Pozarica Mittelöl)  
 spez. Gewicht bei 15°C 0,821  
 Anilinpunkt 70°C

Terrana + 10% HF kalsi- niert bei 400°C	Terrana + 10% HF kalsi- niert bei 500°C	Terrana + 10% HF kalsi- niert bei 600°C	Terrana + 5% AlF <sub>3</sub> getrock- net	Terrana + 5% AlF <sub>3</sub> kalsi- niert bei 500°C	Terrana + 10% HF 5% AlF <sub>3</sub> getrock- net	Terrana + 10% HF 5% AlF <sub>3</sub> kalsi- niert bei 500°C	Terrana + 5% FeF <sub>3</sub> getrock- net	Terrana + 5% FeF <sub>3</sub> kalsi- niert bei 500°C	Terrana + 10% HF 5% FeF <sub>3</sub> getrock- net
0,782 65,1 21 29 16	0,773 63,0 26 36 14	0,779 64,1 20 26 14,8	0,808 69,0 3 5 13	0,808 68,2 3 5 13	0,794 67,2 13 19 13,7	0,773 63,5 25 32 15,5	0,776 64,2 23 32 14	0,780 64,2 21 29 12,7	0,780 64,9 23 30,5 15,2
0,709 56 2,8 72 44 66 14 0,500 14,5	0,712 53,5 2,2 72 44 66 14 0,500 18,8	0,711 56 2,2 71 41 62 156 0,500 15	0,722 49,7 1,4 72,8 44 50 154 0,420 2	0,726 47,5 1,2 72 48 54 140 0,400 2	0,714 54,2 3,2 71 41 62 157 0,430 13	0,703 55,1 3,3 72,6 43 69 144 0,510 15,5	0,713 54,7 2,5 72 43 61 153 0,500 17,3	0,717 53,5 2,7 71 40 58 157 0,460 17	0,718 52,3 3,3 72,2 39 54 156 0,350 17

- 2 -

- 2 -

Tabelle der ANIC-Versuche mit Fluoridkontakten

erhalten von Herrn Kaptal am 10.2.1941

Fahrweise: Ofen 9, 500 ccm  
 Druck: 200 atm  
 Temperatur maximal: 405°C  
 Temperatur mittel: 385°C

Kontakt	Terrana + 10% HF 5% FeF <sub>3</sub> kalsi- niert bei 500°C	Terrana + 10% FeF <sub>3</sub> getrock- net	Terrana + 15% FeF <sub>3</sub> getrock- net	Terrana + 20% FeF <sub>3</sub> getrock- net	Terrana + 15% FeF <sub>3</sub> kalsi- niert bei 500°C	Terrana + 20% FeF <sub>3</sub> kalsi- niert bei 500°C	6434 norm get net
<b>Abstreifer</b> (% S)							
Spez. Gewicht bei 15°C	0,758	0,760	0,753	0,740	0,743	0,740	0,740
Anilinpunkt °C	61,0	61,2	61,0	60,0	60,0	59,0	65,0
% -150°C	37	35	40	49	44	52	31
% -180°C	41	44	49	59	54	63	41
Vergasung/Bensin + Vergasung	13,2	15,7	16	16	16,5	16	16
<b>Bensin</b>							
Spez. Gewicht bei 15°C	0,717	0,707	0,710	0,713	0,711	0,712	0,712
Anilinpunkt °C	51	55,7	55	55	55,4	55,8	56,5
Brenzahl	3,5	1,7	2	2	1,8	1,5	1,6
Oktansahlen	70,6	71	70,8	72	71,2	70,5	68,6
Siedebeginn °C	41	42	39	39	40	40	41
% -100°C	56	65,5	69	60	60,5	60,5	57
Endpunkt °C	151	148	144	152	162	156	159
Dampfdruck atm	0,480		0,475	0,505	0,490	0,500	0,48
% Ausbeute (Gewicht/Ein- spritzung)	25	25	28	29,5	32	29	21,8

	kalsi- niert bei 500° C	net	net	net	niert bei 500° C	niert bei 500° C
<b>Abstreifer (% S)</b>				0,055	0,047	0,066
Spez.Gewicht bei 15° C	0,758	0,760	0,753	0,740	0,743	0,740
Anilinpunkt °C	61,0	61,2	61,0	60,0	60,0	59,0
% -150° C	37	35	40	49	44	52
% -180° C	41	44	49	59	54	63
Vergasung/Bensin + Vergasung	13,2	15,7	16	16	16,5	16
<b>Bensin</b>						
Spez.Gewicht bei 15° C	0,717	0,707	0,710	0,713	0,711	0,712
Anilinpunkt °C	51	55,7	55	55	55,4	55,8
Bronzähl	3,5	1,7	2	2	1,8	1,5
Oktansahlen	<u>70,6</u>	<u>71</u>	<u>70,8</u>	<u>72</u>	<u>71,2</u>	<u>70,5</u>
Siedebeginn °C	41	42	39	39	40	40
% -100° C	56	65,5	69	60	60,5	60,5
Endpunkt °C	151	148	144	152	162	156
Dampfdruck atm	0,480		0,475	0,505	0,490	0,500
% Ausbeute (Gewicht/Ein- spritzung)	25	25	28	29,5	32	29

- 2 -

Tabelle der ANIC-Versuche mit Fluoridkontakten,

128

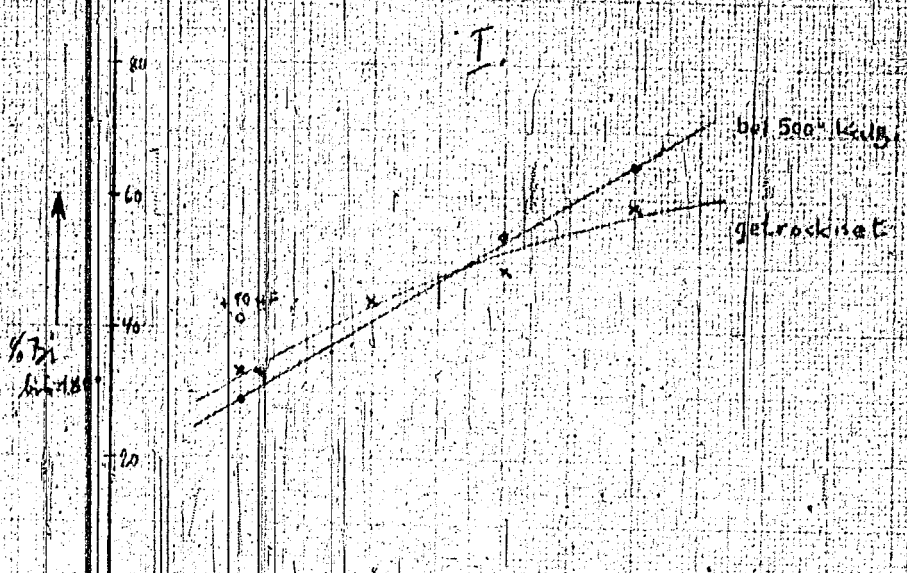
erhalten von Herrn Kaffal am 10.2.1941.

500 com  
200 atm  
Temperatur maximal: 405° C  
Temperatur mittel: 385° C

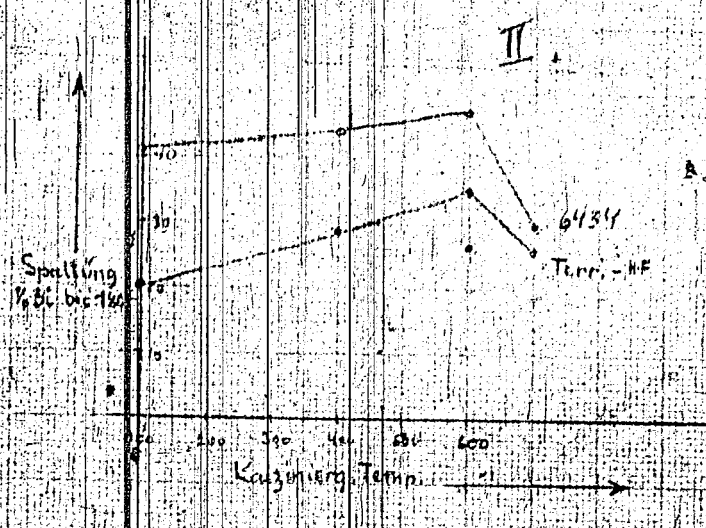
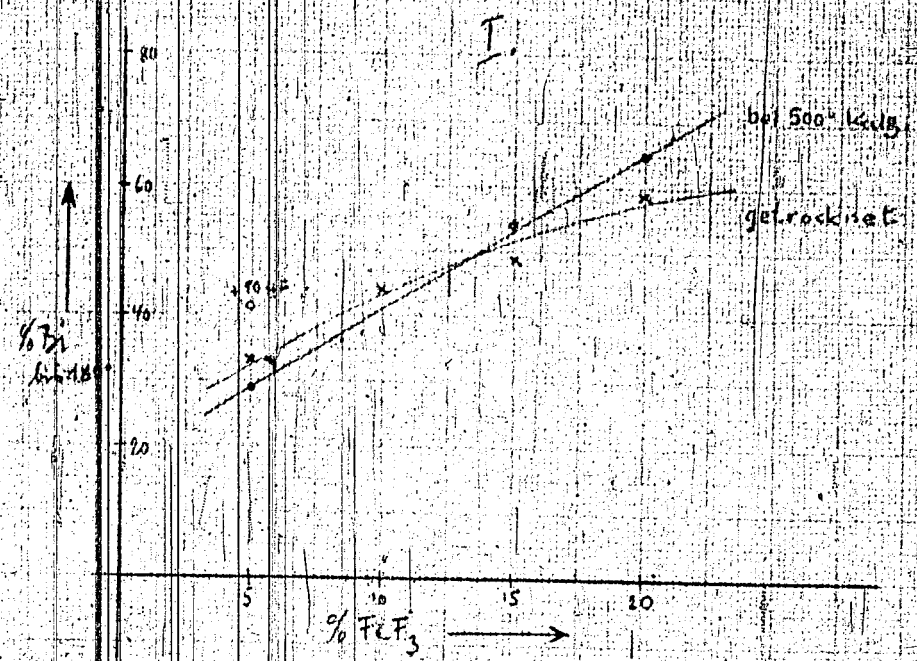
Einspritzprodukt: b-Mittelöl von Bari  
(Posarica Mittelöl)  
spez. Gewicht bei 15° C 0,821  
Anilinpunkt 70° C

2 Te. Ana + 20% FeF <sub>3</sub> getrock- net	T 321 0 Terrana + 15% FeF <sub>3</sub> kalsi- niert bei 500° C	T 322 0 Terrana + 20% FeF <sub>3</sub> kalsi- niert bei 500° C	6434 normal getrock- net	6434 normal kalsi- niert bei 400° C	6434 normal kalsi- niert bei 500° C	6434 normal kalsi- niert bei 600° C	T 324 0 Terrana + 20% FeF <sub>3</sub> getrock- +10% WS <sub>2</sub> kalsin. bei 450° C	T 326 Terrana + 20% FeF <sub>3</sub> getrock- +10% ALF <sub>3</sub> kalsin. bei 450° C	T 327 0 Terrana + 20% FeF <sub>3</sub> 5% ALF <sub>3</sub> kalsi- niert bei 450° C	T 328 0 Terrana + 20% FeF <sub>3</sub> 10% ALF <sub>3</sub> kalsi- niert bei 450° C
	0,046	0,046				0,015				
	0,740	0,740	0,764	0,762	0,755	0,777	0,740	0,762	0,758	0,757
	59,0	59,0	65,0	65,5	61,6	65,0	62,0	62,4	60,8	61,8
40	44	52	31	33	38	23	46	34	40	35
	54	63	41	44	47	30	57	44	50	47
	16,5	16	16	15	15	14,5	15	15	15	13,5
	0,713	0,711	0,712	0,711	0,704	0,713	0,710	0,709	0,708	0,710
	55	55,4	55,8	56,5	58	54	55,1	57	55,1	55
	2	1,8	1,5	1,6	1,5	1,9	0,8	1,2	1,3	2,2
	<u>72</u>	<u>71,2</u>	<u>70,5</u>	<u>68,6</u>	<u>69</u>	<u>69,2</u>	<u>71</u>	<u>70</u>	<u>71,4</u>	<u>72</u>
	39	40	40	41	41	40	41	42	41	42
	60	60,5	60,5	57	58	59	60	63	59	58
	152	162	156	159	151	144	155	142	144	143
	0,505	0,490	0,500	0,485	0,515	0,480	0,500	0,484	0,430	0,475
	29,5	32	29	21,8	22,2	27,5	21,3	35	25,2	31

129



129



I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft

WITTE RICH

8. Neue Vollhydrolysekontaktkatalysatoren durch Verdünnen des 5058 mit FeF<sub>3</sub>.  
 New and hydrolysis catalysts prepared by diluting 5058 with FeF<sub>3</sub>.

Chem. Nos. 130 - 132

10. 5. 1941 / Pf.

**Neue Vorhydrierkontakte durch Verdünnung des 5058  
mit ZnS.**

Zusammenfassung.

- 1.) Auf Eisenbasis (5719, 6719 Al 10) konnten bisher nicht genügend aktive Kontakte gefunden werden.
- 2.) Durch Verdünnen mit ZnS, Ferrans und wenig Ni wurden Kontakte erhalten, die pro Raumeinheit 22,5 bis 40 % des WS<sub>2</sub> des 5058 enthalten und bei etwas höherer Temperatur ebenso gute B-Mittelöle ergeben wie 5058.

gez. Günther

Gemeinsam mit  
Dr. Peters      Dr. v. Finer  
"    Graß  
"    Rotter  
Trofimow

- 2 -

Vor mehreren Jahren wurde ein Vorhydrierkontakt (6719) entwickelt, der neben 75 % Eisensulfid und 3 % NiS nur 22 % WS<sub>2</sub> enthält. Der Kontakt hat ein geringeres Schüttgewicht (1,85) als 5058 (2,70) und enthält in der Raumeinheit nur 15,1 % des WS<sub>2</sub> des 5058. Die Hydrier- und Raffinationswirkung des Kontaktes ist aber nicht ausreichend, um den 5058 einigermaßen ersetzen zu können. Auch entsprechende Kontakte mit mehr WS<sub>2</sub> oder der Kontakt 7745 (in Schölvon vorübergehend eingesetzt als 6719-Al-10) gaben nicht befriedigende Ergebnisse. Dies alles wurde am 12.10.40 bereits in einem zusammenfassenden Bericht (174531) dargelegt. Seither wurden auf diesem Gebiet nur eine beschränkte Zahl weiterer Versuche durchgeführt. Durch Verdünnen

Vor mehreren Jahren wurde ein Vorhydrierkontakt (6719) entwickelt, der neben 75 % Eisensulfid und 3 % NiS nur 22 %  $WS_2$  enthält. Der Kontakt hat ein geringeres Schüttgewicht (1,85) als 5058 (2,70) und enthält in der Raumeinheit nur 15,1 % des  $WS_2$  des 5058. Die Hydrier- und Raffinationswirkung des Kontaktes ist aber nicht ausreichend, um den 5058 einigermaßen ersetzen zu können. Auch entsprechende Kontakte mit mehr  $WS_2$  oder der Kontakt 7745 (in Scholven vorübergehend eingesetzt als 6719-11-10) gaben nicht befriedigende Ergebnisse. Dies alles wurde am 12.10.40 bereits in einem zusammenfassenden Bericht (174531) dargelegt. Seither wurden auf diesem Gebiet nur eine beschränkte Zahl weiterer Versuche durchgeführt. Durch Zusatz geringer Mengen von  $CO_2$  oder  $MoO_3$  zum 7745 gelang es nicht, diesen entscheidend zu verbessern (Ofenblatt 3446, 3475, 3484, 3541). Auch die Einführung von Mn (Blatt 3865, 3881) hatte keinen Erfolg. Ein Ni-W-Kontakt auf Terrana-Basis zeigte schnelles Abklingen (Blatt 3780).

Auf älteren Erfahrungen fußend wurde schließlich ein Kontakt aus 70 %  $WS_2$  und 30 % ZnS (Schüttgewicht 2,16) geprüft. Er enthält 1500 kg  $WS_2$ /obm oder 56 %  $WS_2$  des 5058. Der Kontakt zeigte recht gute Aktivität. In dieser Richtung wurden daraufhin weitere Kontakte hergestellt und geprüft:

WS <sub>2</sub>	Zusammensetzung, %		Kontakt - No.	Schmitt- gewicht	kg WS <sub>2</sub> pro ccm	% WS <sub>2</sub> des 5058	Ofen- Blatt	A.P. des B-Mittel- öls aus Steinkohle	Tempera- tur MV, 40°Kl
	FeS	Serrana ZnS							
70	—	—	5047	2,16	1500	56	3784	44	21
45	7	—	7561	1,99	726	27	3785	47	20
60	6	27	8029	1,60	960	36	3847	48	21,4
60	6	27	8052	1,75	1050	39	3867	46	20
38	7	10	8075	1,60	607	22,5	3890	51	22,5
100	—	—	5058	2,70	2700	100	3504	44	19

Es zeigte sich, daß man hierbei brauchbare Vorhydrierkontakte erhält, die nur wenig mehr als 20% des WS<sub>2</sub> des 5058 enthalten. Die Arbeitstemperatur der Kontakte liegt mit ca. 21 MV etwas höher als die des 5058; es ist aber immer noch eine Temperaturreserve von 1,5 MV vorhanden.

Die B-Mittelöle enthalten innerhalb der Fehlergrenzen nicht mehr Stickstoff und Phenole als 5058-B-Mittelöle. Die Benzinierbarkeit wurde (neben 5058) nur beim Kontakt 8029 geprüft. Das 8029-B-Mittelöl ließ sich mit derselben Leistung (0,85) ohne Abklingen über 6434 benzinieren (Blatt 3896a) wie 5058-B-Mittelöl bei der gleichen Temperatur (19 MV).



TITEL PAGE

9. Berechnung der Wärmetönung bei Dehydrierungs-  
reaktionen.  
Calculation of the heat of reaction in de-  
hydrogenation reactions.

Pages Nos. 133 - 142

15x

Berechnungen der Wärmetönung bei  
Dehydrierungsreaktionen.

In den folgenden Tabellen und Diagrammen sind die Wärmetönungen einiger bei der Dehydrierung verlaufenden Reaktionen für reine Kohlenwasserstoffe aus den Bildungswärmen nach Landolt-Börnstein und Parks u. Huffman, Thermochemistry) berechnet und entsprechend dem Anteil einzelner Reaktionstypen beim DHD-Verfahren addiert.

Tabelle 1 enthält die betrachteten Kohlenwasserstoffe (Gase, Paraffine, Naphthene, Aromaten) und ihre Bildungswärmen auf gasförmigen Zustand bezogen.

Tabelle 2 enthält die Wärmetönungen bei der Umwandlung dieser Kohlenwasserstoffe. Die Dehydrierung ist durchweg endotherm und zwar wird bei der Bildung von Aromaten mit zunehmendem Siedepunkt die Reaktionswärme kleiner (schwächer endotherm). Exotherm ist die Bildung von Gasen und niedriger siedenden Stoffen vor allem unter Aufnahme von Wasserstoff.

Tabelle 3 enthält die nach Tabelle 2 erhaltenen Wärmetönungen, auf verschiedene Schwerbenzine berechnet.

Die Werte der Tabelle 3 sind für 3 Schwerbenzintypen in den Abbildungen 1-3 aufgetragen. Die Wärmetönung kann in Abhängigkeit vom Aromatengehalt für verschiedene Vergasung und Spaltung abgelesen werden. Es ergeben sich daraus folgende Werte für die zu erwartende Wärmetönung (unwahrscheinliche Fälle in Klammern):

Schwerbenzin	paraffinisch	naphthenisch	paraff.-naphthen. + Arom.
Wärmetönung in W je kg Ausgangsmaterial für			
2 % Vergasung, 20% Aromaten	- 80	( - 75 )	( - 30 )
2 % " " 40% "	( - 170 )	- 150	- 120
10% Verg., 65% Arom., 20% Spaltg.	( - 220 )	- 200	- 170
20% Verg., 65% Arom., 20% Spaltg.	( - 260 )	- 195	- 110

18611

Eine Kammer, die für eine Wärmetönung von -150 bis -180 WH/kg Einspritzung ausgelegt ist, wird demnach für alle praktisch vorkommenden Fälle ausreichen. Die Wärmetönung von -200 WH/kg Einspritzung (10 % Vergasung, 65% Aromaten) bei dem naphthenischen Benzol dürfte praktisch niedriger liegen, da naphthenische Benzole fast immer einen Aromatengehalt von 10 % und darüber haben. (In Kammer 504 wurde bisher maximal eine Wärmetönung von 160 WH/kg Einspritzung festgestellt.)

In Tabelle 4 ist für den Fall Dehydrierung von Schwerebenzol (naphth.-paraff. mit 10 % Aromaten) mit 18 % Gasbildung auf 65 % Aromaten und 20 % - 100° die Unterteilung der Wärmetönung auf 3 Öfen berechnet, wobei angenommen wurde, daß der Aromatengehalt in den 3 Öfen jeweils auf 40 bzw. 55 bzw. 65 % steigt. Für die Unterteilung der Vergasung wurde angenommen, daß die Vergasung in den 3 Öfen

- A.) gleich ist
- B.) ansteigt (im 3. Ofen am größten)
- C.) abfällt (im 1. Ofen am größten).

Für den Fall A und B ergibt sich im vorliegenden Beispiel im Ofen 3 eine positive und nur im Fall C eine negative Wärmetönung

ges. Donath

Tabelle 1. Bildungswärmen.

Stoff	M.G.	Bildungswärme WH/Mol	Bildungswärme WH/KG	Siedepunkt °C
CH <sub>4</sub>	16	+ 18,2	+ 1140	- 161°
C <sub>2</sub> H <sub>6</sub>	30	+ 22,3	+ 745	- 93°
C <sub>3</sub> H <sub>8</sub>	44	+ 27,0	+ 610	- 45°
C <sub>4</sub> H <sub>10</sub>	58	+ 32,1	+ 555	+ 1°
C <sub>5</sub> H <sub>14</sub>	86	+ 46,6	+ 540	69°
C <sub>6</sub> H <sub>12</sub>	84	+ 44,6	+ 530	81°
C <sub>8</sub> H <sub>18</sub>	114	+ 56,2	+ 490	126°
C <sub>8</sub> H <sub>16</sub>	112	+ 51,3	+ 455	119°
C <sub>8</sub> H <sub>10</sub>	106	+ 5,0	+ 47	~140°
C <sub>10</sub> H <sub>22</sub>	142	+ 70	+ 495	174°
C <sub>10</sub> H <sub>20</sub>	140	+ 67,8	+ 485	~170°
C <sub>10</sub> H <sub>14</sub>	134	+ 12	+ 90	~180°
C <sub>10</sub> H <sub>20</sub> (Dianylen)	140	+ 29,9	+ 214	

Tabelle 2. Reaktionen reiner Stoffe.

R e a k t i o n		Wärmetönung WB/kg Rohstoff
a) Naphthendehydrierung		
$C_6H_{12}$	$C_6H_6 + 3 H_2$	- 760
$C_8H_{16}$	$C_8H_{10} + 3 H_2$	- 415
$C_{10}H_{20}$	$C_{10}H_{14} + 3 H_2$	- 400
b) Paraffindehydrierung und -syklisierung		
$C_4H_{10}$	$C_4H_8 + H_2$	- 500
$C_6H_{14}$	$C_6H_8 + 4 H_2$	- 770
$C_8H_{18}$	$C_8H_{10} + 4 H_2$	- 450
$C_{10}H_{22}$	$C_{10}H_{14} + 4 H_2$	- 410
$C_{10}H_{22}$	$C_{10}H_{20}$ (Olefin) + $H_2$	- 280
c) Spaltung		
1) Naphthene		
$C_6H_{12}$	6 $CH_4$	+ 770
$C_6H_{12}$	3 $C$ + 3 $CH_4$	+ 120
$C_6H_{12} + 3 H_2$	3 $C_2H_6$	+ 265
$C_6H_{12} + 2 H_2$	2 $C_3H_8$	+ 120
$C_8H_{16} + 8 H_2$	8 $CH_4$	+ 840
$C_8H_{16} + 2 H_2$	2 $C_4H_{10}$	+ 115
$C_{10}H_{20} + 10 H_2$	10 $CH_4$	+ 312
$C_{10}H_{20} + 5 H_2$	5 $C_2H_6$	+ 312
$C_{10}H_{20} + H_2$	$C_6H_{12} + C_4H_{10}$	+ 65
$C_{10}H_{20} + H_2$	25% Gew.-% $CH_4$ + 25 Gew.-% $C_2$ + 25 Gew.-% $C_3$ + 12 Gew.-% $C_4$	+ 335
2) Paraffine		
$C_6H_{14} + 5 H_2$	6 $CH_4$	+ 730
$C_6H_{14} + H_2$	2 $C_3H_8$	+ 85
$C_8H_{18} + H_2$	2 $C_4H_{10}$	+ 70
$C_{10}H_{22} + 8 H_2$	10 $CH_4$	+ 790
$C_{10}H_{22} + H_2$	$C_6H_{14} + C_4H_{10}$	+ 62
$C_{10}H_{22} + H_2$	25 Gew.-% $CH_4$ + 25 Gew.-% $C_2$ + 25 Gew.-% $C_3$ + 25 Gew.-% $C_4$	+ 310

Tabelle 3. Werte für technische Benzinfractionen berechnet nach Tabelle 2.

Ausgangsmaterial	Endprodukt	Wärmetönung WB/kg Ausgangs-
------------------	------------	--------------------------------

**Tabelle 3. Werte für technische Benzinfractionen berechnet nach Tabelle 2.**

Ausgangsmaterial	Endprodukt	Wärmetönung WH/kg Ausgangs- material
1) Schwerbenzin ca. 90-175° rein paraffinisch	Aromaten <sup>1)</sup> (100° S.P.)	- 450
	Olefine	( - 280 )
	Anteile - 100° neu	+ 60
	Gas <sup>2)</sup>	+ 310
2) Schwerbenzin ca. 90-175° rein naphthenisch	Aromaten <sup>1)</sup> (100° S.P.)	- 425
	(Olefine)	( - 250 )
	Anteile - 100° neu	+ 65
	Gas <sup>2)</sup>	+ 335
3) Schwerbenzin ca. 90-175° 10% Aromaten, 45% Naph- thene 45% Paraffine	Aromaten <sup>1)</sup> (100° S.P.)	- 390 (90% v. 433)
	Olefine	( - 265 )
	Anteile - 100° neu	+ 63
	Gas <sup>2)</sup>	+ 325

1) Nach den Versuchsergebnissen beträgt die Benzolbildung weniger als 5-10 % bezogen auf Gesamtaromaten, sie konnte daher hier vernachlässigt werden. Bei Fraktionen unter 100°, die viel Benzol bilden, wäre mit einer stärker negativen Wärmetönung zu rechnen.

2) 25 Gew.-% C<sub>1</sub>, 25 Gew.-% C<sub>2</sub>, 20 Gew.-% C<sub>3</sub>, 25 Gew.-% C<sub>4</sub>.

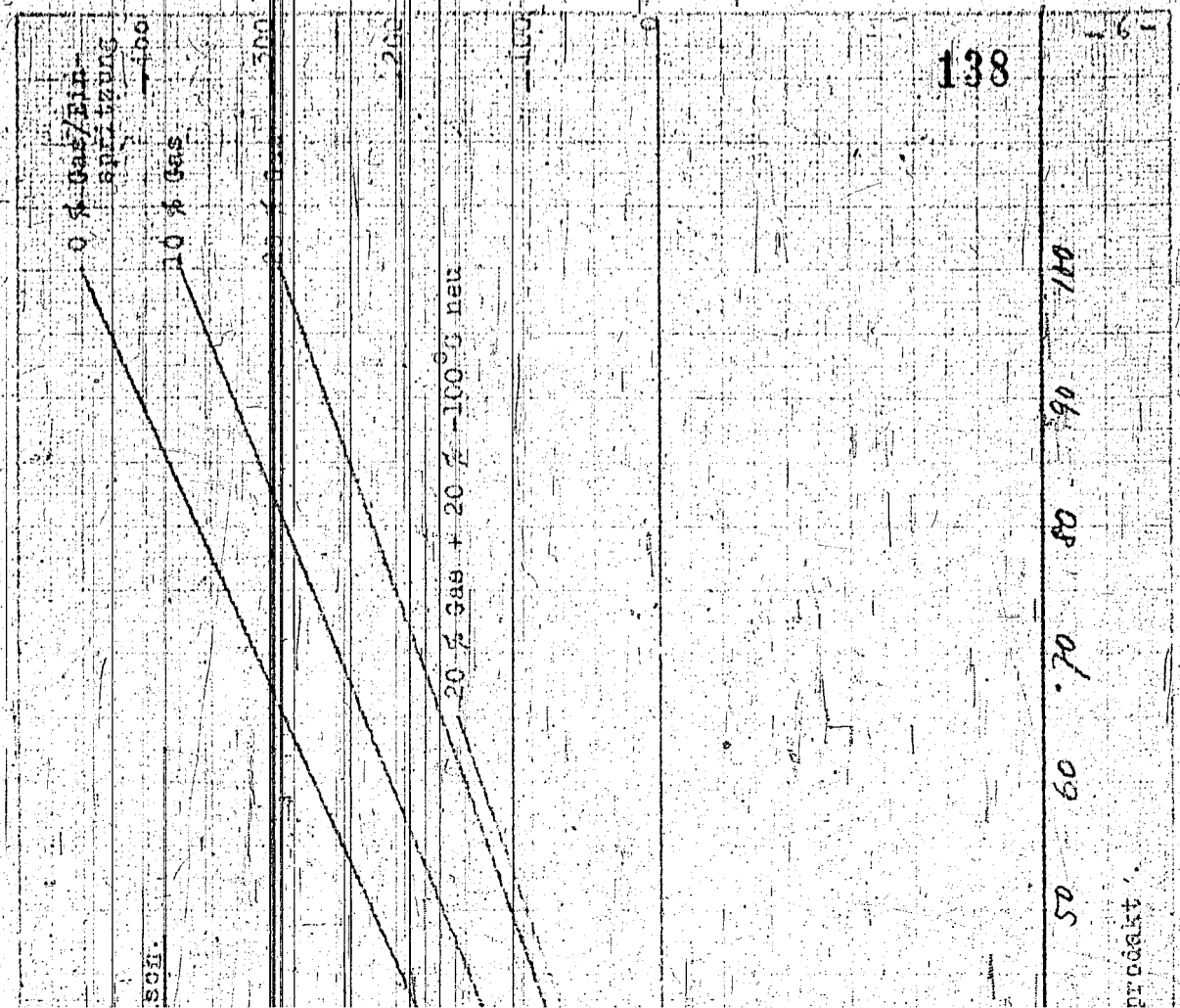
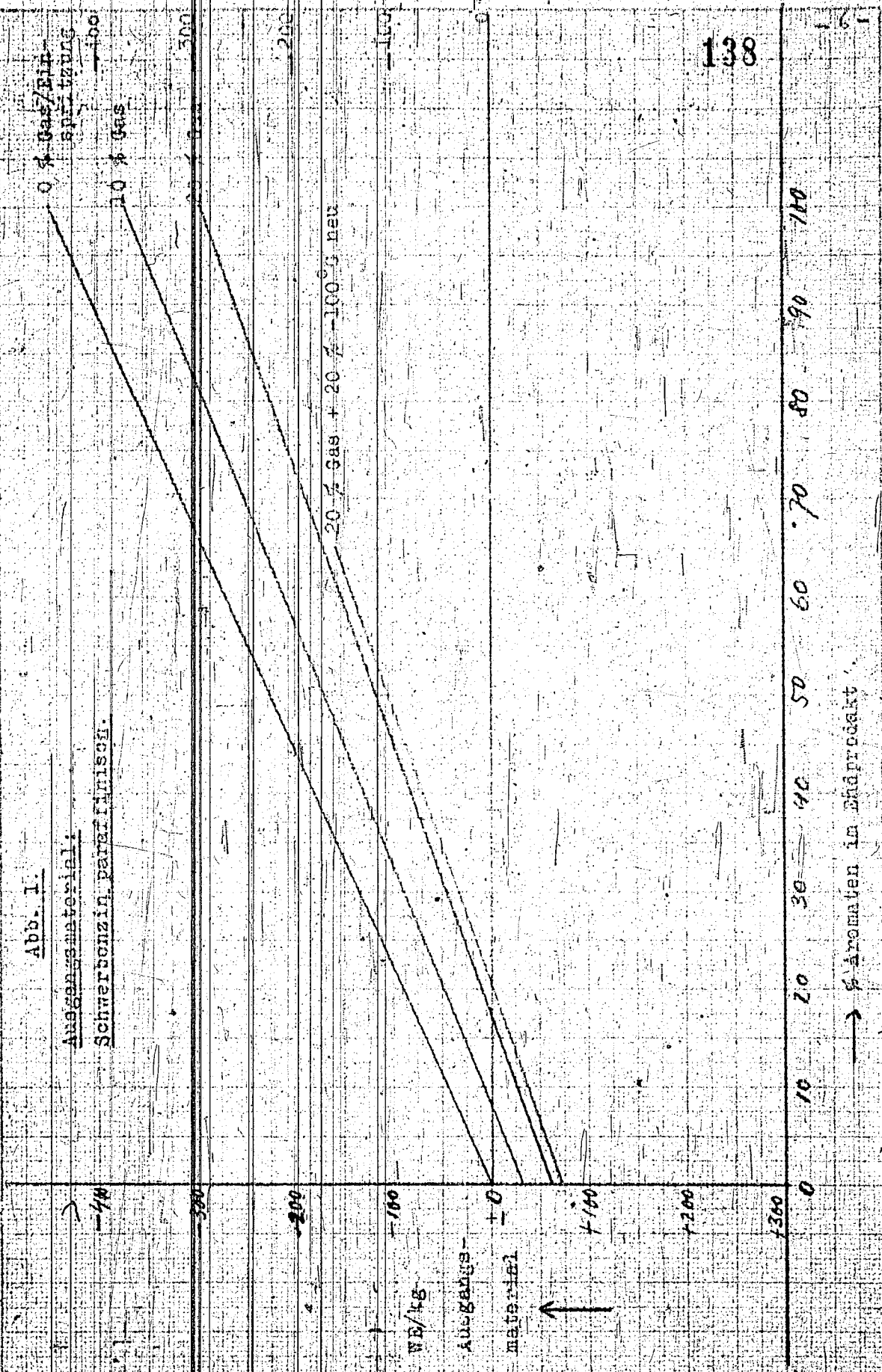


Abb. I.

Ausgangsmaterial:  
 Schwerbenzin, paraffinisch.

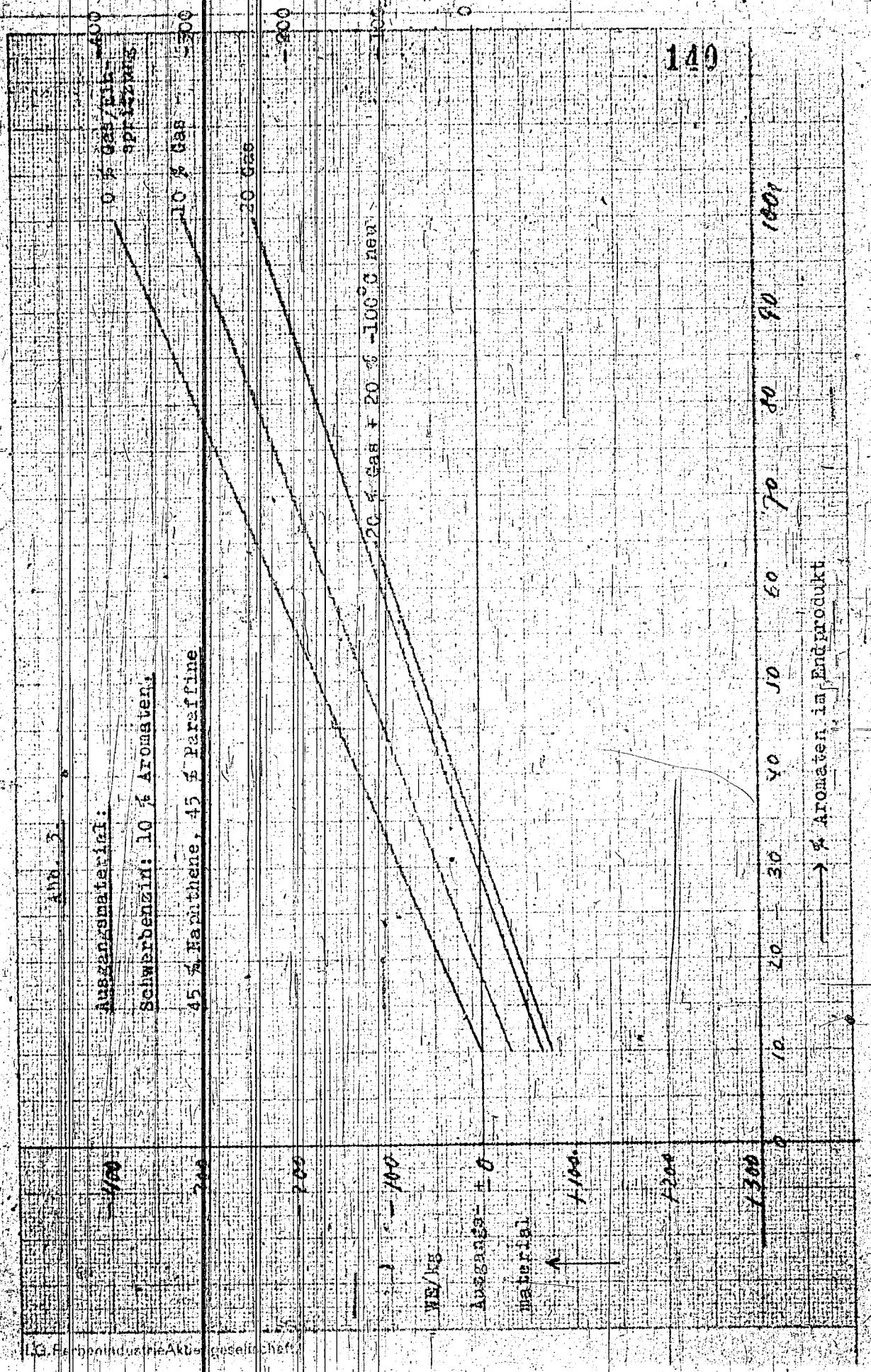
0 % Gas/Ein-  
 spritzung  
 10 % Gas

20 % Gas + 20 % - 100 % neu

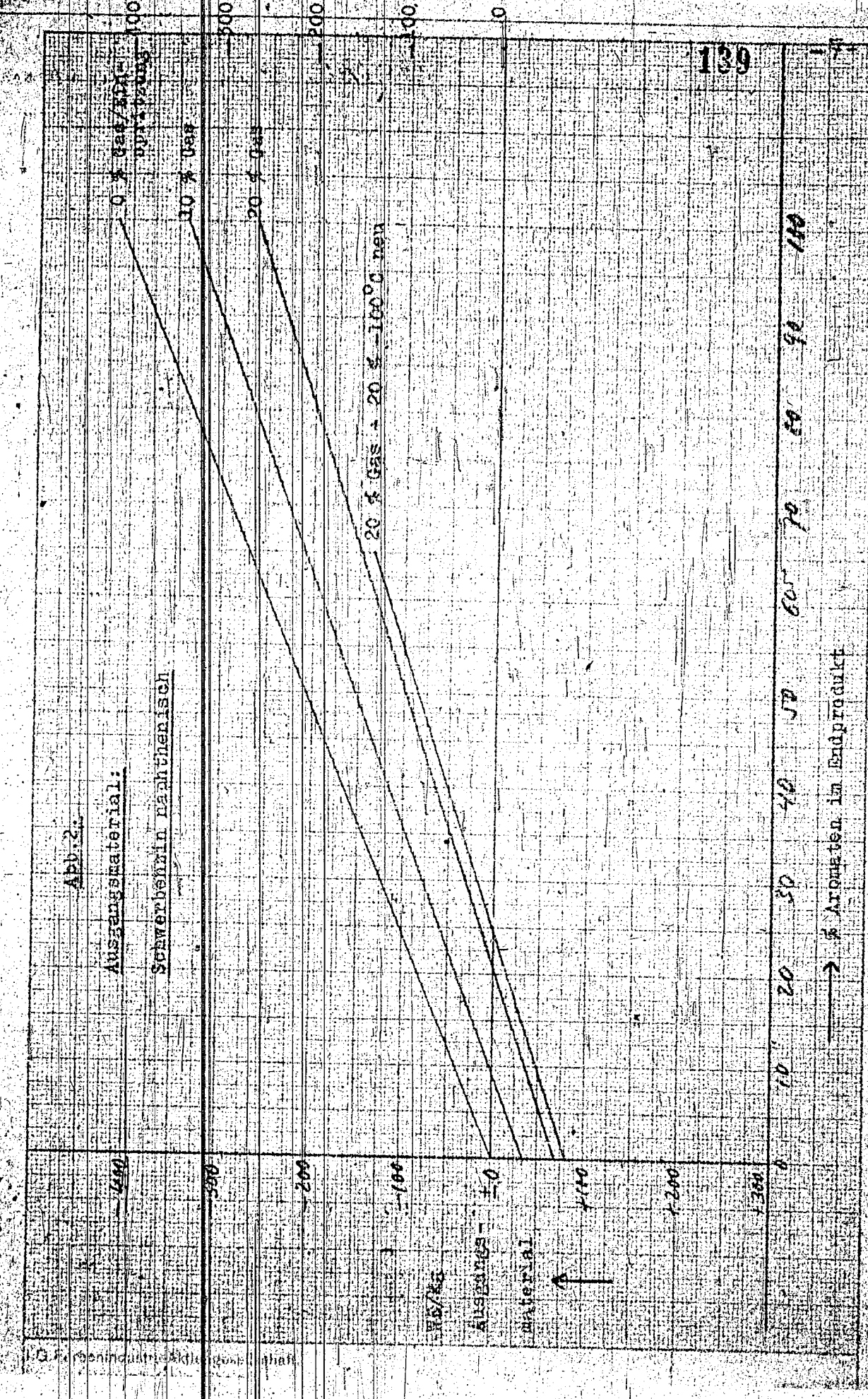


138

→ Aromaten im Endprodukt



140



139

1/100	1/100	1/100	1/100	1/100	1/100	1/100	1/100
			WE/kg	Ausgangs-	material		

IG. Fernindustrie Aktiengesellschaft

Tabelle 4.

Beispiel für die Aufteilung der Wärmetönung in 3 Öfen.

Ausgangsmaterial:

Schwerbenzin 10% Aromaten, 45% Naphthene, 45% Paraffine.

Endprodukte:

82% Benzin mit 65% Aromaten und 20% - 100°

18% Gas

Wärmetönung - 119 WE/kg Ausgangsmaterialien

A) Gasbildung und % - 100° neu in jedem Ofen absolut gleich.

Nach	Ofen 1	Ofen 2	Ofen 3
% Gas	6	12	18
In Produkt			
% Aromaten	40	55	65
% - 100° neu	7	14	20
Berechnete Wärmetönung WE/kg Ausgangsmat.	- 96	- 24	+ 1
Davon durch:			
Gasbildung	20	19	20
Anteile - 100°	4	4	2
Aromatenbildung	- 120	- 47	- 21

B) Gasbildung und % - 100° neu in den 3 Öfen ansteigend.

Nach	Ofen 1	Ofen 2	Ofen 3
% Gas	3	9	18
In Produkt			
% Aromaten	40	55	65
% - 100° neu	4	10	20
Berechnete Wärmetönung WE/kg Einspritzung	- 113	- 25	+ 19
Davon durch:			
Gasbildung	10	19	30
Anteile - 100°	3	3	4
Aromatenbildung	- 126	- 47	- 15

C) Gasbildung und % - 100° neu in den 3 Öfen abfallend.

Nach	Ofen 1	Ofen 2	Ofen 3
% Gas	9	15	29
In Produkt			
% Aromaten	40	55	65
% - 100° neu	10	16	20
Berechnete Wärmetönung WE/kg Einspritzung	- 78	- 24	- 17
Davon durch:			
Gasbildung	29	20	10
Anteile - 100°	6	3	2
Aromatenbildung	- 113	- 47	- 29



UNITED STATES

VII. Hochdruckverfahren Laboratories: Miscellaneous  
Office Reports and Papers. Folder No:  
VIII-1-7.

TABLE 2002

1. Kohlenwasserstoffsynthese  
aus CO-H<sub>2</sub>-Gemischen.  
resonance of the hydrocarbon synthesis  
from CO-H<sub>2</sub>-mixtures.

Pages Nos. 143 - 153

Der derzeitige Stand der Kohlenwasserstoffsynthese

aus CO-H<sub>2</sub>-Gemischen.

1) Gasumwälzverfahren.

(Benzinfahrweise)

Das Gasumwälzverfahren wurde entwickelt, um bei der CO-H<sub>2</sub>-Synthese den besonderen Schwierigkeiten desfahrens mit Eisenkontakten, die einer intensiven Wärmeregulierung bedürfen, Rechnung zu tragen. Bei Temperaturen von 300° und darüber, die man, falls ein Benzin hoher Klopfestigkeit erzeugt werden soll, einhalten muß, lassen sich die Temperaturen im Röhren- oder Plattenofen nicht mehr beherrschen.

Die Reaktionswärme wird bei der Gasumwälzung nicht durch die Wand, sondern durch das Reaktionsgas selbst abgeführt und an einen vom Kontaktraum getrennten Abhitzkessel abgegeben, der 50°C unter der Reaktionstemperatur und wegen dieses großen Temperatursprungs verhältnismäßig klein gehalten werden kann. Das Gas wird im Kreislauf durch Kontaktraum und Abhitzkessel geführt. Im Reaktionsraum selbst sind keine komplizierten Einbauten erforderlich. Um die Temperaturspanne des sich im Reaktionsraum durch Aufnahme der Reaktionswärme erhitzenden Gases auf 10°C zu begrenzen, muß das eintretende Frischgas rund hundertmal zwischen Reaktionsraum und Abhitzkessel umgewälzt werden, bevor es mit 75-80 % Umsatz den Kreislauf verläßt. Ausser diesem Heißkreislauf ist noch ein Kaltkreislauf vorhanden (mit etwa dreimaliger Umwälzung). Es dient zur Entfernung des Wassers durch Herabkühlen auf Kühlwassertemperatur und zur Abscheidung der sonst den Kontakt beladenden hochmolekularen Reaktionsprodukte. Das das System endgültig verlassende Gas wird auf etwa -40°C gekühlt, wobei auch das Leichtbenzin und der größte Teil des Gases gewonnen wird.

Nach der Herausnahme der Kohlensäure wird das Gas einer zweiten, etwa viermal kleineren Stufe zugeführt, um den

Gesamtumsatz auf 90 % und mehr zu steigern.

Kontakte.

Infolge des starken Gaswindes (jeweilige Verweilzeit des Gases im Kontaktbett unter 1 Sekunde) ist ein sehr fester Kontakt nötig. Bewährt hat sich für das Fahren auf Benzol bei 300° gesintertes Carbonyleisen mit einer geringen Menge Borax. Dieser Kontakt hat keine Neigung zum "Durchgehen". Seine Wärmeleitfähigkeit ist so gut, daß etwaige punktförmig auftretende Überhitzungen sofort abgeleitet werden und dadurch überhaupt erst nicht zur Entwicklung kommen. Im Kleinen ist mit diesem Kontakt eine Lebensdauer von 4 1/2 Monaten erzielt worden.

Das Pressen des Kontaktpulvers bei der Herstellung muß unter intensivem Rütteln erfolgen, da nur so ein homogenes Kontaktkorn erhalten wird, während sonst der Kontakt während des Betriebs zur Schalenbildung neigt.

Arbeitsbedingungen.

Um ein hochklopffestes Benzol zu erhalten, empfiehlt es sich, als Arbeitstemperatur 300°C oder mehr zu wählen. Es muß jedoch mit Rücksicht auf den CO-Zerfall zu Ruß darauf geachtet werden, daß 350°C nicht überschritten werden. Als Druck wird 20 at gewählt. Kleinerer Druck ergibt eine geringere Leistung, größerer höheren e-Gehalt. Als Leistung wird in der 1. Stufe 0,8, in der 2. 0,6 erhalten. Als Gasmischung wählt man das CO : H<sub>2</sub>-Verhältnis 4 : 5, wie es im Wassergas vorliegt, oder auch mehr gegen 1 : 1 heran. Hoher Inertengehalt bremst die Leistung. Es empfiehlt sich deshalb die Gasherstellung mit Sauerstoff. Der Schwefelgehalt soll unter 2 mg S im cbm liegen

Produkte	Fertigprodukte
Verwertbare Gase	oder
{ Äthylen 8 %	{ 15 Polymerbenzin ... 7 Äthylenschmieröl
{ Propylen 9 %	{ oder 35 Alkylbenzole 8 Propylen
{ Propan 3 %	
{ Butylen 8 % (davon ... 7 Isooktan	
{ Butan 2 %	
Benzin bis 200°C	47 % raff. 44% O. z. (Res.) 84..44 Autobenzin
Mittelöl 200-350°C	15 % Cetenzahl ca. 50 .....
Paraffin >350°C	1-2 % .....
Alkohole im Produktwasser	1 Paraffin
	{ 55% Athanol
	{ 20% Propanol .....
	{ Rest: Butanol, Acetaldehyd,
	Aceton und Säuren
	7 Alkohole
	100 %

Auf 80-82 % der obigen Produkte kommen 18-20 % Vergasung (Methan und Ethan).

### Raffination des Bensins.

Das Rohbenzin hat 3-4 % O und muß raffiniert werden. Dies geschieht durch druckloses Überleiten über Tonerde bei 380° und anschließend über Bleicherde (Granosil) bei 200°. Der Substanzverlust beträgt 5-6 %. Die Oktanzahl des Rohbensins steigt hierbei von 78-79 auf 84 (Research-Methode) mit 50-55 % bis 100° in raffinierten Zustande. Das fertige Benzin wird mit *n*-Naphtol stabilisiert und hat im Lagerversuch bereits eine Lagerzeit von 2 1/2 Jahren hinter sich.

### Die ungesättigten Gase

lassen sich zu verschiedenen Zwecken verwenden, so die Butylenfraktion, die 62 % iso-Verbindungen enthält, zur Herstellung technischen Isooktans, Propylen und Äthylen zur Herstellung von Alkyl-Benzolen, ausserdem die letzteren zur Herstellung von Flugzeugschmieröl.

### Dieselloil

Das Mittelöl von 200-350° enthält 1-1 1/2 % Sauerstoff und läßt sich ohne weiteres Verbehandlung als Dieselloil verwenden. Es hat

C.Z. = 50  
Stockpunkt = -28°.

### Schmieröl aus Mittelöl.

Aus dem Mittelöl läßt sich mit SO<sub>2</sub> 66 % eines Raffinats gewinnen, das sich zu 60 % mit Al Cl<sub>3</sub> zu einem Autoöl vom VI.108 polymerisieren läßt.

### Ausbeuten.

Beim Fahren in 2 Stufen läßt sich bei einem Gesamtumsatz von 91-92 % flüssiges Fertigprodukt (nach Polymerisation

des Gasols) in Höhe von 135 g ohne Äthylengewinnung, in Höhe von 142 g mit Äthylengewinnung, die eine Linderanlage erfordert, von Normalkubikmeter Reingas erhalten. Rund 80 % sind davon Benzin, 20 % Dieselöl.

#### Großversuch.

Ein Umwälsofen, der ursprünglich für 800-1000 jato Rohprodukt ausgelegt war und eine Kontaktschichthöhe von 80 cm hatte, wurde längere Zeit mit dem mit CO gestelltem inertem reichen Abgas der ~~W~~Wylfabrik bei 325°C gefahren. Der Ofen lief erwartungsgemäß. Lediglich in einem Punkte zeigte er sich verbesserungsbedürftig. Im Gaskreislauf kamen Querschnittsänderungen und damit Geschwindigkeitsänderungen des Gaswinds 1:10 vor. Sie fielen zusammen mit Umlenkungen des Gaswegs. Es entstanden Gaswirbel, die an einer Stelle die Durchströmung des Kontaktbetta störten. Die Unterteilung des Kontaktbetta in mehrere übereinander liegende und durch geringe Zwischenräume getrennte Parallelschichten schuf Abhilfe. Bei Neukonstruktionen ist diesem Umstand Rechnung zu tragen.

#### Schaumfahrweise.

Sie ist eine Sumpffahrweise mit feinst verteilten schwebenden Kontakt, wobei es wesentlich ist, daß das Gas in kleinsten Bläschen im Sumpf verteilt wird. Eine solch feine Verteilung wird z.B. durch intensive Rührung oder engperige Schaumplatten erreicht. Die Vorteile dieser Fahrweise besteht darin, daß jegliche lokale Kontaktüberhitzung, die zu starker Methanbildung und zur C-Ausscheidung führen kann, unmöglich gemacht wird und die Vergasung auf einen unbedeutenden Betrag zurückgeht. Außerdem wird der Kontakt in seiner einfachsten Form als Sumpf verwendet und kann ohne Betriebsunterbrechung erneuert werden. Als Sumpf werden die bei der Reaktion entstehenden schwer siedenden Produkte benötigt, in erster Linie das Paraffin.

Die Schaumfahrweise wurde zur Herstellung eines olefinischen Mittelöls entwickelt. In diesem Falle vermehrt sich der Sumpf während desfahrens, während er beim fahren auf Benzin bei 300°C und höher durch Überdestillieren abnimmt und hochsiedendes Produkt wieder zurückgefahren werden muss. Als Druck

wird hier wie bei der Gasumwalzung versugeweise ein solcher von 20 at angewandt.

Die Schaumerzeugung mittels Ruhmung erfolgt in einem stehenden, zylindrischen Gefa mit einem unweit des Gefabodens zentral mit senkrechter Achse angebrachten Ruhrer. Diese Anordnung hat sich im Kleinen gut bewahrt, bereitet aber im Groen noch einige technische Schwierigkeiten.

Die Anwendung der Schaumplatte statt eines Ruhrers ist technisch einfacher und last sich leicht ins Groe bertragen. Da der Kontakt im Sumpf mit der Zeit absinkt, mu die gesamte Flussigkeit langsam nach aufwarts bewegt werden. Oben wird in einem Ausgastopf Gas und Flussigkeit getrennt und die letztere in einem Umgang wieder unten in den Ofen befurdert. Zweckmaig bringt man in diesem Umgang die Kuhlung zur Wegnahme der Reaktionswarme an.

Kontakt und Reaktionsbedingungen.

Als Kontakt eignet sich jeder feinverteilte hochaktive Eisenkontakt z.B. fein vermahlener reduzierter Fallungs- oder Oxydkontakt. Um Sauerstoffeinwirkung auszuschlieen wird der Kontakt im l vermahlen.

Die Leistung steigt mit dem Druck. Da aber durch bessere Leistung lediglich an Reaktionsraum gespart wird, bleibt man z.Zt. bei 20 at Druck, um die Apparaturkosten niedrig zu halten.

Beim Fahren auf Mittell und Paraffin kommt der Temperaturbereich von 200-250°C in Frage, beim Fahren auf Benzin das Temperaturgebiet um 300°C, um gute Oktanzahlen zu erreichen.

Vom Reaktionsgas wird mehr CO als H<sub>2</sub> verbraucht. Es empfiehlt sich ein CO : H<sub>2</sub>-Verhaltis von 55 : 45 bis 60 : 40.

Mittellfahrweise.

Das Ziel der Mittellfahrweise war ein moglichst hoher Prozentsatz an Olefinen. Als Kontakt wurde Eisen aus Eisenrot

in feingemahlener Form mit einer kleinen Menge Kaliumkarbonat bzw. Kaliumberat angewandt. Gearbeitet wurde bei 240-250°C. Im Ruhrofen wurde die Leistung 0,4, im Schaumplattenofen die Leistung 0,2, auf Sumpf berechnet erzielt. In der Produktverteilung last sich durch Wahl des Kontaktes ein gewisser Spielraum gewinnen. Bevorzugt wurde folgende Produktverteilung:

Benzin bis 200°C	31 %
Mittell 200-350°C	30 %
Paraffin >350°C	39 %
	<hr/>
	100 %
dazu Gasel (O <sub>2</sub> , O <sub>4</sub> )	2-4 %
Alkohole im Produktwasser	4 %
Vergasung	unter 5 %

Es empfiehlt sich, wenn man in mehreren, z.B. drei Stufen fahrt, in der einzelnen Stufe jeweils 50-60 % des noch vorhandenen CO-H<sub>2</sub>-Gemisches umzusetzen und dazwischen die CO<sub>2</sub> zu entfernen. Bei geringem Inertengehalt des Frischgases kann infolge der geringen Vergasung auch in einer Stufe zu Ende gefahren werden, indem das Gas nach Auswaschung der Kohlensure im Kreislauf zurckgefahrt wird.

Produktqualitaten.

Das Benzin der Mittellfahrweise bei 250°C hat nach der Raffination eine Oktanzahl (Research-Methode) von 72.

Das Mittell hat auf Grund der Hydrierzahl folgenden Olefingehalt:

<u>Fraktion</u>	<u>Olefingehalt</u>
200-250°C	70 %
250-300°C	56 %
300-350°C	44%.

Trotz dieser in den hoheren Fraktionen geringeren Olefingehalte, wie sie sich aus der Hydrierzahl errechnen, wurde schon in einem Arbeitsgang aus der Fraktion 250-350°C 60 % des Mittells sulfiert.

fiert.

Die Geradehaltigkeit der einzelnen Fraktionen wurde folgendermassen bestimmt:

200-250°C	69 %
250-300°C	70 %
300-350°C	74 %

Die Produktmenge verteilt sich ungefähr gleichmässig über die einzelnen Mittelölfraktionen.

Durch schonendes Kracken des Paraffins bei 400-420° wird erhalten:

		Olefin- gehalt
Benzin bis 200°C	15 %	
Mittelöl 200-250°C	15 %	69 %
" 250-350°C	55 %	51 %
Rückstand 350°C	8 %	
Koks	5 %	
Gas	1-2 %	

Vom Paraffin ist nur ein Drittel niedrigmolekular genug um unmittelbar für die Paraffinoxidation verwendet werden zu können.

#### Anwendung des Mittelöls.

##### 1) Für Waschmittel.

Durch direktes Anlagern von  $H_2SO_4$  an die Olefine des Mittelöls von 250-350°C lassen sich nach den Arbeiten des Hauptlaboratoriums Ludwigshafen Sulfonate herstellen, die als Waschmittel sehr gut beurteilt werden. Das übrigbleibende Neutralöl kann, sofern man es nicht als Dieselöl verwenden will, durch Sulfchlorierung in Mergol oder durch Kondensation mit Benzol und Sulfierung in Arylsulfonat, das ein vorzügliches Waschmittel ist, überführt werden.

Türkischrotöl. Lederöle können durch Sulfieren der ungesättigten Anteile (230-350°C) unter Emulgieren der gesättigten Anteile erzeugt werden (Hauptlaboratorium).

Außerdem <sup>können</sup> Lederöle durch Oxydation der Mittelölfraktionen



von 270-350° und Lieferfette durch Oxydation des Paraffins (Dr. Pfirrmann) erhalten werden.

Fettsäuren und Seifen können durch Anlagerung von Kohlenoxyd und Wasser an die Olefine (230-350°) hergestellt werden (Beppe-Verfahren).

Aldehyde und Alkohole können durch Anlagerung von Kohlenoxyd und Wasserstoff an die Olefine erhalten werden (Oxoverfahren der Ruhrchemie).

### 2.) Für Schmieröle und Treibstoffe.

Durch Polymerisation mit Aluminiumchlorid kann nach Reinigung mit schwefliger Säure schon aus dem stärker verzweigten Mittelöl der Benzinfahrweise ein allen Testen genügendes Schmieröl vom Viskositäts-Index 105 hergestellt werden. Infolge seiner größeren Geradkettigkeit eignet sich das Mittelöl der Mittelölfahrweise noch besser zur Schmierölerzeugung. Es kann das Schwerbenzin oberhalb 100° mitpolymerisiert werden. Man erhält bei einer Ausbeute von 47 % ein Schmieröl mit

VI = 114  
Viskosität = 2,0°E bei 100°.

Es genügt allen Testen.

Als Dieselöl hat das Mittelöl, von 200-320° siedend, die Cetanzahl 60. Der Stockpunkt ist -10°C und genügt damit noch nicht. Es läßt sich jedoch durch tieferes Abschneiden oder durch leichtes Cracken der oberen Anteile den Normen angleichen.

### Benzinfahrweise.

Durch Höhernehmen der Temperatur auf 310° läßt sich unter Zurückführung des überdestillierten Sumpfs folgendes Produkt erhalten:

Benzin -200°C	60 %
Mittelöl 200-350°C	30 %
Paraffin	10%
	<hr/>
	100 %
Gasöl	6 %
Alkohole	6 %
Vergasung	ca. 5 %.

Das so erhaltene Benzin gibt unraffiniert eine Oktanzahl (Research-Methode) von 78, raffiniert von 90.

Die Benzinfahrweise ist in einem länger laufenden Versuch noch nicht ausprobiert.

Ausbeute.

Infolge der geringen Vergasung kann man hohe Ausbeuten im flüssigen und festen Produkten erzielen. Es lassen sich 160 - 170 g an diesen pro Normalkubikmeter Reingas leicht erreichen, wozu noch das Gasöl kommt. Es wird erwartet, daß sich in Zukunft Ausbeuten erhalten lassen, die um etliches über 170 g liegen.

Versuche über die Anwendung der Gasumwälzung und der Schaumfahrweise zur Herstellung von Synolprodukt.

In 4 l-Gasumwälzflößen wurden Versuche mit Synolkontakt verschiedener Korngröße gemacht.

Mit 3-5 mm Körnung wurde bei 195° 5 Wochen mit einer Leistung von 0,4-0,5 gefahren. Nach 5 Wochen sank die Leistung plötzlich ab. Der Kontakt war mit Produkt verstopft, ein Teil des Kontakts war weich geworden und ließ sich mit den Fingern zerreiben. Die Umwälzung des Produkts, das bei einem Umsatz von 30 % hergestellt war, ergab nur etwa die Hälfte des Alkoholgehalts gegenüber Leunser Synolprodukt. An Stelle der fehlenden Alkohole waren Olefine getreten. Es wurde dann die Umsatz weiter verringert und die Verweilzeit im Kontakt auf ein Drittel verkürzt. Die Untersuchung des Produkts steht noch aus.

Größere Kontaktkörner (12-15 mm) hielten besser, ergaben aber nur die Leistung 0,2.

Bei der Schaumfahrweise konnte mit staubförmigem Kontakt bei 195° noch nicht gefahren werden, da die Leistung zu gering war. Bei 210° dagegen wurde die Leistung 0,12-0,15 erreicht. Die Untersuchung des Produkts zeigte 75-80% des Alkoholgehaltes der Leunser Produkte. Die Versuche werden fortgesetzt.

gez. Michael

TITEL PAGE

Besprechung über Kohlenoxyd-Wasserstoff-  
Synthesen. Berlin, Lunderbank, 1. Juli 1941.  
Conference on carbon monoxide hydrogen-  
syntheses. Berlin, Lunderbank, 1 July 1941.

Frame Nos. 154-166

TITEL PAGE

Besprechung über Kohlenoxyd-Wasserstoff-  
Synthesen. Berlin, Länderbank, 1. Juli 1941.  
Conference on carbon-monoxide hydrogen-  
syntheses. Berlin, Länderbank, 1 July 1941.

Frame Nos. 154 - 166

154

Kochdruckversuche  
Lu 558

1/ 23. Juli 1941 Ps/Py

(2)

Besprechung über

Kohlenoxyd - Wasserstoff - Synthesen.

Berlin, Länderbank, 1. Juli 1941

190291

- 2 -

Teilnehmerliste:

Dir. Dr. Bützfisch  
 Dir. Dr. Müller-Guradi  
 Dir. Dr. Pier  
   Dr. Langheinrich, A.W.P.  
   Dr. Heintzeler, Rechtsabt. Lu  
   Dr. Jäckh, Patentabteilung Lu  
   Dr. Rheinfelder, Patentabteilung Lu  
 Dir. Dr. v. Staden, Leuna Werke  
   Dr. Bruns, "  
   Dr. Hemming, "  
   Dr. Wessel, "  
   Dr. v. Lom, "  
   Dr. Wietsel, Oppau  
   Dr. Scheuermann, Oppau  
   Dr. Dufschmidt, Oppau  
   Dr. H. Beckers, Hochdruckversuche Lu  
   Dr. Kubner, "  
   Dr. W. Jäckh, "  
   Dr. Michael, "  
   Dr. Peters, "

- 3 -

- 3 -

KostenrechnungüberKohlendioxid-Wasserstoff-Synthesen.

- 3 -

Reserachung  
über  
Kohlensäure-Wasserstoff - Synthesen.

Sachbearbeiterberichte.

Die Sachbearbeiter Dr. Michael, Dr. Duftschmidt, Dr. Scheuermann und Dr. Wenzel berichteten über den Stand ihrer Arbeiten:

I. Gaskreislauf- und Schaumfahrweise.

Dr. Michael, Ludwigshafen.

Ursprünglich hatten die Arbeiten das Ziel, Benzine mit Eisenkontakten herzustellen. Eisenkontakte, die Temperaturen über  $300^{\circ}\text{C}$  erfordern, können in Röhrenöfen nicht gefahren werden. Im Gebiet von  $300-350^{\circ}\text{C}$  besteht immer die Gefahr der Rufabscheidung.

Es wurde das Gasumwälzverfahren entwickelt, bei dem man mit viel kleinerer Kühlfläche als beim Röhrenofen auskommt, weil die Reaktionswärme durch einen Abhitzeessel ausserhalb des Reaktionsraumes abgeführt wird, bei dem mit einem Temperaturgefälle bis zu  $50^{\circ}$  gearbeitet werden kann, während im Röhrenofen nur wenige Grade zulässig sind. Bei Reaktionstemperaturen oberhalb  $300^{\circ}\text{C}$  werden im flüssigen Anfall  $2/3$  bis  $3/4$  Benzin erhalten. Es hat nach der Sauerstoffentfernung mit Tonerde eine O.Z. Research von 84 bis 85, enthält viel Olefine und ist nach einer Gleichherde-Raffination und Zusatz von  $\alpha$ -Naphthol als Stabilisator lagerbeständig und in den Testen einwandfrei.  $1/3$  des Anfalls besteht aus Dieselöl. Es enthält etwa  $1\frac{1}{2}\%$  Sauerstoff und hat die

Ceten-Zahl 50 - 55. Außerdem wird 1 % Paraffin erhalten. Das neben flüssigen Produkten beim Gasumwälzverfahren gebildete Gas (etwa 30 % des Gesamtanfalls) enthält viel Äthylen, Propylen und Butylen.

Bei Versuchen in einem 800 bis 1000 Jato Umwälzofen, der sonst zufriedenstellend lief, stellte sich heraus, daß beim Übergang von den relativ engen Umwälzleitungen in den weiten Kontaktraum leicht störende Gaswirbelbildung auftritt, wenn dieser Übergang mit einer Richtungsänderung des Gasweges zusammenfällt. Bei Neukonstruktionen wäre diesem Umstand Rechnung zu tragen.

Für das Gasumwälzverfahren werden sehr feste Eisensinterkontakte verwendet. Fällungskontakte haben sich wegen ihrer Zerreiblichkeit nicht bewährt.

Als das Problem der Mittelölherstellung auftrat, wurde zur Schaumfahrweise übergegangen. Mit einem Eisenrot aus Carbonyl-Eisen als Kontakt, der in Öl nachvermahlen wird, wird bei 240 - 250° mit guter Leistung ein besseres Mittelöl erhalten als beim Gasumwälzverfahren. Es wird auf möglichst olefinreiches Produkt gearbeitet. Das Dieselöl hat Cetenzahl 60 - 70.

Die Schaumfahrweise hat den Vorteil, nur sehr wenig Vergasung zu geben. Sie beträgt 3 - 8 % je nach Fahrtemperatur gegenüber 18 - 20 % beim Gasumwälzverfahren.

Das Verfahren kann im Rührrofen ausgeführt werden, wobei man Stopfbüchenschwierigkeiten in Kauf nehmen muß. Technisch einfacher ist es, mit einer Schaumplatte zu arbeiten, wobei durch einen zusätzlichen Ölkreislauf ein Absinken des Kontaktes sicher verhindert wird. Der außerhalb des Reaktionsraumes liegende Teil des Ölkreislaufes kann zur Wärmeabfuhr und beim Anfahren zum Aufheizen benutzt werden.

Bei der Schaumfahrweise wurden z.B. erhalten:

50 Teile Benzol, 30 Teile Mittelöl und 40 Teile Paraffin, das zu 70 % zu Mittelöl aufgespalten werden kann. Oder man erhält bei etwas veränderten Bedingungen: 60 % Benzol, 30 % bis 350° und 10 % höher siedende. Das bei 310° gewonnene Benzol hat O.Z. Research 90.

Für das Gasumwälzverfahren sind folgende Zahlen kennzeichnend:

Reaktionstemperatur	325°
Leistung	0,8 kg Prod./Liter Kat./Tag
Umsatz	91,5 % in zwei Stufen
Ausbeute Gesamtprodukt je Nm <sup>3</sup> Idealgas	160 g
davon sind 70 % - 112 g flüssig	davon 7 % Alkohole + Säuren
	15 % Dieselöl 200-350°
	48 % Benzol bis 200
30 % - 48 g gasförmig	davon 8 % Äthylen
	9 % Propylen
	3 % Propan
	8 % Butylen
	2 % Butan
	<hr/>
	= 100 %

Vom O<sub>2</sub> sind 60 - 65 % Iso. Hinschließlich Polymerisation beträgt die Ausbeute 142 g statt 112 g. Die 48 % Benzol können durch Tonerde-Raffination säurefrei und geruchlos gemacht werden. Die Ausbeute geht dabei von 48 auf 45 zurück.

Für die Schaumfahrweise auf Mittelöl wurden folgenden Zahlen genannt:

Reaktionstemperatur	240 - 250°
Leistung	0,2 kg/Liter Schaumvol/Tag
Umsatz	90 % (in 3 Stufen)
Ausbeute kg/Nm <sup>3</sup> Idealgas	170 g flüssige und feste Produkte
Davon sind	4-5 % Alkohole im Produktwasser.

Der Ölanteil besteht zu

- 30 % aus Benzol
- 30 % Mittelöl
- 40 % Paraffin .

Hierzu kommen noch:

- 4-5 % Gasöl
- 3 % Vergasung.

Wird mit der Schaumfahrweise auf Bensen gefahren, so ist, um eine hohe O.Z. zu erreichen, eine Reaktionstemperatur von 310° oder etwas tiefer erforderlich. Die Ausbeute ist dann 160 g.

Über die Untersuchung von Produkten, die Dr. Michael mit eigenen und Leuna-Kontakten hergestellt hat und die in Merseburg auf Alkoholgehalt untersucht wurden, gibt Dr. Wenzel folgende Zahlen:

	Schaumfahrweise Sumpphase	Gasumwälzverfahren Gasphase
Reakt.-Temp.	250°	195°
Kontakt	Michael Eisen-Sinterkontakt	Merseburg Eisenschmelzkontakt in No reduziert
Alkohole	maximum bei 160°	max. 36 % in einer Fraktion
in der Waschmittel-Fraktion C <sub>8</sub> bis C <sub>18</sub>	nicht über 12 %	26 bis 28 %
Olefine in C <sub>8</sub> bis C <sub>18</sub>	60 - 65 %	40 - 50 %

Es gilt als Regel, daß die Summe von Alkoholen plus Olefinen etwa konstant ist.

Dr. Wenzel teilt mit, daß Leuna neuerdings von der Ruhr-Chemie ein Produkt erhalten hat, das 80 % Olefine in der C<sub>8</sub> bis C<sub>18</sub> - Fraktion aufweist.

Dr. Michael berichtet noch kurz über Versuche mit dem Merseburg Synol-Kontakt nach der Schaumfahrweise bei 20 at und 210°C. Es wurden mit Leistung 0,15 ein Produkt mit folgenden Eigenschaften erhalten:

in Fraktionen	220 - 250°	250 - 300°	300 - 350°
Alkohole	23 %	24 %	15 %
Olefine	36 %	30 %	27 %

## II. Ölkreislaufverfahren

Dr. Duftschmidt, Oppau.

In den Jahren 1927 bis 1928 hat Dr. Linck Eisenschmelzkontakte entwickelt. Beim Arbeiten in der Gasphase unter hohem Druck ergaben sich damals Schwierigkeiten durch C-Abscheidung.

1934 wurden Versuche in flüssiger Phase aufgenommen und das Ölkreislaufverfahren entwickelt, bei dem Öl und Gas im Gleichstrom über fest angeordneten Kontakt geleitet wurde. Wesentlich ist das Arbeiten in kochender Phase, die durch Rückführung relativ leichtsiedender Ölkanteile gewährleistet wird. Es wurde zunächst bei



## II. Ölkreislaufverfahren

Dr. Duftschmidt, Oppau.

In den Jahren 1927 bis 1928 hat Dr. Linck Eisenschmelzkontakte entwickelt. Beim Arbeiten in der Gasphase unter hohem Druck ergaben sich damals Schwierigkeiten durch C-Abscheidung.

1934 wurden Versuche in flüssiger Phase aufgenommen und das Ölkreislaufverfahren entwickelt, bei dem Öl und Gas im Gleichstrom über fest angeordneten Kontakt geleitet wurde. Wesentlich ist das Arbeiten in kochender Phase, die durch Rückführung relativ leichtsiedender Ölanteile gewährleistet wird. Es wurde zunächst bei 100 at später bei Mitteldruck in 2 Stufen gearbeitet.

Bei 240° am Ofeneingang und 290° am Ofenausgang werden bei 50 % Umsatz in einer Stufe über beide Stufen je Normal m<sup>3</sup> Idealgas 150 g Primärprodukt (flüssig + Gasol) folgender Zusammensetzung erhalten:

- 40 % Primärbenzin O.Z. 62 - 68, O.Z. + 0,1 Blei 85  
2 % Sauerstoffgehalt, entfernbar durch Wasserwäsche
- 20 % Mittelöl Cetenzahl 78
- 20 % Hartparaffin Schmelzpunkt 95°
- 15 % Gasol (ohne G<sub>2</sub>) mit 85 % Olefinen
- 5 % Alkohole mit 25 % Methanol  
50 % Ethanol  
25 % höheren Alkoholen, Acetaldehyd, Aceten etc.

Die Leistung ist 30 g/Ltr. Kat./Std. = 0,76 /Ltr. Kat./Tag.

Mit steigendem Druck - es wurden Versuche bei 25, 100, 150 und 180 at ausgeführt - nimmt der Sauerstoffgehalt der Produkte zu, bei 180 at erhält man aber sehr viel leichtsiedende und nur sehr wenig höhere Alkohole.

Um das Verfahren auf Alkoholproduktion umzustellen, ist es erforderlich, mit kleinem Umsatz und mit wasserstoffreichem Synthesegas zu arbeiten.

Bei einem CO/H<sub>2</sub>-Verhältnis 1 : 1, 180 at und 280 - 290° wurden bei 28 - 30 % Umsatz im Gesamtflüssigenfall 48,5 % Alkohole erhalten und zwar

- 8,5 % Methanol
- 21 % Ethanol
- 10 % Propanol
- 6,5 % C<sub>4</sub> bis C<sub>11</sub> - Alkohole
- 2,5 % C<sub>12</sub> bis C<sub>20</sub> - Alkohole.

Die 33,5 % Kohlenwasserstoffe enthielten

- 26,5 % Benzol
- 3,5 % Mittelöl
- 3,5 % über 300°.

Von den 18 % Fettsäuren waren

- 11 % wasserlöslich
- 5 % C<sub>5</sub> bis C<sub>11</sub>
- 2 % C<sub>12</sub> bis C<sub>20</sub>.

Die Alkohole im Anfall verschwinden

- a) bei hohem Umsatz
- b) bei C-Abscheidung am Kontakt.

### III. Paraffinsynthese

Dr. Schenermann, Ammoniaklaboratorium, Oppau.

Es wurde mit der Ruhr-Chemie-Apparatur gearbeitet und Kobalt-Kontakte entwickelt, die hohe Paraffinsubstanzen gaben, worüber schon früher berichtet worden ist.

Das CO/H<sub>2</sub>-Verhältnis war dabei 1:2, der Druck 12 atü.

Später wurden Eisenfällungskontakte entwickelt, die schon unter 230°C arbeiten. Z.Zt. sind schon Eisenkontakte vorhanden, die bereits bei 195° arbeiten.

Bei einer Stufe werden 70 - 75 g Produkt je Nm<sup>3</sup> Idealgas erhalten bestehend aus:

- 10 % Paraffin
- 15 % Mittelöl
- 15 % Benzol mit 3-5 % Alkoholen und 8-10% Ungesättigten.

Die berechnete Ausbeute (auf 100 % Umsatz) beträgt 130 bis 140 g je Nm<sup>3</sup>.

Bei 260° werden mit einem Eisenschmelakontakt 75 - 80 % Olefine erhalten, von denen 15 - 20 % für die Gewinnung von

Die berechnete Ausbeute (auf 100 % Umsatz) beträgt 130 bis 140 g je Nm<sup>3</sup>.

Bei 260° werden mit einem Eisenschmelakontakt 75 - 80 % Olefine erhalten, von denen 15 - 20 % für die Oxareaktion geeignet sind. Sie enthalten 90 - 95 % gerade Ketten. Aus den höheren Paraffinen können durch Kracken 70 % Mittelöl erhalten werden.

IV. Paraffin- und Synol-Synthese

Dr. Vansol, Marzburg.

Im Jahre 1938 wurde angestrebt, das Rührchemie-Verfahren zu verbessern. Die Kalkulationen zeigten aber, daß das Verfahren immer teuer sein wird.

Man ging deshalb dazu über, auf Spezialprodukte hinzuwirken.

1.) Marinparaffin.

Es wurde ein Kobalt-, Aluminiumoxyd-, Zinkoxyd-Kontakt entwickelt, der bei 180 - 185° und 10 atü im Röhrenofen in einer Stufe 140 g Produkt je Nm<sup>3</sup>-Synthesegas liefert, das 70 % Hartparaffin von Schmelzpunkt 95°C enthält.

3.) Alkohole.

Mit Eisenschmelakontakten (Ammoniakkontakt) wurden im Röhrenofen Produkte erhalten, die in den einzelnen Fraktionen im Durchschnitt enthielten:

	% Alkohole	% Olefine
100 - 200°	60	38 - 20
- 300°	65	30 - 20
- 440°	32	35 - 40

Der Anfall muß entkupert werden, um in der Destillation Esterbildung zu vermeiden.

Die Geradkettigkeit der Alkohole und Olefine beträgt 80-85 %.

Für die Anlage in Auschwitz bietet das Verfahren den Vorteil leichter Umstellbarkeit von der Bensen + Dieselölfahrweise im Krieg auf die Alkohol (Synol) - Fahrweise in Friedenszeiten.

Im einzelnen ergeben sich für die beiden Fahrweisen folgende Zahlen:

	B1 + Dieselöl		Alkohol (Synol)	
	3 Stufen		4 Stufen	
CO <sub>2</sub> -Absorption	2 mal		3 mal	
Gas-Belastung	1 : 250		1 : 150	
Leistung g/fl. Prod./m <sup>3</sup> /2g.	0,92		0,64	
Temperatur °C	220 - 245		190 - 220	
g fl. Prod. je m <sup>3</sup> Idealgas	140		160	
g Gasöl je m <sup>3</sup> Idealgas	14		15	
g Gesamt/m <sup>3</sup> Idealgas	154		176	
g Idealausbeute über Methanbilanz errechnet	181		190	
% Vergasung vom ang. Gas	8		5	
Produktszusammensetzung	%	Alkohole	%	Alkohole
bis 200	64 - 40	5 - 10	44	38
200 bis 300	18 - 30	5 - 8	18	56
300 bis 400	6 - 15	2 - 5	15	50 - 60
über 400	12 - 15	2 - 5	23	37

Das Verfahren kann im Rührchemie-Mannesmann-Plattenofen, der großtechnisch erprobt und gut bewährt ist, ausgeführt werden. Man hat den Vorteil des ruhenden Kontaktes und keiner heißen bewegten Teile an der Apparatur.

Der Schmelakontakt ist leicht herzustellen, sehr hart und unveränderlich und kann durch Umschmelzen leicht regeneriert werden.

Die Plattentöfen erlauben jederzeit auch eine Umstellung auf andere Kontakte z.B. die Oppauer oder Merseburger Kontakte zur Paraffin- bzw. Hartparaffinherstellung.

Um hohe Alkoholausbeuten zu erzielen, ist wesentlich,

- 1) niedere Temperatur und vorheriges Überschwemmen des Kontaktes mit Wasserstoff,
- 2) kleiner Umsatz (die Alkohole werden bei höherer Temperatur wieder zerstört),
- 3) kurze Kontaktberührungszeit. (Die Alkohole werden über Eisenkontakt zersetzt. Man wird daher technisch nicht über 2 m Kontaktschicht gehen.)

Die CO<sub>2</sub>-Wäsche zwischen den einzelnen Stufen wird mit Druckwasser ausgeführt, wobei der CO<sub>2</sub>-Gehalt des Gases von 15 auf 3 % zurückgeht. Aus der ausgewaschenen Kohlensäure werden nachträglich mit A-Kohle noch leichtsiedende Produktanteile zurückgewonnen.

Abschließend wies Dr. Michael noch auf Differenzen hin, die sich aus den verschiedenen Alkoholbestimmungen ergeben und einen direkten Vergleich der verschiedenen Verfahren erschweren.

Die Alkoholgehalte der Ludwigshafener Produkte mit Synol-Kontakt nach der Schaumfahrweise erreichen 75 - 80 % der Alkoholgehalte der in Leuna im Röhrenofen hergestellten Produkte, wenn die Analyse nach der gleichen Methode erfolgt.

Dr. Wenzel wies darauf hin, daß die Alkohole sich bei der Destillation zersetzen und darauf die Differenzen zurückgeführt werden können.

Dr. Michael hält eine Zersetzung der Alkohole bei der Destillation seiner Produkte für unwahrscheinlich, weil die Destillation bei 2 mm Vakuum erfolgt ist. Die Ursachen der unterschiedlichen Bestimmungen sollen in der nächsten Zeit geklärt werden.

Abschließend wurde noch die Patentlage eingehend besprochen.

Nach Beendigung der Besprechungen wurden auf Anregung von

Abschließend wurde noch die Patentlage eingehend besprochen.

Nach Beendigung der Besprechungen wurden auf Anregung von Herrn Dr. Pier gemeinsam mit den Sachbearbeitern in einer Tabelle (siehe Anlage) die Ergebnisse der verschiedenen Verfahren zum Vergleich nebeneinandergestellt.

Um einen richtigen Vergleich zu ermöglichen, erfordert dieses Zahlenmaterial aber noch verschiedener Ergänzungen und Korrekturen.<sup>1)</sup>

Die Tabelle wird deshalb den Sachbearbeitern zur Berichtigung zugeleitet.

In Merseburg ist jetzt eine Synthese-Anlage für 1 Tonne/Tag vorhanden. Eine größere Versuchsanlage für 10 000 Jate ist dort geplant. Herr Dr. Bützfisch regt an, in Merseburg auch einen Gas-umwälzofen bzw. Schaumplattencofen (Michael) aufzustellen, um unter Mitarbeit von Dr. Michael dort Parallelversuche mit dem Merseburger Verfahren anstellen zu können.

Herr Dr. Pier wendet dagegen ein, daß er eine Konzentration der wenigen Arbeitskräfte, die in La für die Synthese-Versuchsanlage zur Verfügung stehen, auf diese Anlage für richtig hält und regt eine Aussprache in Leuna über die geplante Versuchsanlage an, an der auch die Ingenieure teilnehmen sollen.

gez. Peters

1. Tabelle:

---

1) Herr Dr. Michael hat schon einige Korrekturen angebracht.

166

Hochdruckversuche Ludwigshafen						
Michael						
Fahrweise	Benzin	Synol	Dieselloel	Benzin	Synol	K
Druck	20 atü	20 atü	20 atü	20 atü	20 atü	2
CO : H <sub>2</sub>	1 : 1,2	1 : 0,7	1 : 0,8	1 : 0,8	1 : 0,7	1
Temperatur °C	325	195	240-250	300-310	210	2
Verfahren	Gasumwälzung			Schaumfahrweise		
Kontakt	Eisensinter	Synolkontakt 3-5 mm	Eisenoxydkontakt re- duziert und gemahlen		Synolkon- takt, fein	B
Zahl der Stufen	2	4	3	3	4	2
CO <sub>2</sub> -Wäsche	1 x	3 x	2 x	2 x	3 x	ka
% Durchsatz	91-92	90	ca. 90	ca. 90	90	87
Primärprodukt je m <sup>3</sup> CO + H <sub>2</sub> g flüssig	112	160	170	170	165	12
g C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> (% Olefine)	35 (80%)	45	5	5	12	22
g C <sub>2</sub> (% Olefine)	13					
g C <sub>1</sub>	35	10	6	10	6	
Gasol + flüssig ber.					?	
flüssig-Produkt % bis 200 (% Alkohole)	76 (30 %)		34	63	52	59
< 200-300°	} 20		} 28	} 28	17	12
< 300-350°					19	(c
< 350-400°					} 12	
< über 400°						
Leistung kg/Liter-Raum/Tag	0,8	0,5	0,2	0,4	0,15	0,
Gas-Durchsatz m <sup>3</sup> Gas/m <sup>2</sup> Kät./Std.	1 : 250	1 : 120	1 : 100	1 : 200	1 : 40	

166

4. Juli 1941 Mi/Er.

Ludwigshafen		Oppau		Merseburg		Ammonlabor Op-	
		Duftschmidt		Wenzel		Scheuermann	
Benzin	Synol	KW-Synthese	Alkohol Sy	Bi+Dieselloel	Synol	Paraffin	Olefin
20 atü	20 atü	25 atü	180 atü	19-25 atü	19-25 atü	12 atü	12 atü
1 : 0,7	1 : 0,7	1 : 0,82	1 : 0,82	1 : 0,72	1 : 0,72	1 : 2	1 : 2
210	210	240-290	235-280	220-245	190-220	195-215	260
		Ölkreislauf		Gasphase		Gasphase	
Eisenoxydkontakt re- duziert und gemahlen	Synolkon- takt, fein	Eisen- schmelz- kontakt	Eisen- schmelz- kontakt	Eisenschmelzkontakt		akt. FeOx Fällungs- kontakt	Eisen- schmelz- kontakt
3	4	2	3-4	3	4	1 (Labor- maßstab)	1 (Labor)
2 x	3 x	keine	2 bis 3 x	2 x	3 x	techn. ja	techn. ja
ca. 90	90	87	ca. 90	90 bis 95	90 bis 95	48 (1 Stufe)	60 (1 Stufe)
170	165	128	ca. 140	140	160	75	60
5	12	22	ca. 50 (65%)	14 (75%)	16 (75%)	-	-
10	6				ca. 4 (100%)	-	-
	?			181 g	190 g	ca. 10	ca. 15
63	52	59 (8%)	? = (ca. 45%)	64-40 (5-10%)	44 (38%)	15 (-)	50 (?% Olef.)
	17	12 (ca. 2-3%)	? = (ca. 45%)	18-30 (3-8%)	18 (56%)	15	15 (75% Olef. + 15% Alk.)
	19	} 29	? =	6-15 (2-5%)	15 (50-60%)	70 davon	} 35 (ca. 60% Olef. + ca. 10% Alk.)
	12			12-15 (2-5%)	23 (37 %)		
0,4	0,15	0,72	ca. 0,8	0,92	0,64	0,35-0,45	0,7
1 : 200	1 : 40			1 : 250	1 : 250	1:180 bis 240	1 : 480

TITLE PAGE

3. Versuche zur Aufheizung von Kohlebrei,  
Tests on the heating-up of coal paste.

Frame Nos. 167 - 185

167

Hochdruckversuche  
Lu 558

22. Juli 1941 Hu/Ki

Versuche zur Aufheizung von Kohlebrei.

Zur Klärung des Aufheisverhaltens von Kohlebrei für die Verarbeitung auf Schwerölüberschuß im Vergleich zum Brei für die Verarbeitung auf Mittelöl und Bensin wurden von Dr. v. Hartmann einige Kleinversuche durchgeführt, die möglichst rasch Anhaltspunkte für Schlesien liefern sollten. Diese Versuche ließen keine unmittelbar für die Anlageplanung verwertbaren Schlüsse zu, da wie befürchtet die Unterschiede der gemessenen Temperaturdifferenzen bei den apparaturbedingten kleinen Strömungsgeschwindigkeiten zu gering waren.

Nachfolgend wird eine genauere Auswertung dieser ersten Versuche unternommen. Auch hierbei ergaben sich zwar keine zahlenmäßig verwendbaren Feststellungen, indessen einige Hinweise, die als Diskussionsgrundlage und als Ansatzpunkt für künftige genauere Versuche dienen können.

Zusammenfassung.

Aus den Versuchsergebnissen in Verbindung mit anderen an 10 Ltr.-Ofen gemachten Erfahrungen kann man folgende Schlüsse ziehen, die im einzelnen natürlich noch der Bestätigung durch weitere Versuche bedürfen:

- 1.) In dem letzten Stadium der Aufheizung, d.h. in dem Temperaturbereich, in dem <sup>das</sup> Mittelöl nahezu vollständig verdampft ist, ist der Wärmeübergang des Heißölbreies geringer als der des Breies für die Verarbeitung auf Bensin und Mittelöl. Grund hierfür ist die höhere Viskosität des im Brei flüssig bleibenden Öls. Dagegen ist wahrscheinlich bei niedrigeren Temperaturen das Aufheisverhalten des Heißölbreies besser als das des Breies mit Schwerölverdünnung.
- 2.) Der Wärmeübergang eines Kohlebreies vermindert sich mit steigender Verweilzeit im Vorheiser (Verringerung der Breimenge) bei Temperaturen, bei denen der Abbau der Kohle

79058'

- 2 -

einsetzt. Die hierbei entstehenden noch hochmolekularen Abbauprodukte setzen die Viskosität des Öls im Brei herauf.

- 3.) In den Versuchen wurde ein um so höherer Wärmeübergang festgestellt, je niedriger der Asphaltgehalt im Öl des aufgetriebenen Kohlebreies lag, woraus man schließen kann, daß zum mindesten bei ein und derselben Kohle der Asphaltgehalt ein ungefähres Maß für den Wärmeübergang gibt.
- 4.) Die Gefahr der Vorheis<sup>er</sup>verkokung scheint beim Fahren auf Schweröl trotz des höheren Asphaltspiegels nicht höher zu sein, als beim Fahren auf Benzin + Mittelöl.
- 5.) Die äußere Beschaffenheit der Anfallprodukte bestätigt die Erwartung, daß beim Fahren auf Schwerölüberschuß mit 40-50 % (auf Kohle) Rückfuhrabschlaß bei annähernd gleicher Stümmungsgeschwindigkeit in Vorheiser geringere Erosion zu erwarten ist, als bei der Verarbeitung auf Öle - 325°.



Versuchsordnung

**Gasverwärmer:** Abwärtsschlange 6 x 14 x 5000, NS, elektrisch beheizt.

**Brei- und Gas-Aufheizung:** Auf- und Abwärtsschlange. In der 1. Versuchsreihe 10 x 23 x 10 000, NS, zu 740 ccm gelitert, in der 2. Versuchsreihe 10 x 23 x 3 000, NS, Inhalt berechnet zu 235 ccm in gasbeheizten Bleibad;

**Abgang:** durch mit Niederdruckdampf gekühlte 10er Leitung abwärts zum 10/- Ltr. Gefäß, Standhaltung mit Standschlagglas, Entschlammn abwärts durch BK-Ventile. Gas über Dach entspannt.

Ofen 455 vom 21. - 23. 10. 1940 und 18. - 21. 11. 1940.

Versuchsverlauf1. VersuchsreiheVersuch I

21.10.1940

12<sup>00</sup>

Angeheizt, unter 300 atm, 8 000 Ltr. Nullgas. Bei 12 mV mit Einlauf von 5 kg/Std. Startöl 1: Rücklauföl vom Fahren der schlesischen Kohle 1174 (Castellengo-Abwehr) auf Bensen und Mittelöl (Ofen 451) Temperatur vor auf 18 mV.

19<sup>00</sup>

Umgestellt auf Kohlebrei A, : K 1197 (Heinitzgrube OS) v. 25.6.1940, geschrotet, technisch ontascht, getränkt mit 1,2% 1161 (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> . 7 aq), getrocknet und gemahlen, + 1,5% 6531 (geschwefelte Bayermasse) + 0,3% 6709 (Na<sub>2</sub>S), beide Kontakte kolloidal in Schweröl über 325 aus K 1197 gemahlen, + Anreibeöl (Startöl 1) 1:1. Breidurchsatz 4 kg/Std., Gasmenge 3 cbm/kg Kohle.

19<sup>35</sup>

Umgestellt auf Öl, da der Druck am Ausgang zurückfiel. Kurz danach trat Überdruck an den Pumpen auf.

Die Verstopfung der Schlange ist vielleicht durch eine Störung an den Pumpen, die ziemlich unregelmäßig arbeitete, verursacht worden.

22.10.1940

Die Schlange wurde durch Einpressen von N<sub>2</sub> von rückwärts freigemacht und durch Öl-Messers System geschubert. Angeheizt, unter 300 atm, 8 000 Ltr./Std. Nullgas. Mit Einlauf (Startöl 1) 5 kg/Std. bei 16,5 mV.

23.10.1940

8<sup>30</sup>

Temperatur vor auf 22 mV

Umgestellt auf Kohlebrei wie zuvor, Durchsatz

1) Klemmentemperatur 40°0

- 4 -

6 kg Brei /Std., Gasmenge 3 cbm/kg Kohle.

11<sup>00</sup>-12<sup>00</sup>

Probenahme, dann umgestellt auf Öl

Versuch II12<sup>00</sup>

Umgestellt auf Kohlebrei B, von Ofen 451: Kohle und Kontakte wie zuvor, + Anreibeöl von Fahren der Kohle 1197 auf Schwerölüberschuß von Ofen 451 (1:1), + Abschläm aus K 1197 (Ofen 451) 1:0,4

15<sup>00</sup>-16<sup>00</sup>

Probenahme, dann umgestellt auf Öl

Versuch III

Anschließend sollte geprüft werden, ob und wie weit der Kohleabbau im Vorheizser durch Verringerung der Gasmenge beeinflusst wird.

16<sup>15</sup>

Umgestellt auf Kohlebrei A, Breidurchsatz 8,1 kg/Std., Gasmenge 0,5 cbm/kg Kohle.

19<sup>30</sup>-20<sup>30</sup>

Probenahme, dann umgestellt auf Öl und kaltgefahren.

2. Versuchsreihe.

Nachdem die erste Versuchsreihe nur rohe Anhaltspunkte für die Beurteilung des Aufheizverhaltens der Kohlebreie gegeben hatte, sollte versucht werden, die Unterschiede durch Steigerung des Durchsatzes und Verkürzung der Verweilzeit im Vorheizser genau zu erfassen. Es wurde eine Breischlange von nur 3 m Länge verwendet.

Versuch 1

18.11.1940

19.11.1940

8<sup>00</sup>

Angeheizt, unter 300 atm, 8000 Ltr. Nullgas.

Mit Einlauf von Startöl 2/3 Anreibeöl vom Fahren der Kohle 1101 (Scholven) vom 20.10.1940 auf Bensen und Mittelöl (Ofen 411). Temperatur vor auf 28 mV.

10<sup>30</sup>

Umgestellt auf Kohlebrei A, Kohle und Kontakte wie bei der ersten Versuchsreihe, + Anreibeöl (Startöl 2) 1:1.

Breidurchsatz 18 kg/Std., Gasmenge 3 cbm/kg Kohle.

Infolge falschen Anzeigens des Millivoltmeters wurde bis 18<sup>30</sup> bei 24,5 mV gefahren. Dann Temperatur zurück auf 28 mV.

Versuch III

Anschließend sollte geprüft werden, ob und wie weit der Kohleabbau im Vorheizger durch Ver-  
ringerung der Gasmenge beeinflusst wird.

Umgestellt auf Kohlebrei A<sub>1</sub>, Breidurchsatz,  
8,1 kg/Std., Gasmenge 0,5 cbm/kg Kohle.

Probenahme, dann umgestellt auf Öl und kalt-  
gefahren.

2. Versuchsreihe.

Nachdem die erste Versuchsreihe nur rohe An-  
haltspunkte für die Beurteilung des Aufheizver-  
haltens der Kohlebreie gegeben hatte, sollte  
versucht werden, die Unterschiede durch Stei-  
gerung des Durchsatzes und Verkürzung der  
Verweilzeit im Vorheizger genau zu erfassen.  
Es wurde eine Breischlange von nur 3 m Länge  
verwendet.

Versuch 1

Angeheizt, unter 300 atm, 8000 Ltr. Hüllgas.

Mit Einlauf von Startöl 2/; Anzeibeöl von Fahren  
der Kohle 1101 (Scholven) vom 20.10.1940 auf  
Benzin und Mittelöl (Ofen 411). Temperatur vor  
auf 22 mV.

Umgestellt auf Kohlebrei A<sub>1</sub>; Kohle und Kontakte  
wie bei der ersten Versuchsreihe, + Anzeibeöl  
(Startöl 2) 1:1.

Breidurchsatz 18 kg/Std., Gasmenge 3 cbm/kg  
Kohle.

Infolge falschen Anzeigens des Millivoltmeters  
wurde bis 12<sup>30</sup> bei 24,5 mV gefahren. Dann Tem-  
peratur zurück auf 22 mV.

- 5 -

- 5 -

171

14<sup>00</sup>-15<sup>00</sup>

Probenahme.

Da der Gasausgang zuging, mußte auf Gas ent-  
schlamm werden.

Offenbar war der Abscheider (rd. 10 Ltr.  
Inhalt) zu klein, sodaß sich bei dem hohen  
Durchsatz der Gasausgang durch mitgerissenen  
Abschlamm leicht verstopfte.

Anschließend umgestellt auf Öl, dann ohne Ein-  
spritzung und entspannt; Gasausgangsleitung frei-  
gemacht.

Versuch 2

Unter 300 atm hochgeheizt.

Wieder mit Öleinlauf 5 kg/Std.; Badtemperatur  
vor auf 22 mV.

Umgestellt auf Kohlebrei B<sub>1</sub>; Kohle und Kontakte  
wie zuvor, + Anzeibeöl (1:1); Startöl 2 + Mittel-  
öl 200 - 320 aus K 1197 von Ofen 451 (60:40),  
+ Abschlamm vom Fahren der Kohle 1197 auf Schwer-  
öl (Ofen 451) 1:0,5. Gesamtdurchsatz 18 kg/Std.,  
Gasmenge 3 cbm/kg Kohle.

Probenahme, dann umgestellt auf Öl,

Versuch 3

Umgestellt auf Kohlebrei A<sub>1</sub>, Durchsatz und Gas-  
menge wie bei Versuch 1, der wiederholt werden  
sollte.

Probenahme, dann umgestellt auf Öl.

Versuch 4

Umgestellt auf Kohlebrei A<sub>1</sub>, Breidurchsatz 16 kg/  
Std., Gasmenge 2,5 cbm/kg Kohle.

Die bisherigen Messergebnisse mit Kohlebrei  
A<sub>1</sub> (Versuch 1 und 3) erschienen infolge der  
Austrocknung des Breies nicht genau genug.  
Um aus dem Quellungsgebiet herauszukommen,  
wurde der Durchsatz verringert. Gleichzeitig  
sollte eine Verminderung der Gasmenge die  
Austrocknung vermeiden helfen.

Da die Gasausgangsleitung wieder zuging, umge-  
stellt auf Öl. Dann ohne Einlauf und Gasausgang  
freigeblasen. Wieder mit Öleinlauf.

Umgestellt auf Kohlebrei A<sub>1</sub>; Breidurchsatz 10 kg/  
Std., Gasmenge 2,5 cbm/kg Kohle.

Um mit Sicherheit die weiteren Versuche durch-  
führen zu können, wurde die Einspritzmenge  
radikal vermindert.

- 6 -

- 6 -

172

19<sup>30</sup> - 20<sup>30</sup>

Probenahme, dann umgestellt auf Öl.

Versuch 5

Umgestellt auf Kohlebrei B<sub>1</sub>, Breidurchsatz 10 kg/  
Std., 12,5 cbm/Std. wie bei Versuch 4.

Probenahme, dann umgestellt auf Öl.

Versuch 6

Auch bei den Versuchen 4 und 5 war der Anfall  
noch plastisch, sodaß stoßweise entschlammt werden  
mußte und daher keine Temperaturmessungen mit der  
gewünschten Genauigkeit erhalten werden konnten.  
Deshalb wurden weitere Versuche bei niedrigerer  
Temperatur gefahren.

21.11.1940

Umgestellt auf Kohlebrei B<sub>1</sub>, Breidurchsatz 10 kg/  
Std., Gasmenge 2,5 cbm/kg Kohle.

führung derartiger Aufheizversuche ist neben regelmäßig arbeitenden Breipressen ein genügend großer Gasraum des Abscheiders. Hierdurch löst sich das Verstopfen des Gasausgangs durch mitgerissene Teile des Breies verhindern. Außerdem wirkt ein größeres Gefäß dämpfend auf die Druckstöße, die bei der Entschlammung des manchmal fast trockenen Breies kaum zu vermeiden sind. Die ihnen vorausgehenden Stauungen haben das Zugehen der Schlangen zum mindesten begünstigt.

Versuchsergebnisse.

Kohlebrei für das Fahren der Kohle 1197 (Heinitzgrube OS) auf Bensen und Mittelöl und auf Schwerölüberschuß wurden zusammen mit Frischgas durch im beheizten Bleibad stehende Aufheisschlangen von 10 und 3 m Länge gedrückt. Da Breipressen für 600 atm nicht zur Verfügung standen, wurden die Versuche bei 300 atm durchgeführt. Die Kohlebreie hatten folgende Zusammensetzung:

	für Bensen u. Mittelöl	für Schwerölüberschuß
Kohle	1 Teil	1 Teil
Rücklauföl	1 "	1 "
Rückführabschlamm	0	0,5 bzw. 0,4
Kontaktbrei	0,036	0,036

Als Kriterium für das Aufheizverhalten diente die Messung der Temperaturdifferenz. Heißbad: Außenwandung der Ausangeleitung. Die Temperatur des Heißbades wurde durch Thermoelement gemessen, die sich in einer im Bleibad stehenden Hülse befanden. Die gleiche Temperatur hat das Brei-Gas-Gemisch nach vollständiger Aufheizung. Die nächste Temperaturmessung erfolgte durch ein kurz hinter dem Bad auf die Breileitung aufgeschuites Element ( $M_1$ ), das also die Temperatur der Außenwandung des Rohres anzeigt. Es erhält seine Wärme zur

Versuchsergebnisse.

Kohlebrei für das Fahren der Kohle 1197 (Heinitzgrube OS) auf Benzol und Mittelöl und auf Schwerölüberschuß wurden zusammen mit Frischgas durch im beheizten Bleibad stehende Aufheisschlangen von 10 und 3 m Länge gedrückt. Da Breipressen für 600 atm nicht zur Verfügung standen, wurden die Versuche bei 300 atm durchgeführt. Die Kohlebreie hatten folgende Zusammensetzung:

	für Benzol u. Mittelöl	für Schwerölüberschuß
Kohle	1 Teil	1 Teil
Rücklauföl	1 "	1 "
Rückführabschlamm	0	0,5 bzw. 0,4
Kontaktbrei	0,036	0,036

Als Kriterium für das Aufheilverhalten diente die Messung der Temperaturdifferenz. Heißbad. Außenwandung der Ausgangsleitung. Die Temperatur des Heißbades wurde durch Thermoelement gemessen, die sich in einer im Bleibad stehenden Hülse befanden. Die gleiche Temperatur hat das Brei-Gas-Gemisch nach vollständiger Aufheizung. Die nächste Temperaturmessung erfolgte durch ein kurz hinter dem Bad auf die Breileitung aufgeschaltetes Element ( $M_2$ ), das also die Temperatur der Außenwandung des Rohres anzeigt. Es erhält seine Wärme nur hauptsächlich aus dem vorbeistromenden aufgeschalteten Gemisch. Zeigt der Brei guten Wärmeübergang, d.h. ist die Temperaturdifferenz Breistrom/Rohraußenwandung klein, so wird die Außenwandtemperatur mit zunehmender Entfernung von Heißbad/Leitung stark abfallen. Die Abkühlung des Gemischstromes ist in kurzer Entfernung beendet, da um so mehr Wärme abgestrahlt wird, je höher die Temperatur der Außenwandung ist. Bei einem Brei mit niedrigerem Wärmeübergang wird die Außenwandtemperatur der Leitung schneller stärker sinken, mit zunehmender Länge der Leitung aber flacher zurückgehen. Die Lage der Kurven zueinander ist in der anliegenden Zeichnung angedeutet. Wird das Schühlement wie in der verwendeten Apparatur nahe genug am Badausgang angebracht, so ist die Temperaturdifferenz Bad/Schühlement ein direktes Maß für den Wärmeübergang des aufgeschalteten Gemisches von innen

nach außen und umgekehrt. Es wird dabei die - vertretbare - Annahme gemacht, daß die zu prüfenden Brei- und Gas-Gemische annähernd gleiche spezifische Wärmen besitzen. Das Schubelement erhält einen Teil seiner Wärme außerdem vom Heizbad her durch die Wärmeleitung des Metalls der Rohrwandung. Dieser Einfluß ist nicht sehr groß und überdies bei gleichbleibender Badtemperatur konstant. Wichtig ist für das Erhalten verwendbarer Resultate, daß direkte Anstrahlung des Schubelementes vom Heizbad her durch ausreichende Isolierung verhindert wird. Die Meßergebnisse der Versuchsreihen - Versuche I - III mit 10 m-Schlange, Versuche 1 - 8 mit 3 m - Schlange - sind in Tabelle I aufgeführt. Die Temperaturdifferenzwerte lassen sich nur innerhalb derselben Versuchsreihe miteinander vergleichen, da die Isolierung des Heizbades und des Schlängenausganges nicht dieselbe war, sodaß eine nicht völlig gleiche An- oder Abstrahlung des Schubelementes bewirkt wurde.

In den Versuchen I - III ließ sich ein Unterschied beim Übergang von einem auf den anderen Kohlebrei nicht fassen. Eine Verringerung der Gasmenge von 3 auf 0.5obm/kg Kohle, wodurch die Verweilzeit von 29 auf 123 sec. stieg (Brei + Gas als homogene Mischung gerechnet), brachte eine Verschlechterung des Wärmeüberganges am Schlängenausgang.

In den Versuchen 1 - 3 mit kurzer Schlange wurden gleiche Breidurchsätze und 3 obm Gas/kg Kohle bis 22 mV aufgeheizt. Die Verweilzeiten errechnen sich für den Brei zur Verarbeitung auf Benzol und Mittelöl auf 4.4 Sec., für den "Heizöl" - Brei infolge der absolut geringeren Gasmenge auf 5.8 Sec.. Trotz dieser verschiedenen Aufenthaltsdauer im Heizbad war ein Unterschied der Temperaturdifferenzen auch hier nicht festzustellen. Dies konnte ein schlechteres Aufheizverhalten des Heizölbreies für möglich halten lassen.

Diese Vermutung wurde durch die weiteren Versuche (4-8) bestätigt, die mit absolut gleichen Brei- und Gasmengen bei 22 und 18 mV durchgeführt wurden. Da mit kleinerem Durchsatz gefahren wurde, betragen die Verweilzeiten 9.0 und 9.5 Sec. Nach diesen Zeiten mußte die Aufheizung unter allen Umständen beendet sein, wie sich aus der nach den Versuchsergebnissen 1 - 3 mit höheren Durchsätzen erhaltenen Aufheizgeschwindigkeit von etwa 4 mV/Sec. ergibt. Hier waren nun die Temperatur-

- 10 -

differenzen Bad/Schlängenausgang beim Heizölbrei deutlich höher, der Wärmeübergang also schlechter.

Der Abfall des Wärmeüberganges erwies sich auffallender.

differenten Bad/Schlängenausgang beim Heizölbrei deutlich höher, der Wärmeübergang also schlechter.

Der Abfall des Wärmeüberganges erwies sich auffallenderweise in den Versuchen 4 - 8 als weitgehend proportional der Asphaltkonzentration im Öl der Kohlebreie (s. anliegendes Diagramm). In Übereinstimmung mit diesem Befund steht auch das zunächst überraschende Ergebnis des Versuches III, bei dem mit Steigerung der Verweilzeit gegen Versuch I der Wärmeübergang schlechter wurde: Der Abbau der Kohle war hier weitergegangen, und das Öl des Breies enthielt beim Verlassen des Vorheizers mehr Asphalt.

Es lag deshalb zunächst nahe, sich vorzustellen, daß die Asphaltkruste, mit der sich erfahrungsgemäß die Innenwandung des Vorheizers nach kurzer Fahrzeit bedeckt, mit zunehmender Asphaltkonzentration dicker und stärker <sup>isolierend</sup> wird, d.h. daß mehr Asphaltteilchen mit der heißen Rohrwandung in Berührung kommen, entquellen und festkleben.

Dieser Vermutung steht entgegen, daß, wie die Nachprüfung der Versuche am 10 Ltr.-Ofen seit 1939 ergibt, die Verkokungsneigung der Breischlangen, die ja mit steigender Dicke des Asphaltbelages zunehmen müßte, beim Fahren von Kohle auf Schweröl nicht größer ist als bei der Verarbeitung auf Benzin und Mittelöl, obwohl auch hier der Wärmeübergang beim Fahren auf Schweröl stets geringer ist. (Die Temperaturdifferenz  $\Delta T_1$  ist trotz erhöhten Durchsatzes größer).

Der schlechtere Wärmeübergang des Heizölbreies ist daher folgendermaßen zu erklären:

Schon nach der Aufheizung auf 355° (18 mV) ist der größte Teil des Mittelöles bei 300 atm Gesamtdruck bereits verdampft, bei 425° (22 mV) mit Sicherheit das gesamte Mittelöl (Partialdruck rd. 4,7 atm). Als flüssige Phase ist demnach in dieser Temperaturgegend der Benzin- + Mittelöl-Brei mit dem mittelölfreien Heizölbrei zu vergleichen. Unter Vernachlässigung des zunächst geringen Kohleabbaues (s. Tabelle III) ergeben

-11-

sich folgende Zahlen für die Zusammensetzung des aufgeheizten Breies:

		für Benzin u. Mittelöl	für Schweröl
Festes Öl	%	54,5	57,3
in Öl Abtreiferschweröl	%	45,5	42,7
asphaltarmes Abschlammschweröl	rd. 40	0	0
asphaltreiches Abschlammschweröl	%	60	100

Der wichtigste Unterschied besteht somit darin, daß das Öl des aufgeheizten Heizölbreies nur aus schwerem hochviskosen asphalthaltigen Abschlammschweröl besteht, während das Öl des Breies für Benzin und Mittelöl neben diesem etwa 40 % leichtes, praktisch asphaltfreies Destillatschweröl enthält. Da der Wärmeübergang allgemein mit sinkender Viskosität besser wird, muß der Benzin- + Mittelöl-Brei in dem Temperaturbereich, in dem das Mittelöl größtenteils verdampft ist, leichter aufzuheizen sein, während vor diesem Temperaturgebiet der Heizölbrei infolge der durch die Mittelölverdünnung niedrigeren Viskosität einen besseren Wärmeübergang zeigen wird. Mit zunehmendem Kohleabbau bilden sich mehr und mehr hochmolekulare ölarartige Substanzen, die die Viskosität heraufsetzen und damit die Aufheizung erschweren. Von dieser Seite her gesehen erscheint es also vorteilhafter, von der Temperatur des beginnenden Abbaues an die Aufheizgeschwindigkeit möglichst groß zu wählen.

Die obigen Überlegungen lassen erkennen, daß der Asphaltgehalt des Öles im Brei tatsächlich mit fallendem Wärmeübergang steigen muß.

Die günstige Wirkung der Abschlammrückführung als Gleitmittel war am Aggregatzustand der Anfallprodukte (Tabelle II) deutlich zu erkennen. Bei gleicher Strömungsgeschwindigkeit 1)

1) Blechhammer wird durch Verwendung weiterer Rohre im Vorheizer annähernd dieselbe Strömungsgeschwindigkeit haben wie Gelsenberg.

wird ein "Heizöl" - Brei mit Rückführung 1 : 0,5 sich hinsichtlich der Erosion vorteilhafter verhalten, als ein Brei für die Verarbeitung auf Mittelöl aus derselben Kohle ohne Abschlarvrückführung.

Es wurde weiterhin versucht, die chemischen Vorgänge in der Vorheizung zu erfassen. Die hierbei gefundenen Ergebnisse lassen sich allerdings nicht verallgemeinern, da in dem verwendeten Bleibad die Aufheizzeit teilweise kaum 10 Sekunden betrug, während die Technik mit Aufheizzeiten von 1 - 2 Minuten rechnet. Eine so hohe Aufheizgeschwindigkeit wie in diesen Versuchen ist nach den Erfahrungen von Dr. Krönig 1) für den Kohleabbau nicht vorteilhaft. Wahrscheinlich ist durch sie auch das Zugehen der Schlange besonders begünstigt worden. Es konnten im einzelnen folgende Feststellungen gemacht werden (s. Tabelle III).

Während der Aufheizung fand zunächst eine Festeneubildung bis zu 13 % auf Reinkohle bezogen statt, nach einer Verweilzeit von 29 Sekunden (Versuch I und II) ein Festeabbau von rund 15 %. Das Versuchsmaterial ist nicht ausreichend, um in dieser Hinsicht einen entscheidenden Unterschied zwischen den beiden Kohlebreiarten festzustellen. Es erscheint durchaus möglich, daß auch genauere Nachprüfungen annähernd gleichen Kohleabbau ergeben werden, da das Mittelöl gegen Ende der Aufheizung weitgehend verdampft sein wird und der Kohle bei beiden Breiarten fast gleiche Schwerölmengen zur Verfügung stehen. Im vorliegenden Falle errechnet sich das Verhältnis Reinkohle : Schweröl für den "Benzin- + Mittelöl"- Brei zu 100 : 93,9, für den Heizölbrei zu 100 : 90,7.

Die Festeneubildung am Anfang der Aufheizung ist mit einem Verschwinden des Asphalts verbunden. Dieser Asphalt-"abbau" wird später durch die Neubildung aus der Kohle überdeckt. Die Asphaltkonzentration im Öl lag stets unter 15 %.

1) Zusammenstellung vom 20.8.1935.

Werner wurden von den Kohlebreien und Anfallprodukten der Versuche I - III Asphaltzerlegungen vorgenommen (Tabelle IV). Die Bestimmungen gaben nur größenordnungsmäßige Anhaltspunkte, da die Zerlegungsmethode bei dieser Gelegenheit zum ersten Mal angewandt wurde. Immerhin läßt die Bilanzierung (Tabelle V) erkennen, daß sich die Ölharzanteile während der Aufheizung verändern, während die höheren Asphalte (Asphalt-harz und Hartasphalt) erwartungsgemäß zunehmen.

gez. Hupfer

Die Versuche wurden ausgeführt von

- Dr. v. Hartmann
- gemeinsam mit
- Dr. Hupfer
- Dr. Schiffmann
- Dr. Lemme

Strömungs- geschwindigkeit cm/sec.	34,0	34,5	34,1	67,8	68,8	51,7	53,7	53,7	53,7	32,0	32,0
--	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------	------





Tabelle II

Zusammensetzung der Kohlebrei und der Anfallprodukte.

Kohlebrei	% Festes	% Asche in Festen	% s-Asphalt in Öl	Aussehen
A <sub>1</sub> +	56,5	4,8	7,9	-
B <sub>1</sub>	46,5	6,0	7,3	-
A <sub>2</sub> +	52,5	5,3	6,9	-
B <sub>2</sub>	45,5	8,4	7,4	-
Anfallprodukt v. Versuch				
I +	48,5	5,8	9,3	-
II	50,3	6,7	12,5	-
III +	51,0	5,3	14,2	-
5 +	56,4	4,2	5,0	feuchte Kohle, lose zusammengebacken
2	48,2	5,4	5,7	dicker Brei
3 +	54,0	4,0	7,4	hart, schwer zerreibbar
5	55,7	5,6	6,7	hart, leicht zerreibbar
7 +	52,0	4,2	6,3	leicht angequollene Kohle
6	49,7	5,7	7,2	dickflüssig

+ ) Brei für die Verarbeitung auf B1 + Mf.

Bilanzergebnisse.

Versuch		Festeneu- bildung % a.R.K.	Festeabbau % a.R.K.	Asphaltabbau % Asphalt- eingang	% a.R.K.	Asphaltneubildg. % Asphalt- eingang	% a. R.K.
I	+	-	17,5	-	-	40,2	2,9
II		-	12,3	-	-	32,7	3,3
III	+	-	11,7 ?	-	-	102,6	7,5
3	+	6,5	-	32,5	2,2	-	-
2		7,6	-	26,8	2,9	-	-
4	+	9,7	-	26,3	1,5	-	-
5		13,0	-	13,9	1,5	-	-
7	+	10,9	-	16,1	1,3	-	-
6		-	10,5	-	-	1,2	0,1

+) Brol für die Verarbeitung auf Benzin + Mittelöl.

Tabelle IV.

Asphaltzerlegungen

% v. feststoffreiem Produkt

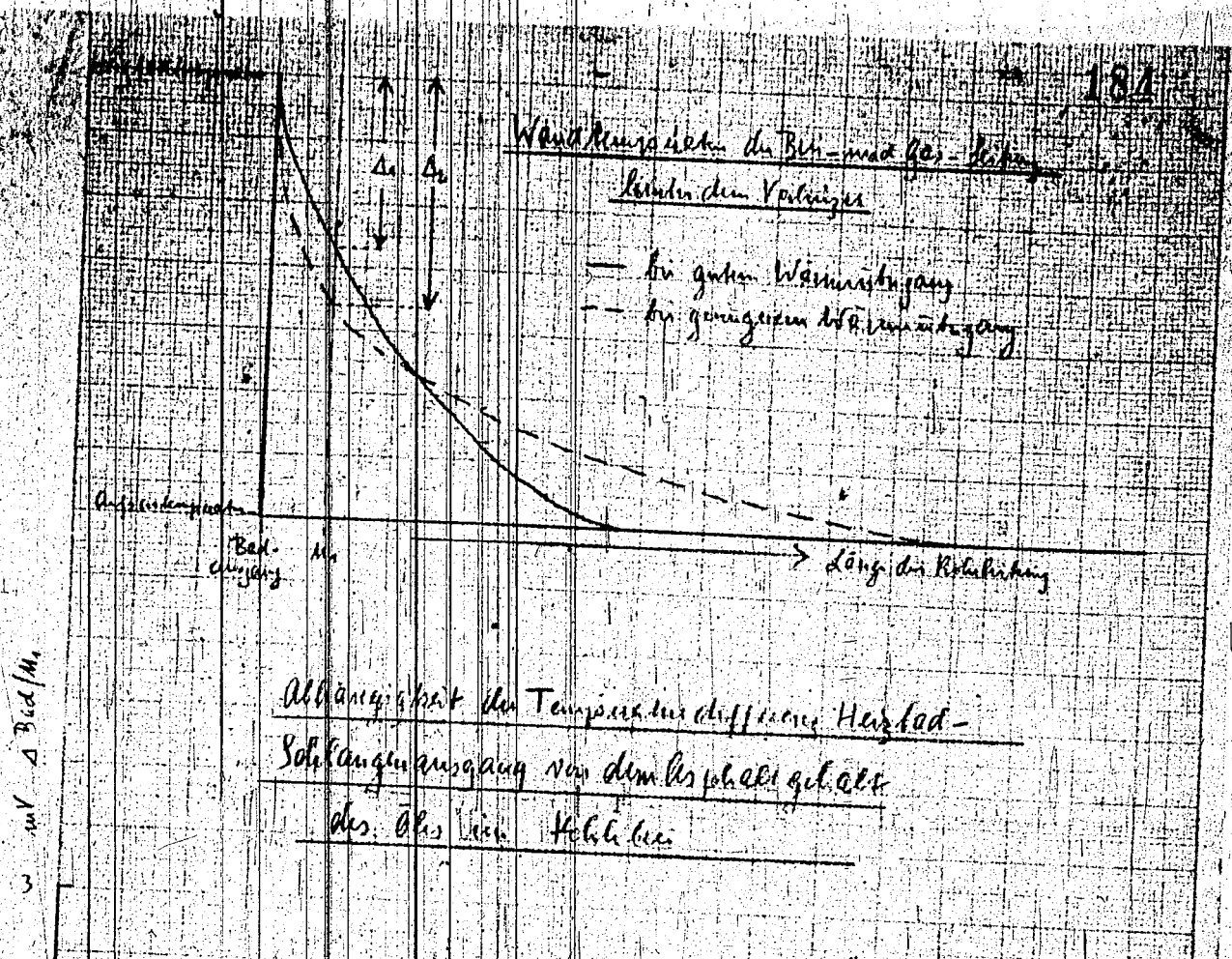
	% Öl	% Ölharz	% Asphalt- harz	% Hartas- phalt
Brei A <sub>1</sub> + Brei B <sub>1</sub>	35,3 39,0	39,0 30,2	9,0 3,7	16,7 27,1
Anfall I + " II + " III +	26,3 29,8 26,3	20,7 21,6 26,4	2,7 ? 6,6 15,6	50,3 ? 42,0 31,7

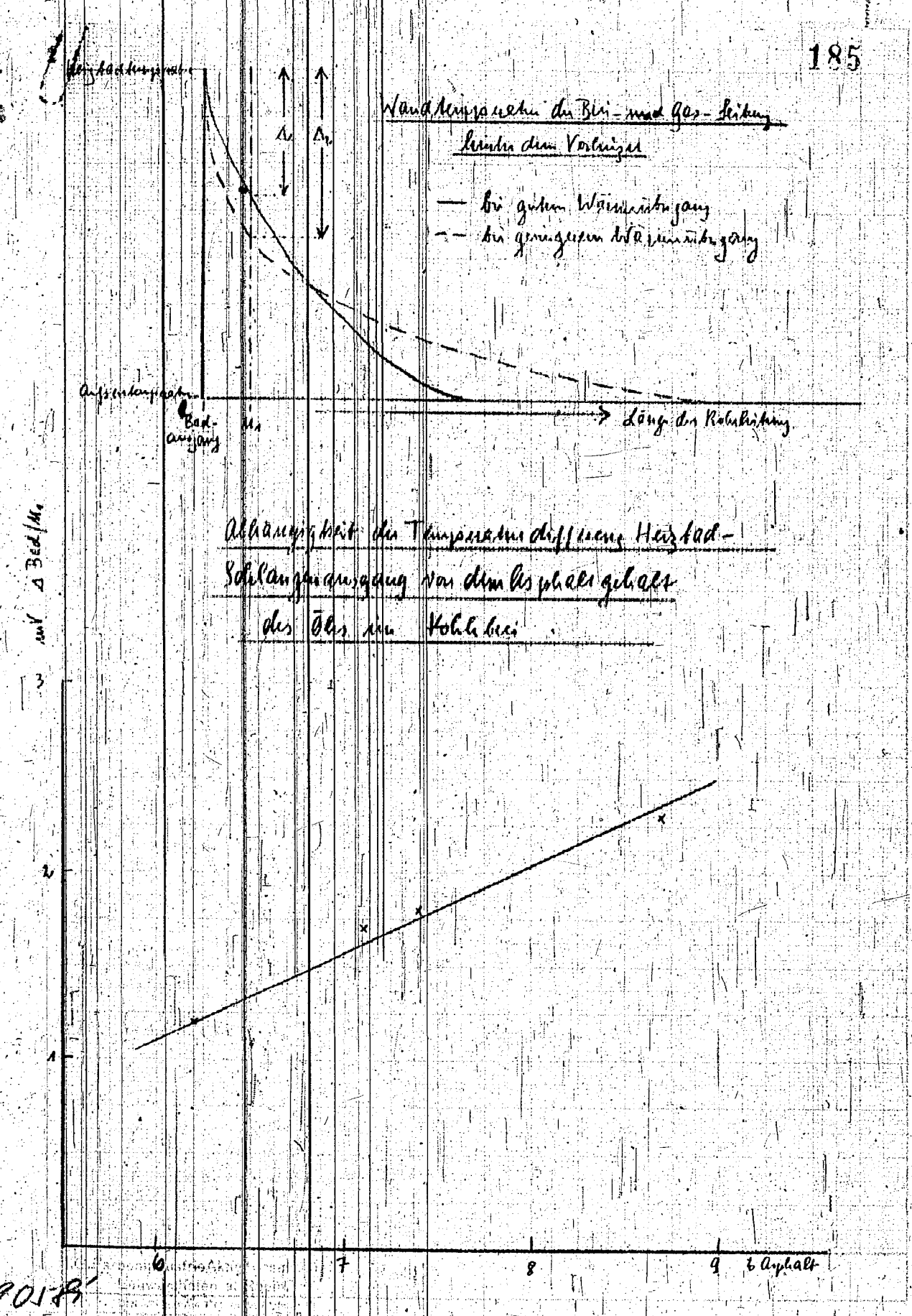
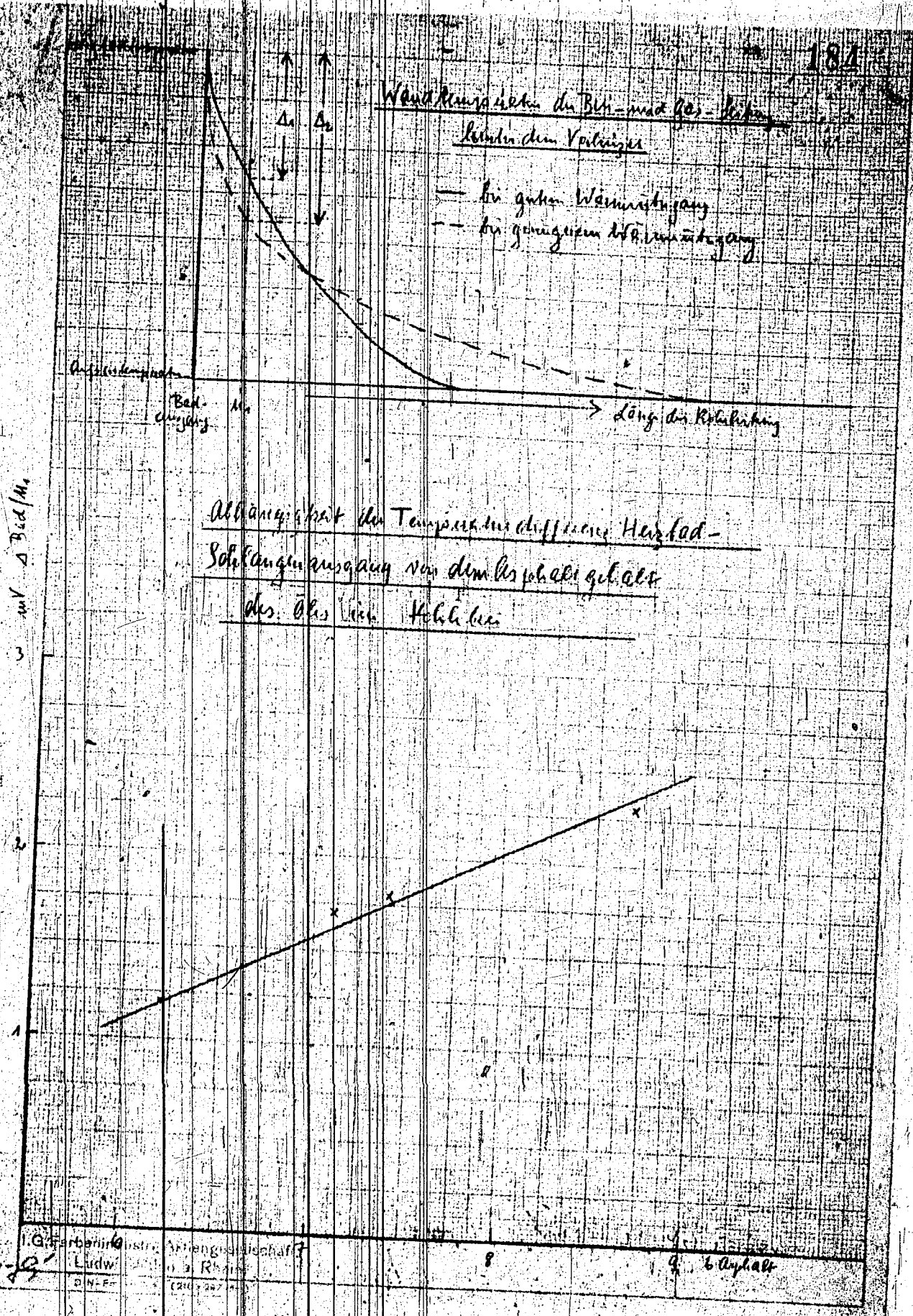
Tabelle V.

Asphaltbilanzen.

Versuch	Ölharz- Abbau	Asphaltarzneubildung		Hartasphaltneubildung	
		% v. Eingang	% v. R.K.	% v. Eingang	% v. R.K.
I +	37,5	- 65,0 ?	- 5,3 ?	255,5 ?	38,5 ?
II	38,7	53,7	2,5	32,0	10,8
III +	14,2	120,6	9,8	142,5	21,5

+) Kohlebrei für die Verarbeitung auf Bensin und Mittelöl.





WHITE PAGE

2. Aromatisierungsversuche bei 45 at mit abklin-  
genem Katalysator.  
Aromatisations tests at 45 atm. with a  
catalyst of decreasing activity.

Frame Nos. 186 - 189

Hochdruckversuche  
In 858

186

17. Juli 1941 Fr/Ki

Aromatisierungsversuche bei 45 at mit  
abklingendem Katalysator.

Zusammenfassung.

Schwerer Sumpphase Mittelöl + Aromatisierungs-  
Rückführung von Kammer 501 (aus dem gleichen Produkt) lies sich  
über HF-behandelter und mit 0,5 Mol. getränkter Tonerde nur mit  
schlechter Leistung (maximal 0,2%) und hohen Verlusten (ca. 20%)

17. Juli 1941 Fr/Ki

Aromatisierungsversuche bei 45 at mit  
abhängigen Katalysator.

Zusammenfassung.

Schälwaser Sumpffphase Mittelöl + Aromatisierungs-  
Rückführung von Kammor 501 (aus dem gleichen Produkt) ließ sich  
über HF-behandelter und mit 2 % Na<sub>2</sub>O getränkter Tonerde nur mit  
schlechter Leistung (maximal 0,20) und hohen Verlusten (ca. 50%)  
zu Benzol ( $T = 160^\circ$ ) verarbeiten.

Die Phenole werden hierbei vollkommen reduziert und  
man erhält Benzol mit 61 bis 68,5 Vol.-% Aromaten (68 bis 76,5  
Gew.-%).

HF-behandelte  $\alpha$ -Tonerde ohne Na<sub>2</sub>O gibt mit dem gleichen  
Einspritzprodukt noch schlechtere Benzolleistung (maximal 0,14)  
bei Verlusten von ca. 40 %. Die Phenolreduktion ist bei diesem  
Katalysator ausgesprochen schlecht.

Entfernung der Phenole aus dem Einspritzprodukt bzw.  
Zusatz von  $CS_2$  führt nicht zu besseren Versuchsergebnissen.

Der Aromatengehalt der Benzole ist etwas niedriger  
als beim  $Na_2O$ -haltigen Katalysator, aber immer noch relativ hoch  
(56 - 58 Vol.-%).

Bei alleiniger Verarbeitung von Aromatisierungs-  
Rückführung von Kammor 501 erhält man Benzolleistung 0,24 bei  
44 % Vergasung und 66 Vol.-% Aromaten.

Unbehandelte  $\alpha$ -Tonerde gibt mit Rückführung von Kammor  
501 Benzolleistung (0,07) aber nur 9 % Vergasung.

Schälwaser Sumpffphase-Mittelöl (P 1571) wurde gemischt  
mit Aromatisierungs-Rückführung  $>160$  des gleichen Produkts von  
Kammor 501 (1 : 1 Gew. Teil) über verschiedene Katalysatoren

19064

aromatisierend bei 45 at Druck gefahren.

Die beste Benzingleistung (0,20) wurde mit noch nicht regenerierter HF-behandelter  $\alpha$ -Tonerde + 8 %  $MeO_3$  erhalten. Das bei 500° mit Durchsatz = 0,95 erhaltene Benzin hatte 76,5 Gew. % Aromaten, entsprechend 68,5 Vol.% bei einer Oktanzahl (N) = 87,4 und Jodzahl 7,75. Nach der ersten Regeneration ging die Benzin-Leistung auf 0,16 zurück, nach weiteren Regenerationen trat kein Leistungsabfall mehr ein. Der Aromatengehalt des Benzins ist bei frischen und regenerierten Katalysator kein Unterschied. Bei den Versuchen traten hohe Verluste durch Vergasung und  $H_2O$ -Bildung ein. Die Ausbeute an flüssigem Reaktionsprodukt (ohne Wasser) betrug nur 75,4 bis 85,1 % bei Benzin-Ausbeuten ( $N = 160^\circ$ ) von 17,9 - 22,5 % (alles bezogen auf Einspritzung). Hieraus ergeben sich Verluste durch Vergasung +  $H_2O$ -Bildung von 46 - 53 % bezogen auf Benzin + Gas +  $H_2O$ .

Zurücknahme der Temperatur auf 450°C, Erhöhung des  $H_2$ -Partialdrucks und Verlängerung der Zyklusdauer von 1 Std. auf 2 und 3 Std. bewirkte einen Leistungsabfall auf 0,10 und 0,06 ohne die Ausbeuten zu verbessern. Der Aromatengehalt des Benzins ging hierbei bis auf 61 Vol.% zurück. Das Benzin von 3 Std.-Zyklus ist erheblich weniger flüchtig als das von den 1 und 2 Std.-Zyklen.

Die Phenolreduktion ist in 1 Std.-Versuchen nahezu vollständig (von 7,13 % auf 0,01 %).

Mit 10 % HF-behandelte  $\alpha$ -Tonerde ohne  $MeO_3$ -Zusatz gibt anfangs Benzin-Leistung 0,14, die nach Regeneration auf 0,10 absinkt.

Zusatz von 1 %  $CS_2$  zum Einspritzprodukt, sowie Entfernung der Phenole bewirken keine Änderung der Versuchsergebnisse.

Die Verluste durch Gas und  $H_2O$ -Abspaltung sind bei der  $MeO_3$ -freien Tonerde HF-behandelt etwas geringer als bei der  $MeO_3$ -haltigen, sie betragen 38,5 - 43 % bezogen auf Benzin + Verlust. Phenolreduktion ist schlecht, die Anfallprodukte haben

noch Phenolgehalt zwischen 2,1 und 3,49 %.

Mit 5 % HF-behandelte Tonerde gibt keine besseren Versuchsergebnisse als die mit 10 % HF-behandelte. Die Aromatisierungs-Rückführung von Kammer 501 (aus Schelvenener Sumpfhase-Mittelöl P 1271) mit nur 0,043 % Phenolen ist besser zu verarbeiten als das Gemisch aus P 1271 + Rückführung von Kammer 501.

Die mit 10 % HF-behandelte  $\alpha$ -Tonerde gibt Benzin-Leistung 0,24 in 1 Std.-Zyklus, doch ist die Vergasung mit 44 % bezogen auf Benzin + Vergasung auch hierbei noch untragbar hoch, wenn auch das Benzin einen sehr hohen Aromatengehalt hat (66 Vol.%).

Unbehandelte  $\alpha$ -Tonerde liefert mit Rückführung von Kammer 501 ein Abstreifer-Produkt mit nur 10,15 % Benzin (bis 160°) entsprechend einer Benzin-Leistung von 0,07. Hierbei beträgt die Vergasung aber nur 9 %.

gez. Free

Unter Mitarbeit von:

- Dr. Fürst
- Dr. Scheiner
- Dr. Dehn
- Dr. v. Fünex

Katalysator	$\alpha$ -Tonerde	dto	dto	dto	dto	$\alpha$ -Tonerde
Produkt	+10 HF	dto	dto	dto	dto	+10 HF
	+8 $MeO_3$					P 1271
	P1271					

Katalysator Produkt	a-Tonerde +10 HF +8 MoO <sub>3</sub> P1271 >160° +Ru.Ka.501 (1:1)	dto dto	dto dto	dto dto	dto dto	a-Tonerde +10 HF P 1271 >160° +Ru.Ka.501 (1:1)
Regeneration	0	1	3			
Temperatur	500°	500°	500°	450°	450°	500°
Durchsatz	1	1	1	0,5	0,5	1
1 Gas/1 Öl	700	700	700	1400	1400	700
Druck	45	45	45	45	45	45
Dauer	1	1	1	2	5	1
Benzin-Konz. (Abstreifer)	30,6	22,5	22,1	26,3	18,5	16,75
Benzin-Leistung	0,20	0,16	0,16	0,10	0,06	0,14
% Benzin - 160°	22,5	17,9	18,4	21,6	13,7	14,8
% >160°	50,9	61,8	64,7	60,6	60,4	73,9
% Ausb.a.flüss.KW. (ohne H <sub>2</sub> O)	73,4	79,7	83,1	82,2	74,1	88,7
<u>Benzin 160°</u>						
Spez. Gewicht	0,822	0,822	0,824	0,814	0,826	0,820
Anilinpunkt I	-24°	-20°	-24°	-14°	-18°	-7°
Anilinpunkt II	55°	53,5°	53,5°	54°	52,2°	54°
Vol.% Aromaten	68,5	66	68	61	64	58
Gew.% Aromaten	76,5	73,5	76	68	71	64
Beginn	48°	55°	59°	55°	73°	48°
- 70°	4,5	2,5	3,0	3,8	-	3,5
- 100°	22,0	17,5	18,0	23,0	6,0	14,0
- 120°	55,5	53,5	48,0	54,0	36,5	38,0
- 150°	93,5	92,5	86,0	90,5	87,5	83,0
Endpunkt	163°	167°	167°	167°	168°	169°
Jodsahl	7,75	6,8	9,75			
Oktan-Zahl (M)	87,4	82,9	83,4			
+ 0,12 Pb	-	-	91,2			
<u>Rückstand &gt;160°</u>						
Spez. Gewicht	0,940	0,924	0,934	0,944	0,930	0,934
Anilinpunkt	-33°	-29°	-29°	-38°	-26°	-26°
Beginn	177°	176°	175°	176°	178°	176°
- 200°	31,5	32,0	31,0	35,0	28,0	30,0
- 250°	71,5	73,0	73,0	79,0	70,0	72,5
- 300°	88,5	90,0	91,0	93,0	91,0	88,0
Endpunkt	360°	360°	350°	345°	360°	356°
% Phenole			0,01			3,49
Vers.No.	4317	4318	4320	4323	4324	1402

dto dto	dto dto	a-Tonerde +10 HF P 1271 >160° +Ru.Ka.501 (1:1)	dto dto	dto dto	160S <sub>2</sub> dto	phenol- frei dto	phenol- frei dto	a-Tonerde +10 HF Ru.v.Ka. 501	a-Tonerde Ru.Ka.501
450°	450°	500°	510°	500°	500°	500°	500°	500°	500°
0,5	0,5	1	1	1	1	1	1	1	1
1400	1400	700	700	700	700	700	700	700	700
45	45	45	45	45	45	45	45	45	45
2	5	1	1	1	1	1	1	1	1
26,3	18,5	16,75	14,45	11,5	11,45	11,25	15,5	32,1	10,15
0,10	0,06	0,14	0,13	0,10	0,10	0,10	0,12	0,24	0,07
21,6	13,7	14,8	13,2	10,6	10,6	10,4	12,8	25,7	10,0
60,6	60,6	73,9	78,5	81,9	81,8	82,2	70,0	54,0	89,0
82		88,7	91,7	92,5	92,4	92,6	82,8	79,7	99,0



dto dto	dto dto	a-Tonerde +10 HF P 1271 >160 +Ru.Ka.501 (1:1)	dto dto	dto dto	100S, dto dto	phenol- frei dto dto	phenol- frei dto dto	a-Tonerde +10 HF Ru.v.Ka. 501	a-Tonerde Ru.Ka.501
450° 0,5 1400 45 2	450° 0,5 1400 45 5	500° 1 700 45 1	510° 1 700 45 1	500° 1 700 45 1	500° 1 700 45 1	500° 1 700 45 1	500° 1 700 45 1	500° 1 700 45 1	500° 1 700 45 1
26,3 0,10	18,5 0,06	16,75 0,14	14,45 0,13	11,5 0,10	11,45 0,10	11,25 0,10	15,5 0,12	32,1 0,24	10,15 0,07
21,6 60 82	13,7 60 82	14,8 73,9 88,7	13,2 78,5 91,7	10,6 81,9 92,5	10,6 81,8 92,4	10,4 82,2 92,6	12,8 70,0 82,8	25,7 54,0 79,7	10,0 89,0 99,0
0,814 -14° 54° 61° 68° 55° 3,8 23,0 54,0 90,5 167	0,826 -18° 52,2° 64° 71° 73° - 6,0 36,5 87,5 168	0,820 -7° 54° 58° 64° 48° 3,5 14,0 38,0 83,0 169	0,822 -8° 53,5° 58° 64° 52° 3,5 14,5 38,0 77,5 169	0,818 -6° 54° 57° 62,5° 50,5° 2,5 10,5 35,0 88,5 164 41,8	0,820 -6° 53,5° 56° 62° 54° 2,0 10,5 39,0 86,0 167 44,8	0,808 -7° 54,5° 57° 63,5° 46,5° 4,0 17,0 45,5 89,5 164 23,7	0,816 -12° - - - 53° 3,0 15,0 41,0 82,0 173 20,6 82,0	0,826 -23,2° 5,5° 66° 74° 37° 7,5 37,5 57,0 89,0 168 8,8(4,4) 87,6 95,5	0,838 -20,5° - - - 96° - - 9,0 75,0 172 10,8
0,944 -38,2° 176° 35,0 79,0 93,0 345	0,930 -26° 178° 28,0 70,0 91,0 360	0,934 -26° 176° 30,0 72,5 88,0 356 3,49	0,932 -25° 175° 33,0 71,5 89,0 350 2,64	0,930 -23° 175° 32,5 73,5 90,0 354 2,32	0,930 -27° 175° 31,5 73,0 90,0 350 2,1	0,926 -25° 178° 27,0 70,0 89,0 350	0,920 -26° 172° 42,0 76,0 92,0 342	0,922 -33° 173° 48,5 85,0 94,0 360	0,902 -21° 174° 7,5 78,5 91,0 360
323	4324	1402	1403	1404	1405	1406	1408	3634	1400

TITELSEITE

5. Untersuchung eines Abschlammes aus Pechhydrierung  
Pöhlitz auf feste Aromaten.  
Determination of solid aromatics in a  
residue from pitch hydrogenation Pöhlitz.

Trans. No. 190 - 192

Hochdruckversuche  
Lu 558

190  
15. Juli 1941 Bös/Ki

⑤ Untersuchung eines Abschlammes aus Pechhydrierung Pöhlitz  
auf feste Aromaten.

Probe: Sendung vom 20.5.41, 100 kg Abschlamm aus Sumpffase,  
welcher bei der Pechverarbeitung bei höheren Konzen-  
trationen von Pech angefallen ist.

Der Abschlamm enthält:

{ 49,6 % Festes (Benzolunlösliches)  
{ 50,4 % Öl  
14,6 % Asche im Festen  
8,8 % s. Asphalt im Öl  
Öl Spes. Gewicht = 1,096/50°

Untersuchung auf feste Aromaten.

Zusammenfassung.

Der Abschlamm zeigt keine besondere Anreicherung an  
bestimmten festen Aromaten. Selbst von den Kohlenwasserstoffen,  
die sich bei den jetzt durchgeführten techn. Hydrierverfahren  
als besonders stabil erweisen, wie Carbasol, Pyren und Coronen,  
ist Carbasol nur wenig, Pyren fast gar nicht, Coronen nur in et-  
was größerer Concentration als in anderen Verflüssigungsölen  
vorhanden.

Die Untersuchung ergab folgendes:

- 1) Carbasol-Gehalt ca 0,2 % (bez. auf Gesamtabschlamm)

Das ist ungefähr dieselbe Menge, die auch sonst im Ver-  
flüssigungsöl aus Steinkohlenteerpech gefunden wurde.  
Das hier besonders Carbasol auftritt, liegt daran, daß  
Carbasol im Steinkohlenteerpech bereits vorhanden ist.

2) Pyren

Pyren, welches im Schweißöl der Kohleverflüssigung zu-  
weilen in der Größenordnung von 10 - 15 % (bez. auf Schweiß-  
öl) vorkommt und bei der fraktionierten Vakuumdestillation  
des Schweißöls als Gesamtmenge kristallin anfällt, wurde  
hier bei der gleichen Aufarbeitung nicht gefunden.

Das Auftreten von Pyren gerade in Kohlever-  
flüssigungsprodukten liegt wahrscheinlich darin begrün-  
det, daß das Pyrenmolekül in den Ausgangsprodukten vor-  
gebildet ist.

3) Coronen-Gehalt ca 1,5 % (bez. auf Gesamtabschlamm)

Bei der Vakuum-Destillation (ca 1 - 2 mm) des Abschlammes  
fällt zunächst ca 0,25 % Coronen an. Bei weiterer Er-  
hitzung des Rückstandes (Art Verschwelung) werden weitere  
1,25 % Coronen gewonnen. Hiervon wird ein Teil dieses  
Kohlenwasserstoffes bereits als solcher im Abschlamm ver-  
handen sein. Ein anderer Teil wird vielleicht durch die  
hohe Erhitzung des Rückstandes neu gebildet. Wie ja be-  
kannt, findet bei der Verschwelung von Hydrierungsrück-  
ständen eine Anreicherung von festen Aromaten im Schweißöl  
statt.

Coronen hat einen Schmelzpunkt von 432° (korr.)  
und einen Siedepunkt von 525° bei 760 mm. Da jedoch dieser  
Kohlenwasserstoff leicht sublimiert, geht er im allgemei-  
nen bei der Verschwelung von Hydrierungsrückständen zu-  
gleich mit der harzartigen Fraktion  $KP_{760} = \text{ca } 400 - 500^\circ$   
mit über, wobei das harzartige Öl das Coronen mehr  
oder weniger in Lösung hält.

Da im vorliegenden Abschlamm die harzartige Frak-  
tion  $KP_{760} = 400 - 500^\circ$  im Verhältnis zum Coronen re-  
lativ klein ist, so kristallisiert hier bei der Ver-  
schwelung der Kohlenwasserstoff in der Vorlage leicht  
aus und gibt leicht zu Verstopfungen Anlaß.

Die Untersuchung der Absetzungen aus dem Vorkühler  
des Schweißens (Pulitz) ergab folgende Zusammensetzung:

- ca 20 - 25 % Coronen
- ca 75 - 80 % hochsiedendes Harz.

- 3 -

Falls die Abtrennung des Coronens aus dem Reaktions-  
prozess keine besonderen Schwierigkeiten macht, würde sich die  
Gewinnung dieses Kohlenwasserstoffes sehr lohnen.

gez. Boente

Falls die Abtrennung des Coronens aus dem Reaktionsprozess keine besonderen Schwierigkeiten macht, würde sich die Gewinnung dieses Kohlenwasserstoffes sehr lohnen.

gez. Boente

TITLE PAGE

IV. Hochdruckversandlaboratorien: Miscellaneous  
Office Reports and Papers: Folder 1c:  
3-15/III- -9.

TITLE PAGE

1. Gewinnung von Mittels- und Schwerölfractionen  
aus Erdölrußdestillaten über Dehydrierungs-  
katalysatoren.  
Bulletin of middle and heavy oil  
fractions from crude oil pressure  
distillates over dehydrogenation  
catalysts.

Trans. No. 193 - 213

Spaltung von Mittelöl- und Schwerölfractionen aus Erdölruokdestillaten über Dehydrierungskontakten 1).  
(Nach Versuchen in 1-Ltr.-Öfen)

Zusammenfassung.

Mittelöl- und Schwerölfractionen aus Erdölruokdestillaten wurden bei 25 mV (476°) und 50 atm H<sub>2</sub>-Druck in 8-stündigen Zyklen über Dehydrierungskontakten (Tonerde-Mo fluoraktiviert, Tonerde-Mo-Ni, synthetischem Al-Silikat) spaltend verarbeitet. Daneben wurden einige Versuche mit längeren Zyklen unter Vorfahren der Temperatur im Versuchsverlauf durchgeführt.

Aus Mittelölen wurden mit Tonerdekontakten 55-60 % Benzin bis 200° im flüssigen Anfall bei 21-32 % Verlust (Vergasung + Koks) bezogen auf Benzin + Verlust, mit Al-Silikat 20-30 % Benzin bei 30-37 % Verlust erhalten. Die bei 140° Endpunkt abgeschnittenen Benzine enthielten etwa 20 % Aromaten und waren nur im Falle des wasserstoffärtesten Ausgangsöles als 87er-Benzine knapp ausreichend. Die Spaltung nahm im allgemeinen mit dem Wasserstoffgehalt der Ausgangsöle zu. Die B-Mittelöle hatten einen etwa 20° tieferen Anilinpunkt als die Ausgangsöle.

Aus Schwerölen wurden mit geringer Abhängigkeit vom Ausgangsöl im flüssigen Anfall 20 - 30 % Benzin - 200° mit sehr schlechter Jodzahl und 30-40 % Mittelöl - 350° vom Anilinpunkt 30-50° bei einem Verlust von durchschnittlich 25-35 % bezogen auf Benzin + Verlust bzw. 15 % auf Bi + Mi. + Verlust erhalten. Die Koks-mengen waren mit durchschnittlich 1 % auf Einspritzung niedriger als in früheren Versuchen mit Rohölen.

Sämtliche Versuche verliefen unter Wasserstoffverbrauch.

1) Zugleich 4. Bericht über Verarbeitung von Mittelölen über Dehydrierungskontakten.

19465

Die gleichzeitige Verarbeitung von Mittel- und Schweröl liefert etwa die Zahlen, die nach der getrennten Verarbeitung beider Fractionen zu erwarten waren.

Die B-Produkte lassen sich wesentlich schlechter verarbeiten als die Ausgangsöle, sodass ihre Rückführung nicht in Frage kommt.

Die gleichzeitige Verarbeitung von Mittel- und Schweröl liefert etwa die Zahlen, die nach der getrennten Verarbeitung beider Fraktionen zu erwarten waren.

Die B-Produkte lassen sich wesentlich schlechter verarbeiten als die Ausgangsöle, sodaß ihre Rückführung nicht in Frage kommt.

Der Silikatkontakt ergab ein stärker ungesättigtes Benzin und höheren Verlust (Gas + Koks) bezogen auf Benzin + Verlust als die Tonerdekontakte. Der Ni-haltige Tonerdekontakt ergab bei im allgemeinen dem fluoraktivierten Kontakt ähnlichem Verhalten aus Schwerölen den geringsten Schwerölrückstand (5 %) im Abstreifer; der Ni-haltige Kontakt wäre dem fluoraktivierten Kontakt auch deshalb vorzuziehen, weil letzterer beim Ausbau eine ungenügende Festigkeit (infolge der Fluoraktivierung ?) zeigte und offenbar auch nicht abklingsfest war, sodaß eine öftere Nachaktivierung erforderlich wäre.

Beschreibung der Versuche.

Benzinfreie Druckdestillate aus 3 Erdölen von verschiedenem Wasserstoffgehalt (Reitbrock, Pechelbronn, Lagunillas) wurden in Mittelöl bis 350 bzw. 325° und Schweröl über 350 bzw. 325° zerlegt. Die Fraktionen wurden getrennt in 1-Ltr.-Öfen über 3 verschiedene Dehydrierungskontakte verarbeitet und zwar im allgemeinen unter folgenden Bedingungen:

Gerader Durchgang, ohne Gaskreislauf

50 atm H<sub>2</sub>-Druck

Temperatur 25 mV (476°)

Durchsatz 0,5 kg/Ltr. Kontakt und Stunde

2 cbm Gas/kg Öl

Zykluslänge 3 Stunden.

Daneben wurden einige 30-36 Stunden-Dauerversuche ausgeführt, bei denen die Temperatur entsprechend dem Abklingen der Kontakte nach je 8 - 12 Stunden erhöht wurde (zum Beispiel von 23 über 24 auf 25 mV). In einem Falle wurde durch Versuche bei 25 und 50 atm die Druckabhängigkeit der spaltenden Dehydrierung einer Schwerölfraction untersucht. Die gleichzeitige Verarbeitung von Mittelöl und Schweröl in einem Arbeitsgang wurde mit ihrer getrennten Verarbeitung verglichen. Schließlich wurden aus dem B-Produkt der Schwerölidehydrierung Mittelöl und Schweröl herausdestilliert und erneut getrennt über den Dehydrierungskontakt gefahren, um Anhaltspunkte über die Möglichkeit einer Rückführung dieser Fraktionen zu gewinnen. Die meisten Versuche wurden mit dem Druckdestillat aus Reitbrocköl ausgeführt.

Es wurden folgende Kontakte verwendet:

- 1) Kontakt 7935 (Technische Charge Versuch 1-5) = aktive Tonerde (bei pg 7 gefällt nach Dr. v. Fünser) + 55 g MoO<sub>3</sub>/Ltr. Über die Dehydrieraktivität dieser Kontaktcharge gegenüber Benzinen die mit den guten technischen Chargen von Kontakt 7360 vergleichbar war, wird in anderen Zusammenhang berichtet. Der Kontakt war in einer Serie von Benzinversuchen bereits 19 mal regeneriert, ehe die hier beschriebenen Versuche mit ihm begonnen wurden. Zunächst wurden 2 Versuche mit Schweröl aus Reitbrock unter den oben angegebenen Standardbedingungen durchgeführt; dann wurden



in 2 weiteren Versuchen unter sonst gleichen Bedingungen 0,5 bzw. 1,0 Iylohexafluorid zur Einspritzung zugefahren, um die Spaltaktivität des Kontaktes zu erhöhen, da dieses Verfahren bzw. eine Flußsäurebehandlung des Kontaktträgers sich bei der dehydrierenden Spaltung von Mittelölen und bei der Aromatisierung mit Tonerdekontakten früher als sehr wirkungsvoll erwiesen hatte (vgl. Ber. 18 6741 v. 19. Mai 1941 und Ber. 19 1841 v. 1. Sept. 1941 v. Dr. Reitz). Dieses Zufahren von Fluorid hatte hier aber keinen sichtbaren Erfolg, möglicherweise weil bei der Schweröldehydrierung die Kontaktoberfläche bzw. ihre aktiven Stellen rasch mit Koks blockiert werden. In einem weiteren Versuch wurde daher ein Benzin mit 2 % Fluorid 8 Stunden lang bei 25 mV, bei welcher Temperatur noch keine wesentliche Koksabscheidung stattfindet, über den Kontakt gefahren. Die hierdurch erzielte Erhöhung der Spaltaktivität des Kontaktes war deutlich, aber nicht allzu groß. Ob und wie weit sie im Verlauf der weiteren Versuche wieder zurückging, wurde daher nicht näher geprüft.

Über ähnliche Versuche zur Dehydrierung von Mittel- und Schwerölen, die mit dem gleichen Kontakt im 10-Ltr.-Ofen mit Gaskreislauf ausgeführt wurden, wird getrennt berichtet.

- 2) Kontakt 7846 (aktive Tonerde, 10 %  $\text{MgO}$ , 3 %  $\text{SiO}_2$ ).
- 3) Kontakt 6752 (Synthetisches Aluminiumsilikat)

Die meisten Versuche wurden mit Kontakt 7935 durchgeführt.

Zu den Tabellen.

Tabelle 1 enthält die verwendeten Einspritzprodukte und zwar von den benzinfreien Kohölen ausgehend den Druckdestillationsrückstand und die Destillationsbilanz der Zerlegung der Druckdestillate in Mittelöl- und Schwerölfraction, sowie die Untersuchungen dieser Fraktionen einschließlich C und H-Bestimmung.

Tabelle 2 enthält die Mittelölversuche und zwar Versuchsbedingungen, Aufteilung des Gesamtanfalles in Benzin, Mittelöl, Gas und Koks, Vergasung + Koks bezogen auf Benzin bis 200° und (bei einem Teil der Versuche) eine kleine Untersuchung des Gesamtanfalles.

Tabelle 3 enthält die großen Produktuntersuchungen zu den Mittelölversuchen von Tabelle 2 mit Zerlegungen in Benzin und Rückstand. Das Benzin wurde meist bei 200° Endpunkt abgeschnitten, in einem Fall auch bei 170°, um seine Eignung als Ausgangsstoff für eine Benzindehydrierung zu erkennen. In einigen Fällen wurde auch eine L-Benzinfraktion mit 140° Endpunkt untersucht und zwar entweder neben einer Untersuchung des Gesamtbenzins - 200° oder neben der Fraktion von 140 - 200°.

Tabelle 4 enthält die Schwerölversuche entsprechend Tabelle 2 sowie einen Versuch mit einer Mischung aus Schweröl + Mittelöl 1:2. Da nicht in allen Fällen eine Zerlegung der anfallenden Produkte vorgenommen wurde, wurde bei einigen Versuchen die Aufteilung des Gesamtanfalles in Benzin, Mittelöl und Schwerölrückstand der Abstreifersiedekurve entnommen. Da hierbei die mittlere Fraktion etwas zu groß erscheint, mußten kleine Korrekturen angebracht werden, deren Größe den übrigen Versuchen entnommen wurde, bei denen neben der Abstreifersiedekurve die Daten über die Kolonnenzerlegung vorliegen (vgl. auch Ann. Tab. 4). Als Unterlagen für die Dehydrierbarkeit der Benzine sind die Anilinpunkte bis und über 170° angegeben.

Tabelle 5 enthält die großen Produktuntersuchungen zu einem Teil der Versuche von Tabelle 4 mit Kolonnenzerlegung in Benzin - 200°, Mittelöl bis 350° und Rückstand. In 2 Fällen wurde auch eine L-Benzinfraktion mit Endpunkt 140° gesondert untersucht.

Tabelle 6 enthält den chemischen Wasserstoffverbrauch bei den einzelnen Versuchen.

Ergebnisse der Versuche.

I. Spaltung der Mittelölfractionen.

Ergebnisse der Versuche.

I. Spaltung der Mittelölfractionen.

a) Versuche mit Kontakt 7935.

Der Kontakt war in einigen vorangegangenen Schwerölversuchen mit Fluor aktiviert worden, sodaß die Ergebnisse mit früheren mit Kontakt 8147 verglichen werden können, der allerdings etwa die anderthalbfache Menge H<sub>2</sub> und vermutlich auch etwas mehr Fluor enthielt als der jetzige <sup>1)</sup>. Die hier bei 25 atm und 50 atm erhaltenen Benzine bis 200 machen 33 bis 61 % des flüssigen Anfalls aus bei einem auf Benzin bezogenen Verlust (Vergasung + Koks) zwischen 21 und 32 %. Die Spaltung ist danach hier wesentlich niedriger als bei dem früheren Kontakt unter gleichen Fahrbedingungen (auch unter Berücksichtigung, daß damals andere Produkte verarbeitet wurden) bei gleichzeitig höherer Vergasung (auf Benzin bezogen) und anscheinend auch höherer Koksabildung. Die L-Benzinfraktionen erreichen nur im günstigsten Fall (mit P 1338 - Mittelöl) die Qualität von 87er Benzinen, da man berücksichtigen muß, daß die gefundenen Oktanzahlen von 74 M.M./92 M.M. + 0,12 Pb für unstabiliertes Benzin mit einer anscheinend größeren Menge an gelösten Ethen gelten. Die % bis 100° würden bei Stabilisation wohl einigermaßen in Ordnung kommen.

Zur Berücksichtigung des Einflusses des Ausgangsmaterials wurden die Ergebnisse in Kurvenblatt 1 in Abhängigkeit vom Anilinpunkt des Ausgangsöles aufgetragen. Die Abhängigkeit von letzterem, die früher bei sehr starker Variation des Anilinpunktes klar zum Vorschein kam (vgl. Ber. 3), ist hier bei einer in engeren Grenzen liegenden Variation (+ 43 bis + 66) nicht so klar zu erkennen. Bei genauerer Betrachtung der Ergebnisse erhebt sich allerdings der Verdacht, daß die Abhängigkeit hier von einem gewissen Kontaktabklingen durch Fluorschwund (vgl. weiter vorn) überlagert und verwischt wird. Insbesondere könnte die wesentlich geringere Spaltung bei P 1433 - M'Öl verglichen mit dem P 1338 - M'Öl von sehr

1) Vgl. Ber. 18 6741 v. 19. Mai 1941 und Ber. 19 1691 v. 28. Aug. 1941 „Über die Verarbeitung von Mittelölen über Dehydrierungskontakten II und III“, im folgenden als Ber. II bzw. III zitiert.

ähnlichem Anilinpunkt s.T. auf Abklingen zurückzuführen sein, da der Versuch mit P 1433 als letzter, der mit P 1338 als erster der Versuchsreihe durchgeführt wurde. In großen Zügen geht die Spaltung und damit auch die Menge der leichten Anteile im Benzin mit sinkendem Anilinpunkt des Ausgangsöles zurück. Auf gleiche Siedekurve bezogen wurden aus den wasserstoffärmeren Ausgangsölen Benzine von besserer Qualität erhalten als aus wasserstoffreicheren. Der Anilinpunkt des B-Mittelöls war in allen Versuchen gegenüber dem des Ausgangsöles um jeweils den gleichen Betrag (etwa 25°) erniedrigt, sodaß die Verhältnisse für eine Rückführung des B-Mittelöls ungünstig liegen. Auch ein B-Mittelöl aus der Verarbeitung von P 1338 Druckdestillat > 350 über den gleichen Kontakt (Versuch v. 29.7. ) war infolge seines niedrigen Wasserstoffgehaltes nur schlecht zu verarbeiten. Diese Ergebnisse entsprechen den früher erhaltenen. Eine Abhängigkeit der auf Benzin bezogenen Vergasung vom Ausgangsöl ist hier nicht ohne weiteres zu erkennen, da die erhaltenen Benzine in ihrer Siedekurve schlecht vergleichbar waren.

Der Vergleich der beiden ersten Versuche der Tabelle 2 bzw. 3 mit P 1338-Mittelöl bei 25 und 50 atm H<sub>2</sub>-Druck unter sonst gleichen Bedingungen zeigt erneut, daß für die dehydrierende Spaltung

Ähnlichen Anilinpunkt s.T. auf Abklingen zurückzuführen sein, da der Versuch mit P 1433 als letzter, der mit P 1338 als erster der Versuchsreihe durchgeführt wurde. In großen Zügen geht die Spaltung und damit auch die Menge der leichten Anteile im Benzol mit sinkendem Anilinpunkt des Ausgangsöles zurück. Auf gleiche Siedekurve bezogen wurden aus den wasserstoffärmeren Ausgangsölen Benzine von besserer Qualität erhalten als aus wasserstoffreicheren. Der Anilinpunkt des B-Mittelöls war in allen Versuchen gegenüber dem des Ausgangsöles um jeweils den gleichen Betrag (etwa 250°) erniedrigt, sodass die Verhältnisse für eine Rückführung des B-Mittelöls ungünstig liegen. Auch ein B-Mittelöl aus der Verarbeitung von P 1338 Druckdestillat > 350 über dem gleichen Kontakt (Versuch v. 29.7.) war infolge seines niedrigen Wasserstoffgehaltes nur schlecht zu verarbeiten. Diese Ergebnisse entsprechen den früher erhaltenen. Eine Abhängigkeit der auf Benzol bezogenen Vergasung vom Ausgangsöl ist hier nicht ohne weiteres zu erkennen, da die erhaltenen Benzine in ihrer Siedekurve schlecht vergleichbar waren.

Der Vergleich der beiden ersten Versuche der Tabelle 2 bzw. 3 mit P 1338-Mittelöl bei 25 und 50 atm  $H_2$ -Druck unter sonst gleichen Bedingungen zeigt erneut, daß für die dehydrierende Spaltung von Mittelölen ein  $H_2$ -Druck von 50 atm günstiger ist als ein niedrigerer. Die Spaltung war bei 50 atm erheblich stärker als bei 25 atm, die Jodzahl des Benzins war erheblich besser, während die sonstigen Unterschiede geringer sind.

Der Kontaktaufbau zeigte ein unbefriedigendes Bild. Die Kontaktpillen hatten erheblich an Festigkeit eingebüßt und größere Mengen Abrieb ergeben. Diese Erscheinung ist möglicherweise auf die Fluorierung während des Betriebes des Kontaktes im Wechsel mit den Kontaktregenerationen zurückzuführen. Daneben scheint ein ungünstiger Einfluß der Schwerölverarbeitung auf die Kontaktfestigkeit nicht ausgeschlossen. Im ganzen müssen die Versuche zur Mittelölsdehydrierung über Kontakt 7935 mit Fluorierung während des Betriebes als nicht befriedigend bezeichnet werden.

b) Ein Versuch mit Kontakt 7846.

Ein Versuch mit Kontakt 7846 (aktive Tonerde Oppau, 10 %  $MoO_3$ , 3 %  $NiO$ ) unter Verwendung von P 1338-Mittelöl als Ausgangsmaterial ergab fast die gleichen Zahlen wie der entsprechende Versuch mit dem fluoraktivierten Kontakt 7935 und zeigt, daß zur Erhöhung der Spaltaktivität Fluor durch Nickel bei eventuell etwas erhöhtem Mo-Gehalt ersetzt werden kann. Der Ni-haltige Kontakt hat dabei den Vorteil größerer Abklingbeständigkeit, ferner ist ein Rückgang der Festigkeit bei ihm nicht zu erwarten.

Im Einzelnen gab der Ni-haltige Kontakt etwas weniger Benzol und etwas kleineren Verlust (Vergasung + Koks) bezogen auf Benzol - 200° (29,5 gegen 32 %) bei etwas weniger leichten Anteilen im Benzol. Anilinpunkt, Aromatengehalt, Oktanzahlen und Jodzahlen der mit beiden Kontakten erhaltenen Benzine stimmten praktisch überein. Ob bei dem Ni-haltigen Kontakt die Koksbildung tatsächlich höher ist, wäre nachzuprüfen.

c) Versuche mit Kontakt 6752.

Der Krockontakt 6752 (Synthet. Aluminiumsilikat), der mit P 1338- und mit P 1450-Mittelöl geprüft wurde, gab unter gleichen Bedingungen geringere Spaltung als die Tonerdekontakte (29 gegen 47 % bzw. 32 gegen 51 %); die Vergasung ist, auf Benzol bezogen, höher, die Benzine enthalten etwas mehr Aromaten und haben eine sehr schlechte Jodzahl. Auf Grund der hohen Vergasung kommt der Kontakt für die Mittelölsdehydrierung nicht in Frage. Im Laufe eines Dauerversuches, in dem die Spaltung durch Nachfahren der Temperatur etwa konstant gehalten wurde, stieg die Vergasung nicht weiter an. Der Versuch zeigt unter anderem, daß bei den 6-stündigen Versuchszyklen die Koksbildung im allgemeinen zu hoch bestimmt wird.

## II. Spaltung der Schwerölfractionen.

### a) Versuche mit Kontakt 7935.

Die Ergebnisse der Versuche, die nach Fluorierung des Kontaktes 7935 ausgeführt wurden, sind in Kurvenblatt 2 in Abhängigkeit von Ausgangsöl aufgetragen, wobei die Ausgangsöle nach ihrem Wasserstoffgehalt geordnet sind. Die Reihenfolge stimmt dabei mit der der nach den Anilinpunkten geordneten Mittelöle überein. Da mit P 1450-Druckdestillat >350° nur ein Dauerversuch mit niedrigerer Anfangstemperatur vorlag, mussten die dabei erhaltenen Zahlen unter Heranziehung des entsprechenden Dauerversuches mit P 1338-Druckdestillat >350 für eine 8-stündige Fahrperiode bei 25 mV umgeschätzt werden. Aus dem Kurvenblatt erkennt man, daß die Spaltung bei den verschiedenen Ölen praktisch gleich ist, mit Ausnahme des wasserstoffarmen Rückführungsschweröles aus P 1338 Druck-Destillat >350, das sich erheblich schwerer spalten läßt. Letzteres Ergebnis bedeutet, daß ebenso wie bei der Mittelölverarbeitung ein Fahren mit Rückführung praktisch nicht in Frage kommen dürfte. Bei den anderen Ölen werden in flüssigen Anfall rund 35 % Benzine - 200°, über 40 % Mittelöl - 350° neben etwas über 20 % Schwerölrückstand erhalten. Die Vergasung steigt dabei sowohl bezogen auf den Gesamtanfall wie auf Benzine mit dem Wasserstoffgehalt des Ausgangsöles. Die Benzine bis 200° haben etwa 30 % bis 100°, 20 % Aromaten und 0,5. Ester 60 bei sehr schlechten Jodzahlen. Die Anilinpunkte der Mittelölfraktionen liegen rund 20° tiefer als die der jeweils entsprechenden A-Mittelöle; für ihre Verwendung als Dieselöle wären ihre Cetanzahlen nicht ganz ausreichend, die Cetanzahlen könnten aber etwa durch Zuzug von Anteilen der wasserstoffreicheren A-Mittelöle in Ordnung gebracht werden. Eine Benziniierung der Mittelölfraktionen, eventuell nach Vorhydrierung oder Säurewäsche, soll gelegentlich versucht werden. Die Schwerölrückstände sind ebenfalls erheblich dehydriert. Die Koksbildung war mit grösserer Ordnungsmässigkeit 1 % auf Einspritzung erheblich niedriger als in früheren Versuchen mit Schwerölfractionen aus Rohölen (vgl. etwa Ber. 170591 v. Dr. Reitz vom 9.12.40), was bedeutet, daß die hier herausgenommener Asphalte bei den früheren Versuchen nicht gespalten, sondern verkokt wurden. Eine Druckdestillation (oder Vakuumdestillation) der Rohöle vor ihrer dehydrierenden Verarbeitung über fest angeordneten

Kontakt scheint danach unangänglich, falls es sich nicht um ganz besonders asphaltarme Öle handelt.

b) Ein Versuch mit Kontakt 7946.

Kontakt scheint danach unzugänglich, falls es sich nicht um ganz besonders asphaltarme Öle handelt.

b) Ein Versuch mit Kontakt 7846.

Im Gegensatz zu dem entsprechenden Mittelölversuch, in welchem sich dieser Kontakt dem fluorierten 7935 etwa gleichwertig gezeigt hatte, war er in einem Schwerölversuch letzterem deutlich überlegen, indem er etwas mehr Benzin (35 gegen 32 % vom Gesamtanfall) und sehr viel weniger Rückstand > 350 (5% gegen 19%) ergab. Der Ni-haltige Kontakt hydrierte etwas stärker (17,5 % Aromaten im Benzin bis 200° gegen über 23 %, weniger Ungesättigte und B-Mittelöl - A.P. + 39° gegen + 34, höhere Oktanzahl).

Die übrigen Ergebnisse waren bei beiden Kontakten ähnlich.

c) Versuche mit Kontakt 6752.

Entsprechend wie bei den Mittelölversuchen war hier die Spaltung etwas schlechter und der Verlust bezogen auf Benzin - 200 + Verlust höher als bei den Tonerdekontakten. Beim Vergleich der beiden mit verschiedenen Schwerölen ausgeführten Versuche fällt auf, daß mit dem wasserstoffreicheren Ausgangsöl eine schlechtere Spaltung, mehr Aromaten und mehr Ungesättigte im Benzin erhalten werden, als mit dem wasserstoffärmeren Ausgangsöl. Auf Grund des hohen Aromaten- und Ungesättigtengehalt hatte das aus P 1450-Schweröl erhaltene Benzin - 200° gute Oktanzahlen (Res.-Meth. 80,5, Mot.-Meth. 72). Die Kokebildung bezogen auf Einspritzung war bei dem Silikatkontakt mit 2-2,5 % anscheinend höher als bei den Tonerdekontakten, die dem Silikatkontakt somit ebenso wie bei der Mittelölverarbeitung auch hier in den wesentlichen Punkten überlegen waren.

### III. Gleichzeitige Verarbeitung von Mittel- und Schweröl.

In einem orientierenden Versuch (vgl. Tab. 4) mit Kontakt 7995 und einer Mischung Mittelöl : Schweröl aus P 1338 Druckdestillat wie 1 : 1, also mit einer Mischung, die mehr Mittelöl enthielt als das Originaldruckdestillat, wurden, unter Berücksichtigung des Umstandes, daß der Kontakt seine durch Fluor erhöhte Aktivität anscheinend schon wieder zum großen Teil verloren hatte, etwa die Zahlen erhalten, wie sie aus der getrennten Verarbeitung von Mittelöl und Schweröl zu erwarten sind.

### IV. Wasserstoffverbrauch (vgl. Tab. 6).

Der chemische Wasserstoffverbrauch bewegte sich bei den Versuchen für Mittelöle zwischen 60 und 200 Ltr. und für Schweröle zwischen 100 und 275 Ltr./kg Einspritzung. Bei den Schwerölen ist er bei gleicher prozentualer Spaltung bei wasserstoffärmeren Ausgangsölen höher als bei wasserstoffreichen und bei Tonerdekontakten offenbar höher als bei Al-Silikat. Bei Mittelölen scheinen die gleichen Gesetzmäßigkeiten vorzuliegen, sind hier aber weniger deutlich. Auch bei 25 atm erfordert die Mittelölspaltung noch einen geringen Wasserstoffverbrauch. Bei der Unsicherheit der Bilanzierung von Kleinversuchen geben die berechneten Zahlen nur die Größenordnung des Wasserstoffverbrauches wieder.

### V. Kontaktabklingen während der einzelnen Zyklen.

Für die Versuche mit längerer Zyklusdauer sowie für die Schwerölversuche mit Kontakt 6752 und Kontakt 7846 sind auf Kurvenblatt 3 die am Ofen stündlich ermittelten spezifischen Gewichte des Anfalles und die über 8 Stunden im Durchschnitt ermittelten Vergasungen und Bennisprocente aufgetragen. Die Kurven zeigen, daß die Tonerdekontakte bei der Schwerölverarbeitung in den beiden ersten Stunden eine hohe Aktivitätsspitze aufweisen, nach deren Abklingen sie relativ konstant arbeiten. Der Verlust, bezogen auf Bennis + Verlust, stieg bei den zur Konstanthaltung der Spaltung vorgenommenen Temperaturerhöhungen stark an, sodaß längere Ver-

suchszyklen ungünstig werden.

Das Al-Silikat zeigt mit Schwerölen eine noch höhere Anfangsaktivität und noch schnelleres Abklingen als die Tonerdekontakte. In dem Dauerversuch mit Al-Silikat und Mittelöl war kein Ansteigen des allerdings von Anfang an schon sehr hohen Verlustes bei Temperaturerhöhung festzustellen. Zusammenfassend ist festzustellen, daß die Tonerdekontakte längere Zyklen erlauben als Al-Silikat.

gez. Reitz

Gemeinsam mit:

Dr. Demuth  
\* Kromm  
\* Schiffmann  
\* Fürst  
\* Meier  
\* Dehn.

