

Qualitäts- und Leistungsdaten

Umstellung einer Steinkohlehydrogenanlage von 200 000 Jahre Aromensa auf die Erzeugung von Pils-
gerbenzin O.2.87 oder auf die Erzeugung von aromatischem Kohlendioxidgas (50 Vol.-% Arom.)

Herstellung bei Druck	atm	Anzahl	Pufferleistung	Kohlendioxidgas (O.2.87)		Aromatisierung	Densifizierung + DHD-Verf.
				g	kg		
aus Kohle	200 000	300	200 000	166 000	170 000 ¹⁾	157 000	
aus Kohle	6 100	15 700	15 700	2 800	4 000	10 400	
Leistungsdaten in % zur Gasproduktion	3	7,6	1,7	2,3	6,2		
Leistungsdaten bezogen auf:							
Leistungsdaten bei Aromatisie- rung n. 200	100	225	46	65	170		
Leistungsdaten bei Pilsgerbenzin O.2.87-Kohlendioxid-100	45	100	23	29	76		

1) Umwandlung nach Verfahren Nr. 174 000 + 414 45 Vol.-% Arom.

Vergleich von Restbenzin.

- 1) aus Aromatisierungsbenzin (300 atm) von Steinkohle (=GV₂b)
- 2) aus DHD-Benzin aus Steinkohle (= 4075 H)

Restbenzin aus:	GV ₂ b	4075 H
spez. Gewicht	0.744	0.703

Quelle 3

618

Aut. 3
618

Vergleich von Restbenzinen.

- 1) aus Aromatisierungsbenzin (300 atm) von Steinkohle (=GV₂b)
- 2) aus DHD-Benzin aus Steinkohle (= 4075 H)

<u>Restbenzin aus:</u>	<u>GV₂b</u>	<u>4075 H</u>
spez. Gewicht	0.744	0.705
Siedekurve:		
% - 70°C	15	32
% - 100°C	44	80
% - 150°C	84	98
Endpunkt °C/%	168/97	150/98
Oktanzahl:		
Meternethode	63	74
Meternethode + 0,12 Vol.% Blei	83	90
Oktanzahl Meternethode der Anteile		
bis 100°C	76	78
über 100°C	91	96

Oktanahl und Zusammensetzung von Leichtbensinen

(-110°C) aus verschiedenen Rohstoffen.

(geschätzt auf gleiche Siedekurve (3% -70°C)
und auf gleichen Dampfdruck (0,5 atm)

Leichtbenzin aus	Vorhydrierung +Benzinierung von Steinkohlen- teeröl	Vorhydrierung +Benzinierung von Steinkohlenverflü- sigungsmittelöl	Benzinierung von Steinkohlenverflü- sigungsmittelöl	Benzinierung von Braunkohle- verflüssi- gungsmittelöl
Oktanahl (Meterneth.) ¹⁾	78,5	78	79	78
Zusammen- setzung:				
% Paraffine	34	40	48	34
% Naphthene	60	54	51	44
% Aromaten+ Olefine	6	6	1	2

1) nach Zusatz von 0,12 Vol.-% Bleitetraäthyl
beträgt die Oktanahl (Meternethode) bei
allen Bensinen etwa 92-94.

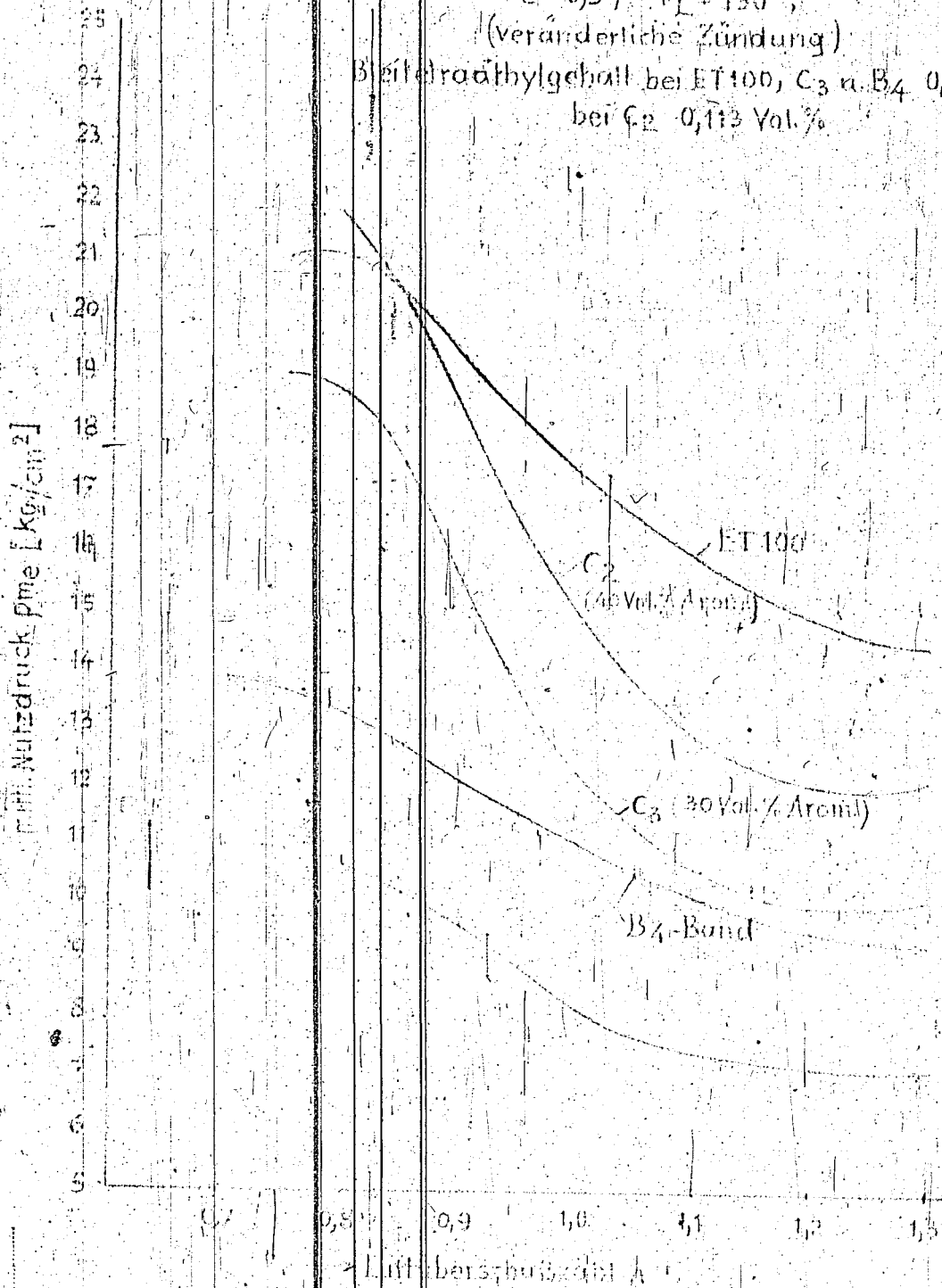
Wichtigste Daten von "Alkoholbensinen"

E.P. 175°C und E.P. 110°C.

	Alkoholbensine	
	E.P. 175°C	E.P. 110°C
spez. Gewicht/15°C	0,695	0,672
Siedekurve		
% - 70°C	10	39
% - 90°C	41	85
% - 100°C	57	95
% - 150°C	92	-
Endpunkt °C/%	175/97,5	106/98
Oktanahl		
Meternethode	76	79
Meternethode+0,12 Vol.-% Blei	96	etwa 99
Zusammensetzung:		
% Paraffine	96	97
% Naphthene	4	3
% Aromaten+ Olefine	0	0

Verlauf der Kennlinienkurven von Isooktans 621
 Aromal: bei C_2 (mit 40 Vol.% Arom.), C_3 (mit 30 Vol.%
 Arom.) u. B_4 - Kraftstoff.

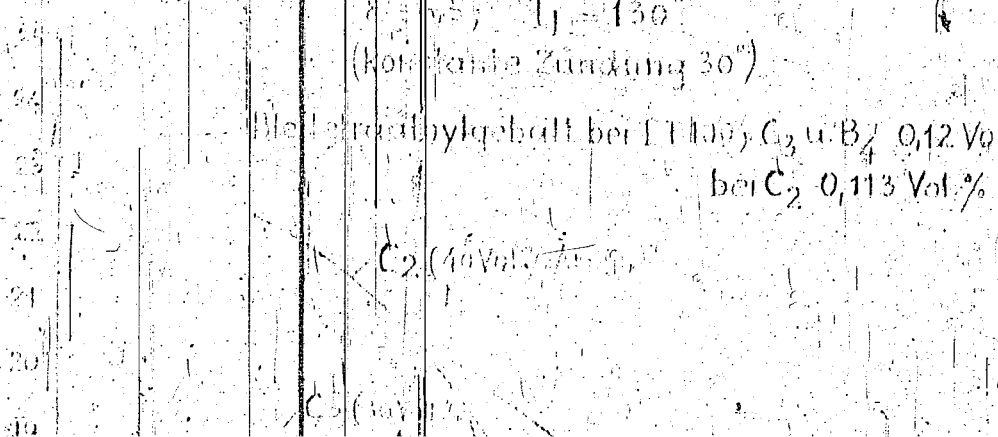
Kennlinienkurven am BMW 132 N (DVL-Versuche)
 $\epsilon = 6,5$; $\beta_L = 130^\circ$
 (veränderliche Zündung)
 Bleiäthylgehalt bei ET 100, C_3 u. B_4 0,12 Vol.-%
 bei C_2 0,113 Vol.-%



21A)

Verlauf der Kennlinienkurven von Isooktans
 Aromal: bei C_2 (mit 40 Vol.% Arom.), C_3 (mit 30 Vol.%
 Arom.) u. B_4 - Kraftstoff.

Kennlinienkurven am BMW 132 N (DVL-Versuche)
 $\epsilon = 6,5$; $\beta_L = 130^\circ$
 (konstante Zündung 30°)
 Bleiäthylgehalt bei ET 100, C_3 u. B_4 0,12 Vol.-%
 bei C_2 0,113 Vol.-%



11A)

Verlauf der Klopfgrenzkurven von Isooktän,
 Aromatisches Benzin C₂ (mit 40 Vol% Arom.), C₃ (mit 30 Vol%
 Arom.) u. B₄ Kraftstoff.

Klopfgrenzkurven am BMW 132 M (DVL-Versuche)
 n = 5500 U/min, T_z = 130°
 (konstante Zündung 30°)

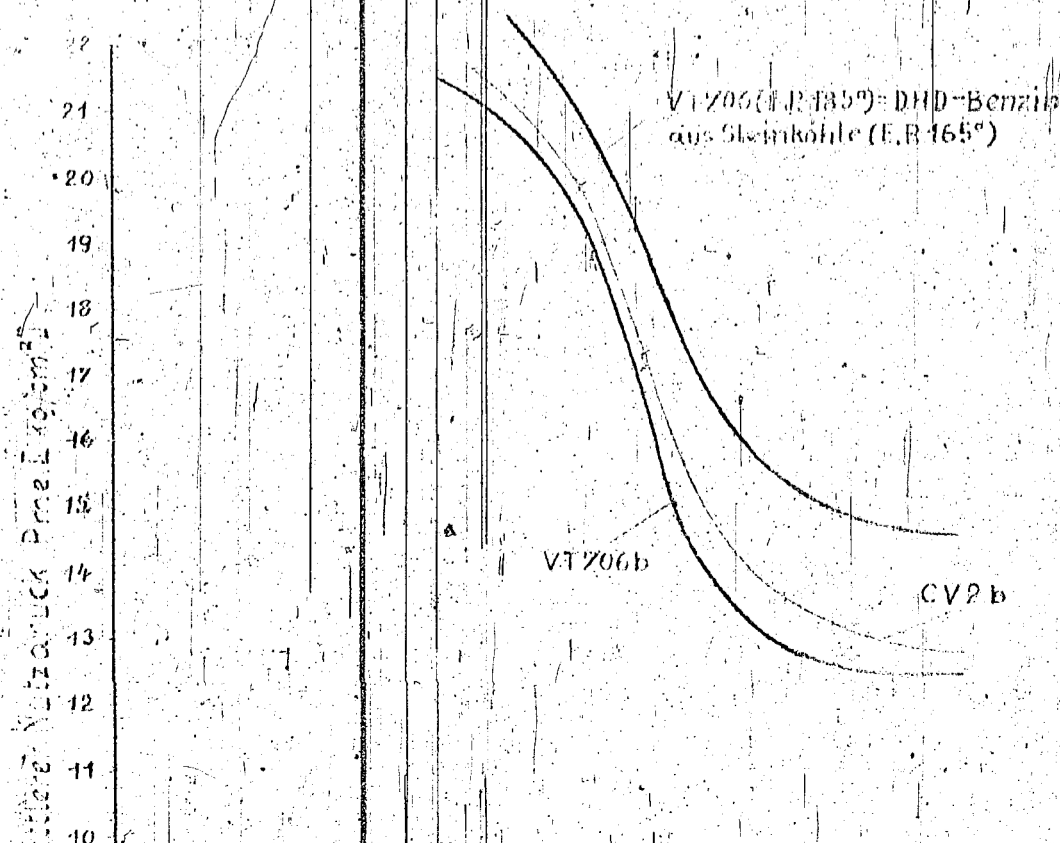
Methanolyolgehalt bei ET 100, C₃ u. B₄ 0,12 Vol.-%
 bei C₂ 0,113 Vol.-%



Vergleich von Aromatischem u. DHD-Benzin

Klopfgrenzkurven am BMW 132 M (nach DVL-Versuchen) 622

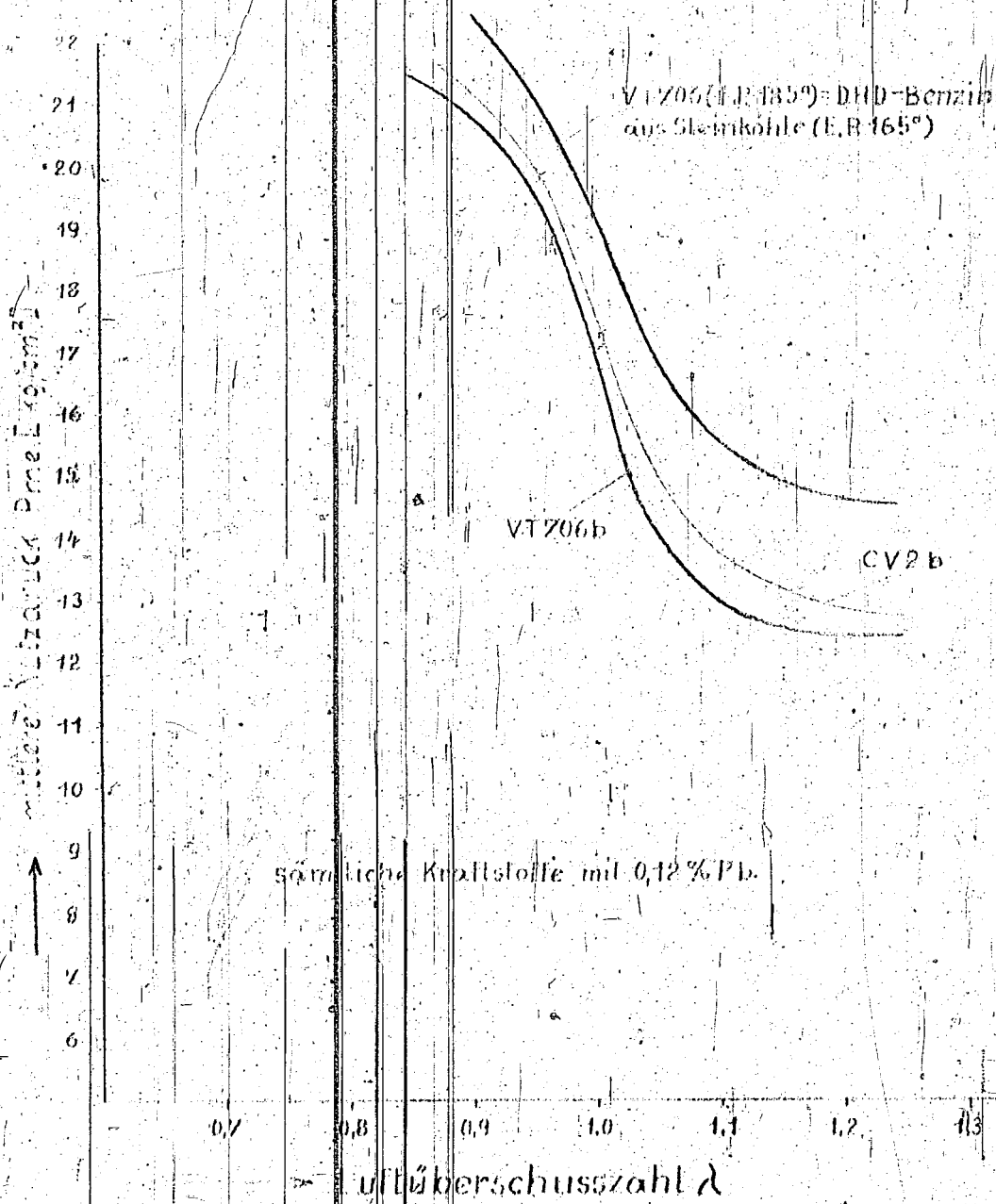
- CV2b Aromatisches Benzin aus Steinkohle (E.R. 165°)
- VT 706 " " " " " " (E.R. 185°)
- VT 706b " " " " " " (E.R. 165°)



Vergleich von Aromatisiertem u. DHD-Benzin

Klopfgrenzkurve von BMW 132 N (DVL-Versuch) $\alpha = 62.2^\circ$

- DHD-Benzin aus Steinkohle E.R. 165°
- CV2b Aromatisiert mit 300 ml Steinkohle E.R. 165°
- VTZ06 " " " " " " E.R. 165°
- VTZ06 b " " " " " " E.R. 165°

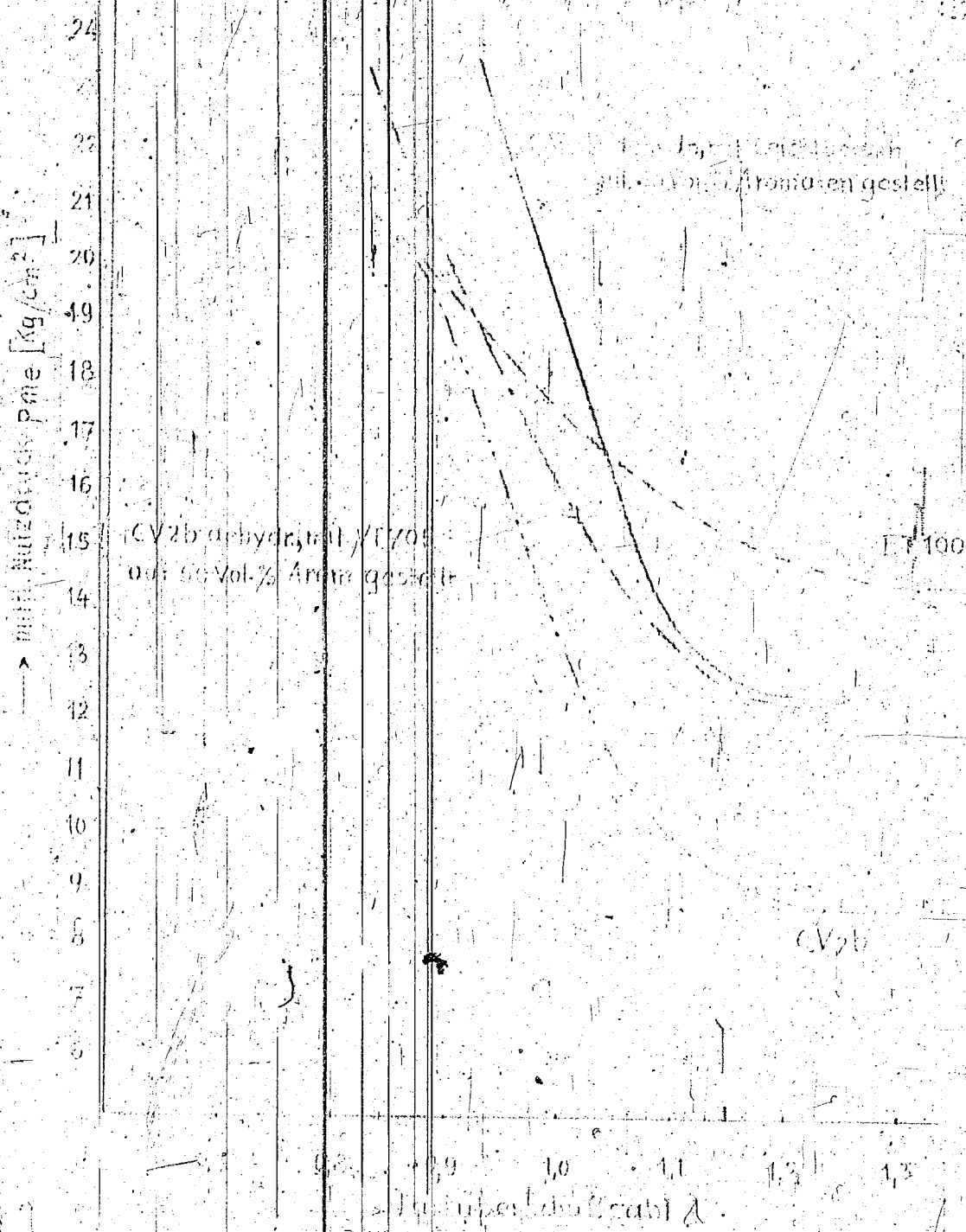


Erfüllungsgrad des Benzinans

Klopfgrenzkurve von BMW 132 N (DVL-Versuch)

$\alpha = 61.5^\circ$ $\beta = 130^\circ$

sämtliche Kraftstoffe mit 0,12% Pb

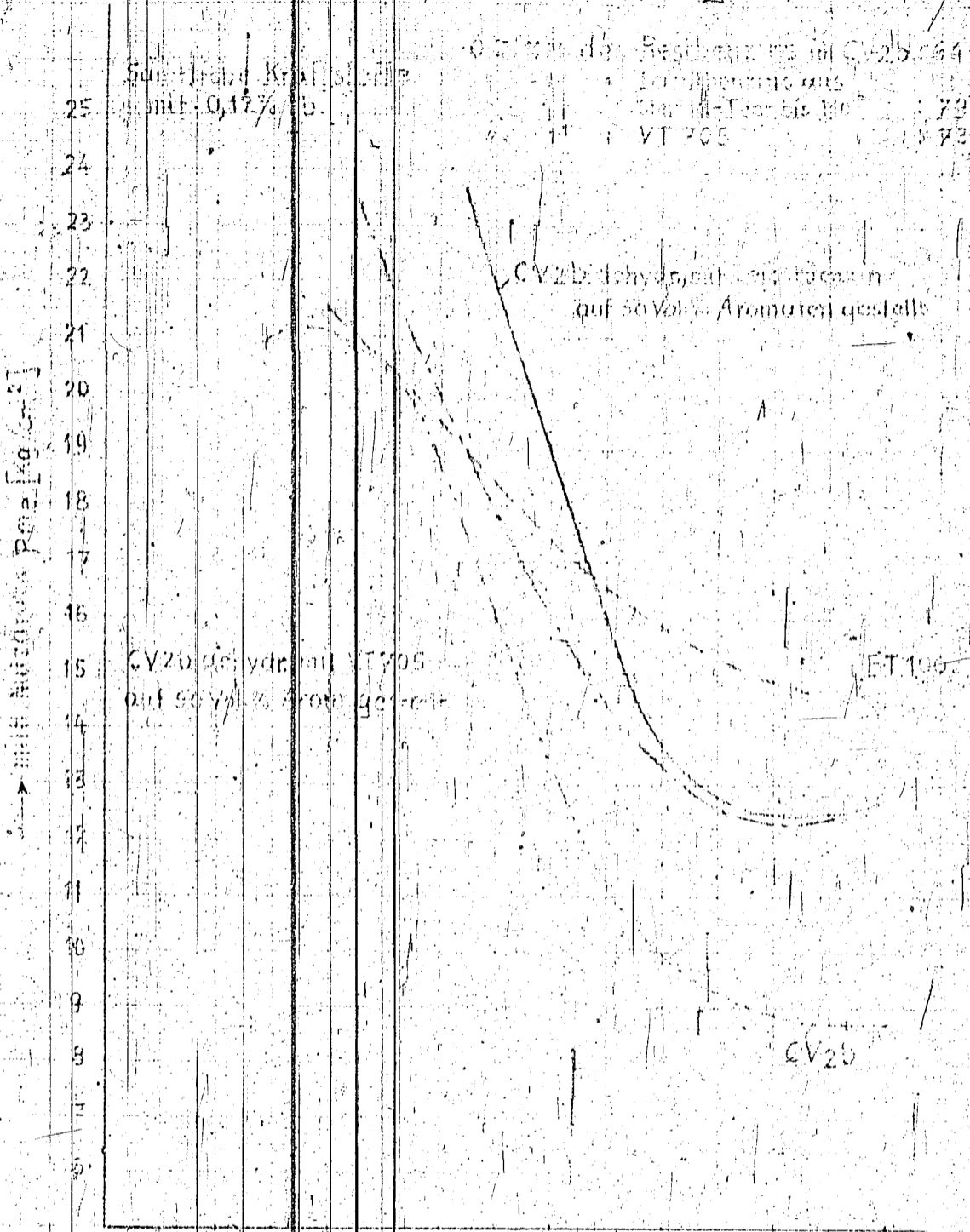


Einfluss des Restbenzins

623

Klopfgrenzkurven am BMW 132 N (DVL-Versuche)

$\epsilon = 6,5$ $t_L = 130^\circ$



0,7 0,8 0,9 1,0 1,1 1,2 1,3

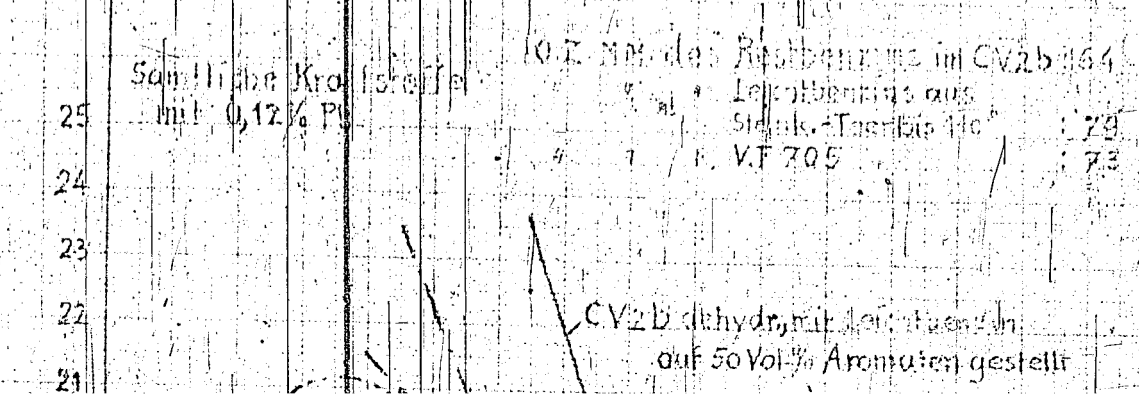
Restbenzin λ

Einfluss des Restbenzins

624

Klopfgrenzkurven am BMW 132 N (DVL-Versuche)

$\epsilon = 6,5$ $t_L = 130^\circ$

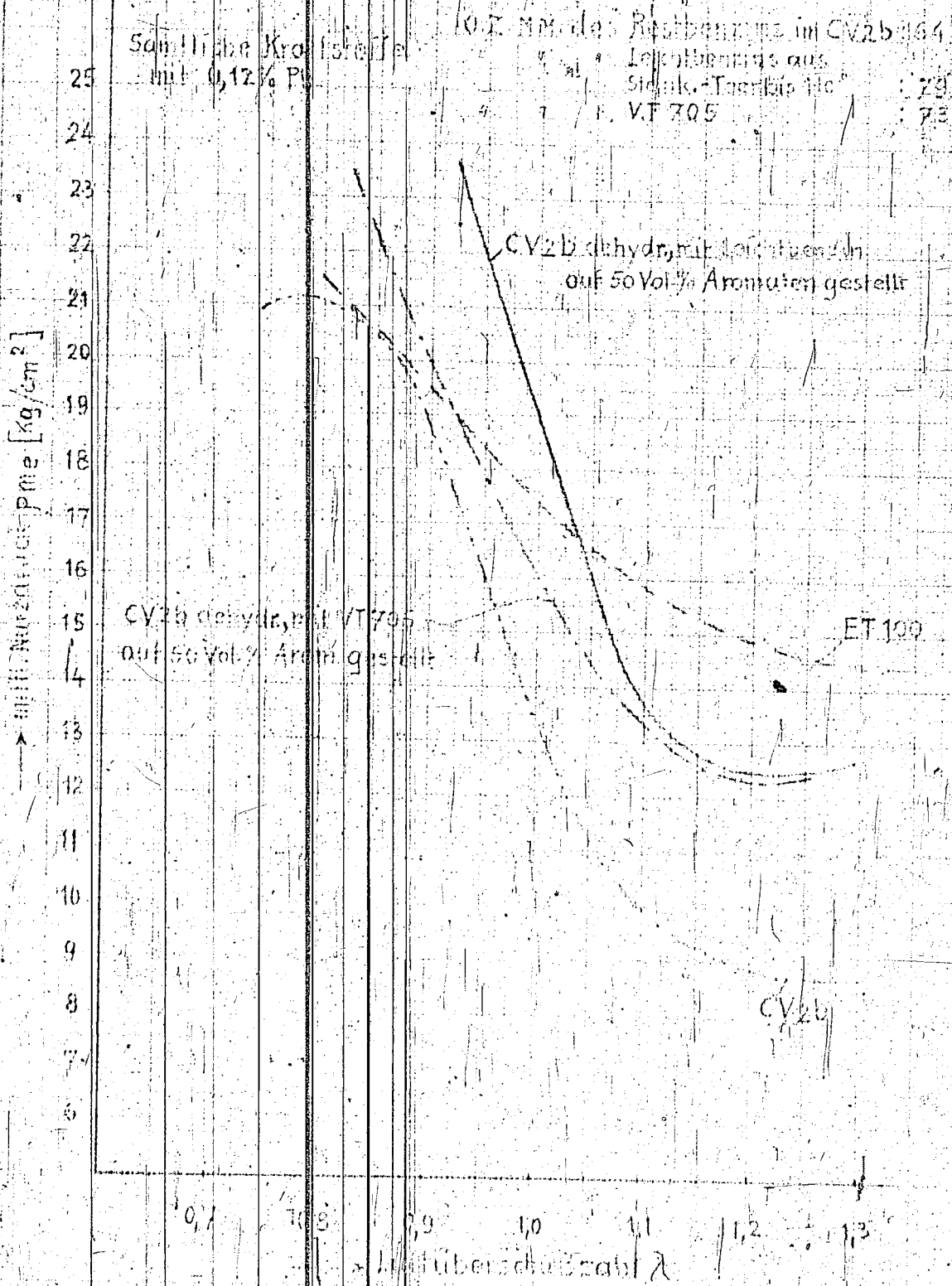


Einfluß des Restbenzins

(12)

Klopfgrenzkurven am BMW 132 N (DVL-Versuche)

$\xi = 6,5$ $\beta_L = 130^\circ$



1
 2
 3
 4
 5
 6
 7
 8
 9
 10
 11
 12
 13
 14
 15
 16
 17
 18
 19
 20
 21
 22
 23
 24
 25

Einfluß des Restbenzins

625

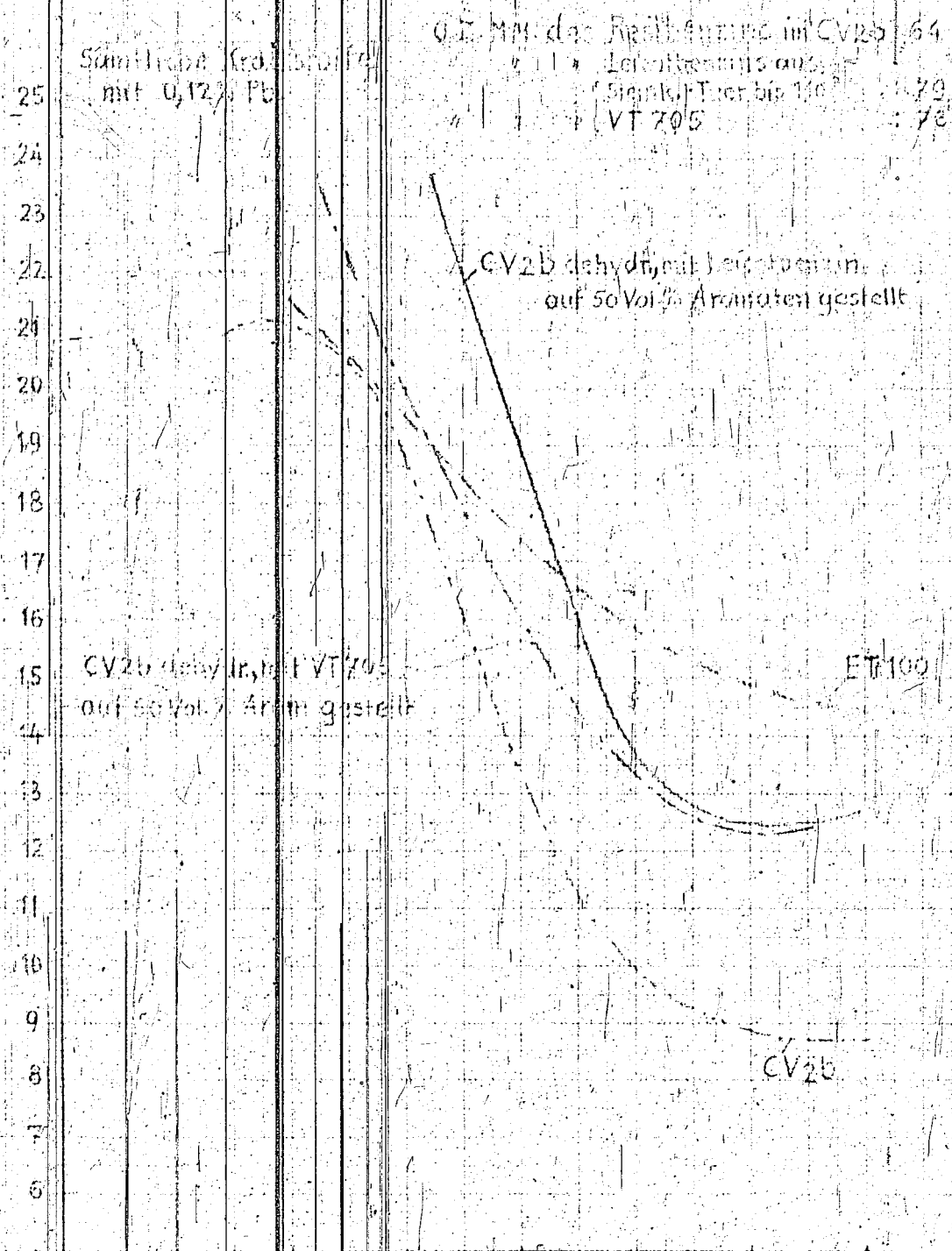
Klopfgrenzkurve von BMW 132N (DVL-Versuche)

$\epsilon = 6,5$ $\epsilon_L = 130^\circ$

Sämtliche Kurbelgehäuse
mit 0,12% Pb

0,2 mm das Restbenzin im CV25
Leitbleimessung
Signalk-Tier bis 100
VT 705

mittl. Klopfgrenze p_{me} [kg/cm²]



Einfluß des Restbenzins

626

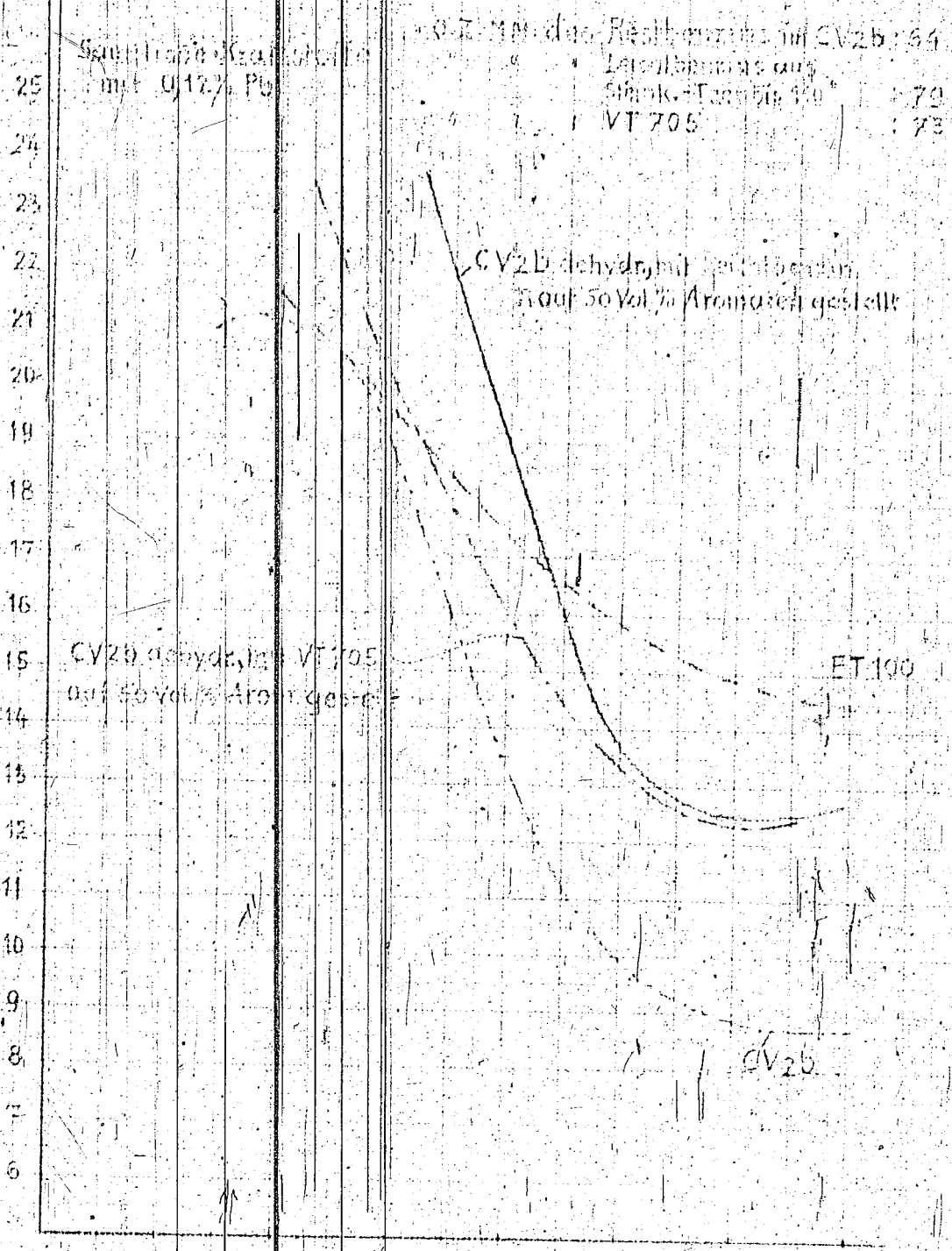
Klopfgrenzkurve von BMW 132N (DVL-Versuche)

$\epsilon = 6,5$ $\epsilon_L = 130^\circ$

Sämtliche Kurbelgehäuse
mit 0,12% Pb

0,2 mm das Restbenzin im CV25
Leitbleimessung
Signalk-Tier bis 100
VT 705

mittl. Klopfgrenze p_{me} [kg/cm²]



Einfluß des Restbenzins

627

Klopfgrenzkurve von BMW 132N (DVL-Versuche)

$\epsilon = 6,5$ $\epsilon_L = 130^\circ$

Sämtliche Kurbelgehäuse
mit 0,12% Pb

0,2 mm das Restbenzin im CV25
Leitbleimessung
Signalk-Tier bis 100
VT 705

mittl. Klopfgrenze p_{me} [kg/cm²]

626 A

Einfluß des Res'denz

Klopfgrenzkurve von BMW 132 H (DVL-Versuche)

$\delta = 6,5$ $\beta_L = 130^\circ$

Son. (1) in Kraft
mit 0,12% Pb

CV20 des Res'denz mit CV25 34
Lad. Arbeit aus
Stark. Theorien bis 130
VF 705

Klopfgrenzkurve
 p_{me} [g/cm²]

29
24
23
22
21
20
19
18
17
16
15
14
13
12
11
10
9
8
7
6

CV20 dehydrat. VF 705
auf 50 Vol% Aromat gesetzt

ET 100

CV25

0,7 0,8 0,9 1,0 1,1 1,2 1,3
Luftüberschub λ

Verlauf der Klopfgrenzkurven von Josephkalls

Aromat mit 0,12% Pb (mit 40 Vol% Aromat), C₂ (mit 30 Vol% Aromat) B₄-Kraftstoff

Klopfgrenzkurve von BMW 132 H (DVL-Versuche)
 $\delta = 6,5$; $\beta_L = 130^\circ$

(veränderliche Zündung)

Bleibkraft bei ET 100, C₂ B₄ 0,12 Vol%
bei C₂ 0,12 Vol%

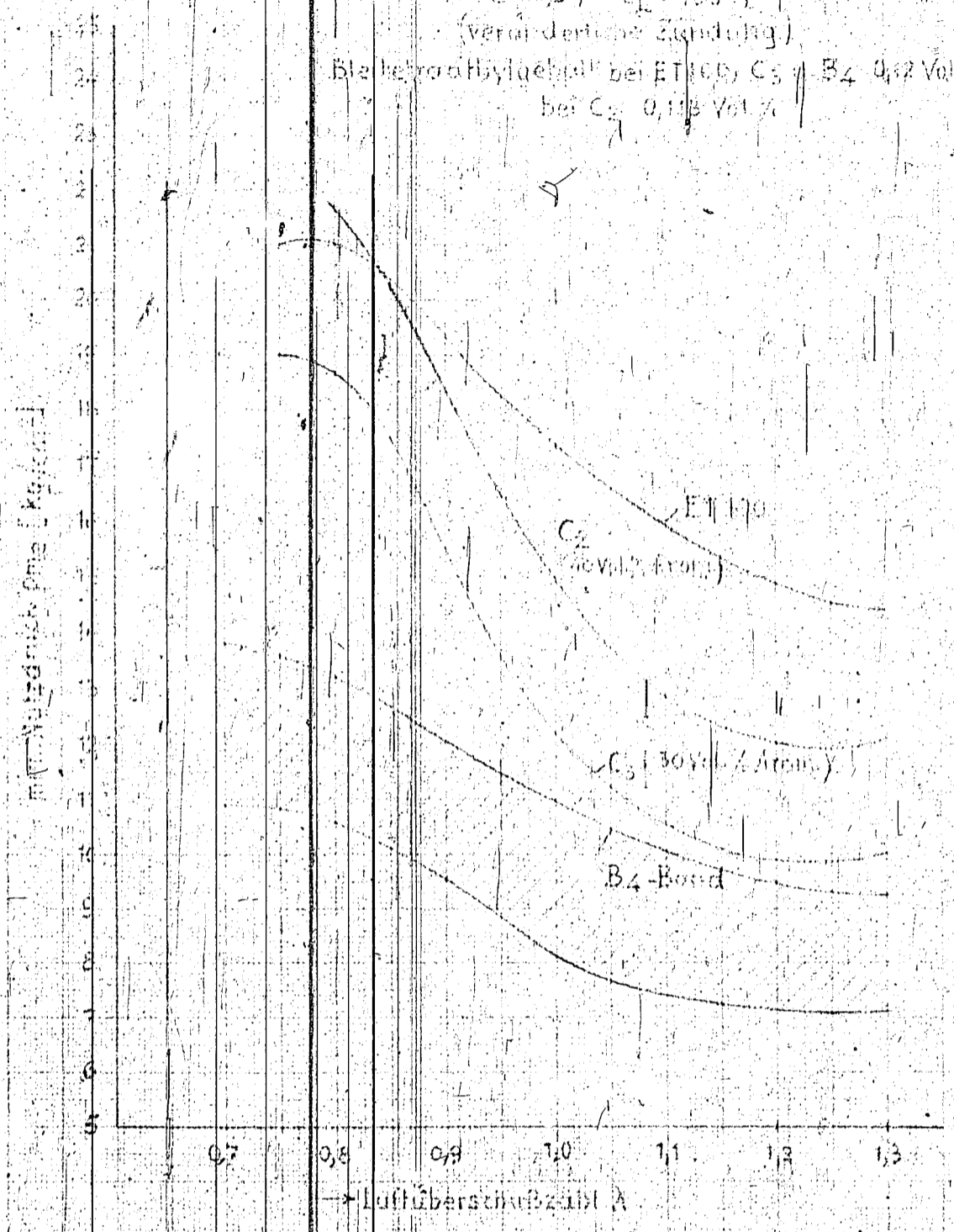
29
24
23

627

Verlauf der Klopfkurven von Isooktän,
Aromatenbenzin (C₂ (mit 40 Vol. % Arom.), C₃ (mit 30 Vol. %
Arom.) u. B₄-Kraftstoff.

Klopfgrenzkurven am BMW 132 N (DVL-Versuchs)
E = 6,5; $\lambda_1 = 130^\circ$
(veränderte Zündung)

Bleibkraft-Hydrat bei ET 100, C₂ u. B₄ 0,12 Vol. %
bei C₃ 0,115 Vol. %

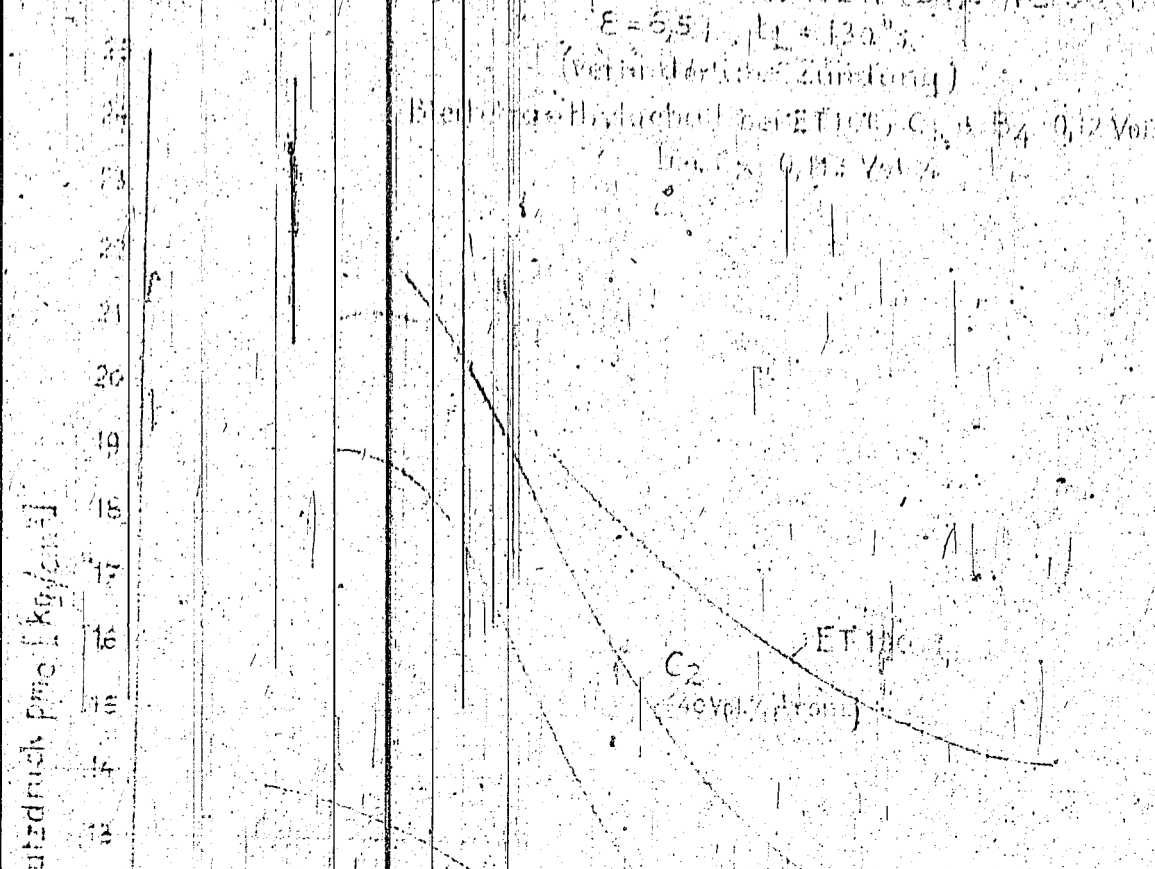


628

Verlauf der Klopfkurven von Isooktän,
Aromatenbenzin (C₂ (mit 40 Vol. % Arom.), C₃ (mit 30 Vol. %
Arom.) u. B₄-Kraftstoff.

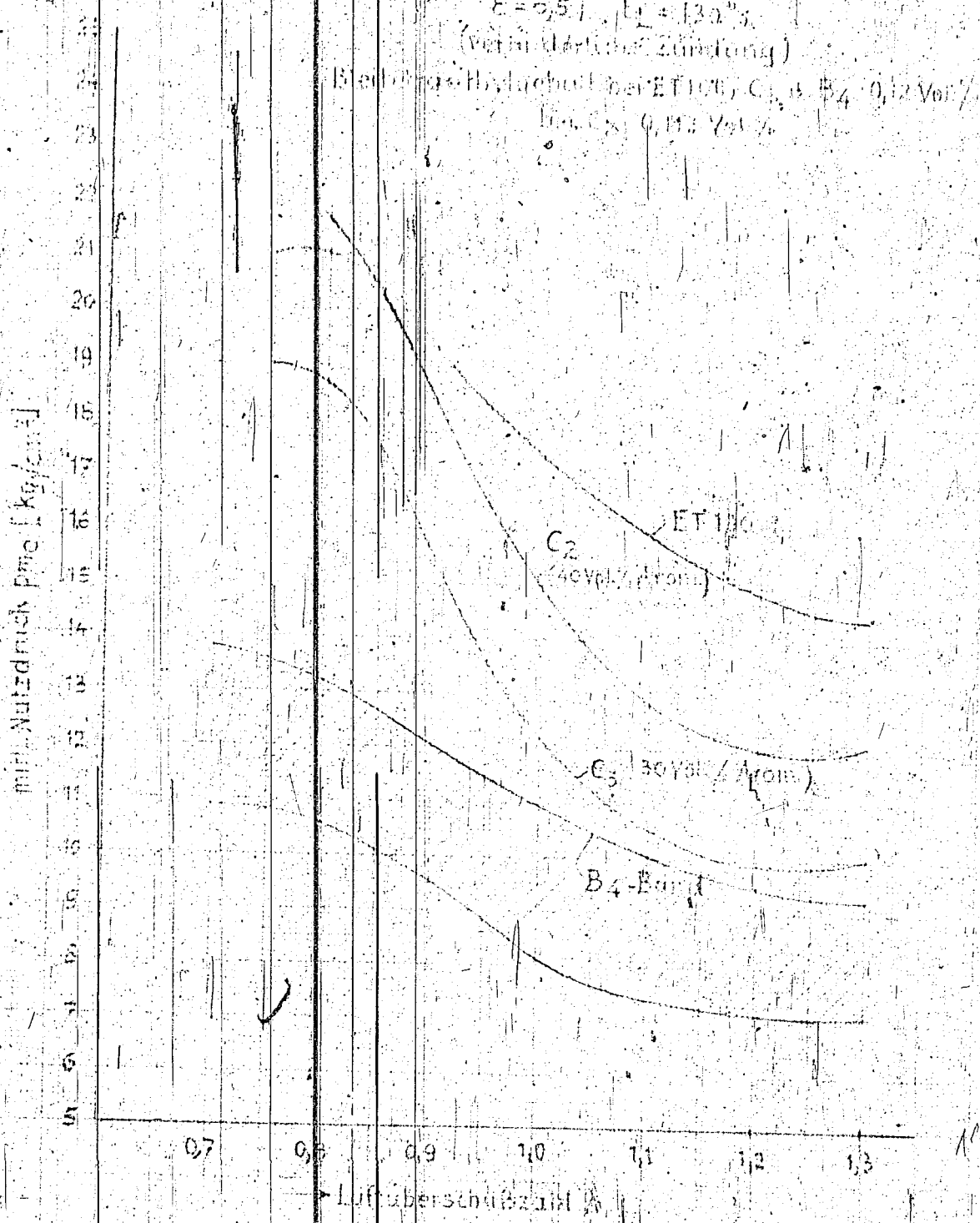
Klopfgrenzkurven am BMW 132 N (DVL-Versuchs)
E = 6,5; $\lambda_1 = 130^\circ$
(veränderte Zündung)

Bleibkraft-Hydrat bei ET 100, C₂ u. B₄ 0,12 Vol. %
bei C₃ 0,115 Vol. %



Verlauf der Klopfwertkurven von Benzol, Aromatenbenzinen C₂ (mit 4 Vol% Arom.) C₃ (mit 30 Vol% Arom.) u. B₄-Kraftstoff

Klopfwertkurven für BMW 152 N (DV-Vertrieb)
 $\epsilon = 6,57$, $\lambda = 132^\circ$
 (Veränderliche Zündung)
 Elektro-Hydraul. der EF100, C₂ u. B₄ 0,12 Vol%
 bei C₃ 0,113 Vol%



Methode zur angenäherten Berechnung der Überladekurven
aus Oktanzahl des Restbenzins und aus Aromatengehalt.

Vorbemerkung: Diese Niederschrift ist eine Erweiterung der ersten Übersicht vom 5.12.40: „Zur Systematik der Überladekurven von Hochleistungskraftstoffen“ und stellt einen ersten Versuch dar die dort umrissene allgemeine Richtung der Additivität im Aufbau der Überladekurven quantitativ zu fassen.

In diesem Stadium ist es insbesondere wichtig, für eine Vervollständigung der Methode jeden Fall zu Kenntnis zu bringen, wo Abweichungen von der einfachen Rechenregel auftreten.

Grundlage der Berechnungsmethode.

1. Die Überladekurven setzen sich additiv nach der Mischungsregel zusammen aus der Überladekurve für Aromaten und des Restbenzins (+ Isooktan).
2. Die Überladekurve des Restbenzins geht mit der Oktanzahl des Restbenzins parallel nach einer empirischen Beziehung.

Vereinfachung und Mängel der Berechnung.

1. Wir beschränken uns hier zur Charakterisierung der Überladekurven, für $\xi = 6,5$; $t = 130^\circ$ ¹⁾ den Überladedruck p_{ue} für $\lambda = 0,8$ (in der Umgebung des Maximums) und für $\lambda = 1,2$ (in der Umgebung des Minimums) anzugeben, also die genaue Größe der Krümmung der Kurve zwischen 0,8 und 0,12 vorerst nur qualitativ zu beleuchten.

1) ξ = Kompressionsverhältnis; t = Ladelufttemperatur.

2. Für die Aromaten wurde eine Einheitskurve angenommen, eine also möglich unterschiedliche und günstigere Kurvenlage zwischen höheren Aromaten mangels brauchbarer Unterlagen nicht berücksichtigt.

2. Für die Aromaten wurde eine Einheitskurve angenommen, eine also möglich unterschiedliche und günstigere Kurvenlage zwischen höheren Aromaten mangels brauchbarer Unterlagen nicht berücksichtigt.
3. Für die Abhängigkeit der Überladekurven des Restbenzins von der Oktanzahl des Restbenzins wurde eine eindeutige Beziehung zwischen O.Z. M.M. des Restbenzins und der Lage der Überladekurve des Restbenzins (Fig. 1) aufgestellt, unabhängig von der Zusammensetzung des Restbenzins, insbesondere von dessen Gehalt an Naphthenen. Da fast alle zur Auswertung vorgelegten Hochleistungskraftstoffe auf Grund der Art der Herstellung naphthenarm sind, ist auch hier einer Verbesserung auf Grund geeigneter Unterlagen vor auszusehen.
4. Schliesslich sei noch darauf hingewiesen, dass die für die Mischungsregel benutzten Überladekurven der Komponenten (insbesondere die der Aromaten) aus höchstens 50%er Mischung errechnet sind, also eigentlich „Mischüberladekurven“ darstellen, und möglicherweise nicht ganz mit der nicht bekannten Überladekurve reiner Aromaten übereinstimmen.

Berechnungsunterlagen für $\xi = 6,5$, $t = 1300$.

1. Die Aromaten haben für $\lambda = 0,8$: $p_{me} = 34 \text{ At}$
für $\lambda = 1,2$: $p_{me} = 14 \text{ At}$
des Restbenzins
2. Die Abhängigkeit des p_{me} für $\lambda = 0,8$ und $\lambda = 1,2$ von der O.Z. (M.M.) des Restbenzins (+ Isooktan) ist in Figur 1, Kurve 1 und 2 gegeben. Danach ist z.B. für ein

Restbenzin mit der O.Z. 64, für $\lambda = 0,8$ $P_{me} = 8$
für $\lambda = 1,2$ $P_{me} = 4$, für O.Z. 100 Isooktan, bei $\lambda = 0,8$ $P_{me} = 21$
bei $\lambda = 1,2$ $P_{me} = 15$.

Berechnungsbeispiele und Belege.

1. C_2 mit DHD (50 % Aromaten) aus Steinkohle (4075 H)
Das Benzin enthält 30 % DHD Benzin 40% Aromaten
40% Restbenzin (O.Z. 76)
20 % ET 100 \rightarrow 20 % ET 100 (O.Z. 100)

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

$$\frac{40 \times 76 + 20 \times 100}{40 + 20} = 84$$

Die Figur 1 ergibt für $P_{me} (\lambda = 0,8)$ 16,5; für $P_{me} (\lambda = 1,2)$ 11.

Für die Aromaten sind nach Voraussetzung die entsprechenden P_{me} 34 und 14.

Die Additionsregel ergibt für die P_{me} des Benzins

$$\frac{40 \times 34 + 60 \times 16,5}{100} = 23,5 \quad \text{und} \quad \frac{40 \times 14 + 60 \times 11}{100} = 12,2$$

gemessen wurde 23,5 - 24 (extrapol.) und 11,8

2. C_2 mit VT 706 (50 % Aromaten) - ET 110
O.Z. des Restbi von VT 706 = 74
O.Z. des Gesamt-Restbenzins
 $\frac{40 \times 74 + 20 \times 96}{60} = 81$

Nach Figur 1 für O.Z. 82 P_{me} 15,5 und 10,5

$$P_{me} \text{ des Benzins } \frac{40 \times 34 + 60 \times 15,5}{100} = 21,9 \quad \frac{40 \times 14 + 60 \times 10,5}{100} = 11,9$$

gemessen 21,7 12,0

3. C_3 mit 60 % VT 706 (50% Aromaten) [oder DHD (4075H) (50% Ar.)
15 % ET 100 da innerhalb der Fehler-
25 % VT 702 mit O.Z. 70 grenze]

O.Z. des Gesamtrestbenzins

$$\frac{30 \times 74 + 15 \times 100 + 25 \times 70}{30 + 15 + 25} = 78$$

Nach Figur 1 für O.Z. 78 $P_{me} = 14$ und 9,5

$$P_{me} \text{ des Benzins } \frac{30 \times 34 + 70 \times 14}{100} = 20; \quad \frac{30 \times 14 + 70 \times 9,5}{100} = 10,8$$

gemessen 19 10

4. CV_2b mit 50 % Aromaten
Restbi O.Z. 64 (angegeben)

Nach Fig. 1 für O.Z. 64 $P_{me} = 8$ und 4

$$P_{me} \text{ des Benzins } \frac{50 \times 34 + 50 \times 8}{100} = 21 \quad \frac{50 \times 14 + 50 \times 4}{100} = 9$$

gemessen 21 9

NB. In diesem Falle sagt die Übereinstimmung zwischen berechneten und gemessenem Wert nichts, da die Kurvenpunkte der Figur 1 in Wirklichkeit bei O.Z. 64 auf Grund der gemessenen CV_2b -Kurven errechnet würden.

5. 50 % Aromaten + 50 % Leichtbenzin aus Steinkohlenteer bis 110°
(O.Z. = 79)

Nach Figur 1 für O.Z. = 79 Pme = 15 und 10

$$P_{me} \text{ des Benzins } \frac{50 \times 34 + 50 \times 15}{100} = 24,5 \quad \frac{50 \times 14 + 50 \times 10}{100} = 12$$

gemessen = 25 (extrapol.) und 12,5

6. B 4 O.Z. = 76 (Aromatengehalt 5-10% daher Berücksichtigung
in der Fehlergrenze)

nach Figur 1 Pme für O.Z. 76 $\frac{14}{100}$ und $\frac{9}{100}$

gemessen 13,5 9,2

7. 80 % DHD (50% Ar.) aus Steinkohle + 20% Leichtbenzin 110°
von Steinkohlenteer

Restbenzin DHD O.Z. = 76

Leichtbenzin O.Z. = 79

$$O.Z. \text{ der Mischung } \frac{40 \times 76 + 20 \times 79}{60} = 77$$

Nach Figur 1 für O.Z. 77 Pme 14,2 9,3

$$\frac{40 \times 34 + 60 \times 14,2}{100} = 22 \quad \frac{40 \times 14 + 60 \times 9,3}{100} = 11,2$$

gemessen 21 12

Die Übereinstimmung zwischen Rechnung und Messung ist, wie
man sieht, befriedigend.

Ausnahme.

Als einzig wesentliche bekannte Abweichung von der Regel ist
der Kraftstoff

50 % Ar. + VT 705 anzusehen

Restbl. O.Z. = 73

Nach Figur 1 P_{me} für 0.2. 73 13 u. 8

$$\frac{50 \times 34 + 50 \times 13}{100} = 23,5 \quad \frac{50 \times 14 + 50 \times 8}{100} = 11$$

gemessen 24 (extrapol.) 12,3

Die Differenz zwischen 11 und 12,3 dürfte wohl an oder außerhalb der Fehlergrenze liegen. Da VT 705 sehr naphthenreich ist, ist hier vielleicht ein Hinweis auf eine Korrektur durch Unterschiede in der Restbenzin-Zusammensetzung zu sehen,

Diskussion der Fehlergrenze.

1. Ein Fehler in der O.Z. des Restbensins von ± 2 O.Z. macht nach Figur 1 \pm ca. 0,5 At im P_{me} aus.

2. Ein Fehler von ± 2 % im Aromatengehalt macht nach den obigen Daten ca. $\pm 0,5$ At im P_{me} aus.

3. Nach meinem früheren Bericht:

„Über die Genauigkeit der Luftüberschusszahl der Überladekurve in Abhängigkeit von Bestimmungsfehlern“ wurde als wesentlichste Fehlerquelle die Ungenauigkeit der Gasmengenmessung erkannt.

Sie wird durch die Ungenauigkeit der Gasuhrmessung (2 %) und durch die Ventilüberschneidung bedingt und kann bis zu 5 % ausmachen. Ein Fehler von ± 5 % in der Gasmengenmessung gibt einen Fehler von $\pm 0,05$ in λ . Das wirkt sich in der Überladekurve in einem Fehler von $\pm 0,5$ At im P_{me} aus.

Somit ist mit einem maximalen Fehler von $\pm 1,5$ At in P_{me} zwischen Beobachtung und Berechnung zu rechnen. Der wahrscheinlichste Fehler ist ca. ± 1 At im P_{me} . Aus diesem Grunde dürfte der im Abschnitt: „Ausnahme“ behandelte Fall an oder etwas außer der Fehlergrenze liegen.

Versuchsvorschläge.

Verfeinerung der Methode.

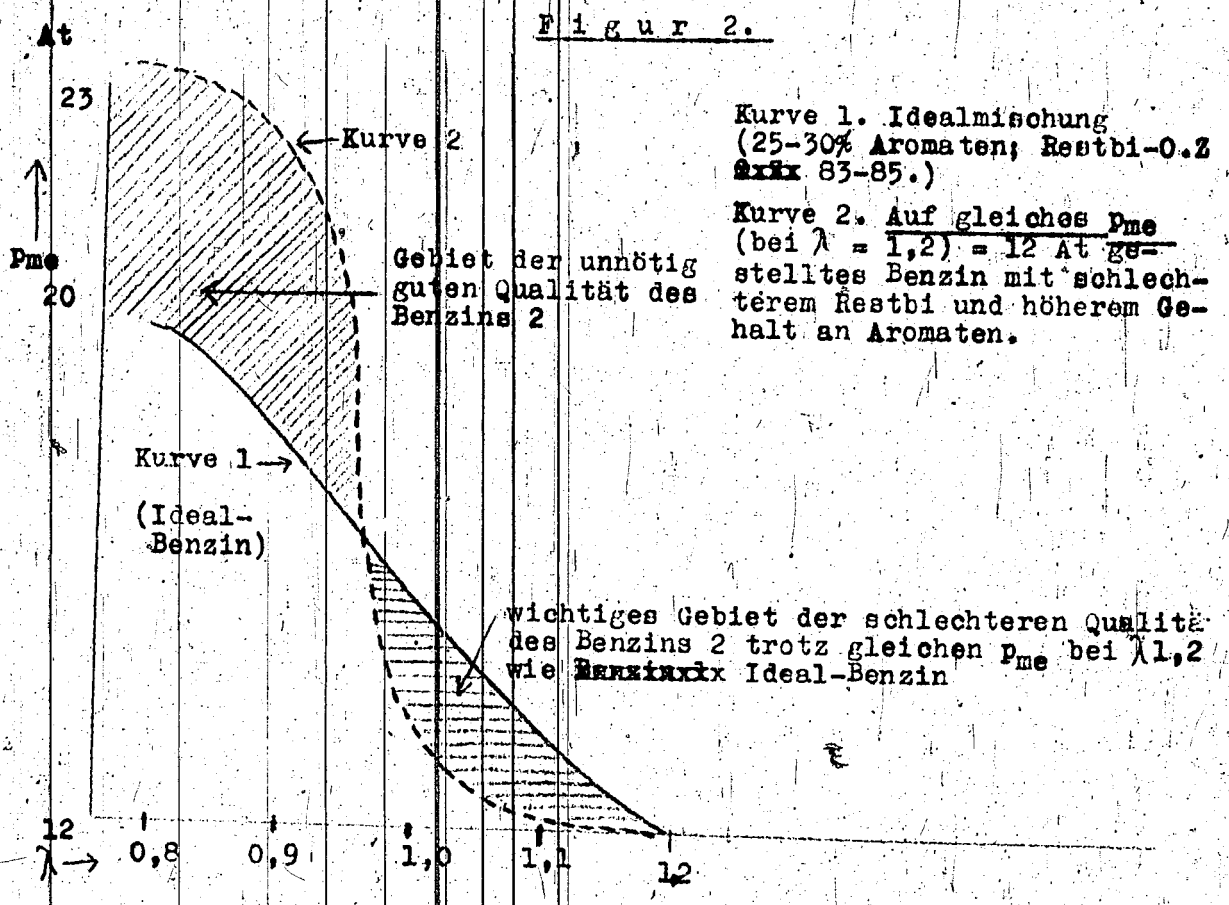
Die Versuchsvorschläge sind durch die Ausführungen im Abschnitt "Vereinfachung und Mängel der Berechnung" gegeben.

1. Überladekurve einer Mischung von bekanntem Restbenzin und von Isooktan mit höheren Aromaten, insbesondere Diäthylbenzol (50 %).
2. Überladekurve von 30-50% Aromaten mit je 3 Restbenzinen, die zwar dieselben O.Z. haben, aber die Naphthenmenge von 0%, 30 und 60 % enthalten.

Einstellung der Benzine.

1. Will man ein Benzin haben, das sich am besten in heutigen Motoranforderungen bei $\xi = 6,5$ t = 130° anpaßt, also im fetten Gebiet ($\lambda = 0,8$) $p_{me} = 19-21$ At, im mageren Gebiet ($\lambda = 1,2$) ca. 12 At schafft, so errechnet sich nach der obigen Regel, daß hierfür ein Restbenzin (+ Isooktan) von O.Z. 83-85 und ein Aromatengehalt von 65-70% die ideale Mischung darstellt.
2. Man könnte sich denken, ~~aber~~ diese Forderung dadurch zu umgehen, dass man, um Isooktan zu sparen, ein schlechteres Restbenzin und dafür aber entsprechend mehr Aromaten nimmt. Das hat aber abgesehen von dem dann unnötig hohen p_{me} im fetten Gebiet, wie die Additionregel zeigt, noch den Nachteil des steileren Abfalls der Überladekurve, der sich durch vermehrte Aromatenzugabe wegen der stärkeren Krümmung der Aromaten-Überladekurve insbesondere im Gebiet zwischen λ 0,95 - 1,2 unangenehm bemerkbar macht.

Am besten zeigt das, worauf es ankommt, - übertrieben gezeichnet - die Figur 2.



Figur 2.
 Kurve 1. Idealmischung (25-30% Aromaten; Restbi-O.Z. ~~83-85~~ 83-85.)
 Kurve 2. Auf gleiches P_{me} (bei $\lambda = 1,2$) = 12 At gestelltes Benzin mit schlechterem Restbi und höherem Gehalt an Aromaten.

Man erkennt daraus klar, dass es vorteilhaft ist, die Aromatenkonzentration nicht höher als nötig zu nehmen, weil man sonst trotz Einstellung des P_{me} bei $\lambda = 1,2$ auf 12 At die Überladekurve gegenüber der Überladekurve eines Ideal-Benzins (25-30 % Arom., Restbi - O.Z. 83-85) im wichtigen Gebiet zwischen $\lambda = 0,95$ und 1,2 mit steigendem Aromatengehalt in steigendem Maße drückt.

Inwieweit die Wahl höherer Aromaten und naphthenreicherer Restbenzine diesem Nachteil entgegenwirkt, können die vorgeschlagenen Versuche (s. vorangehenden Abschnitt) leicht zeigen.

Die Frage nach dem Zusammenhang zwischen Oktanzahl und Überladekurve eines Benzins.

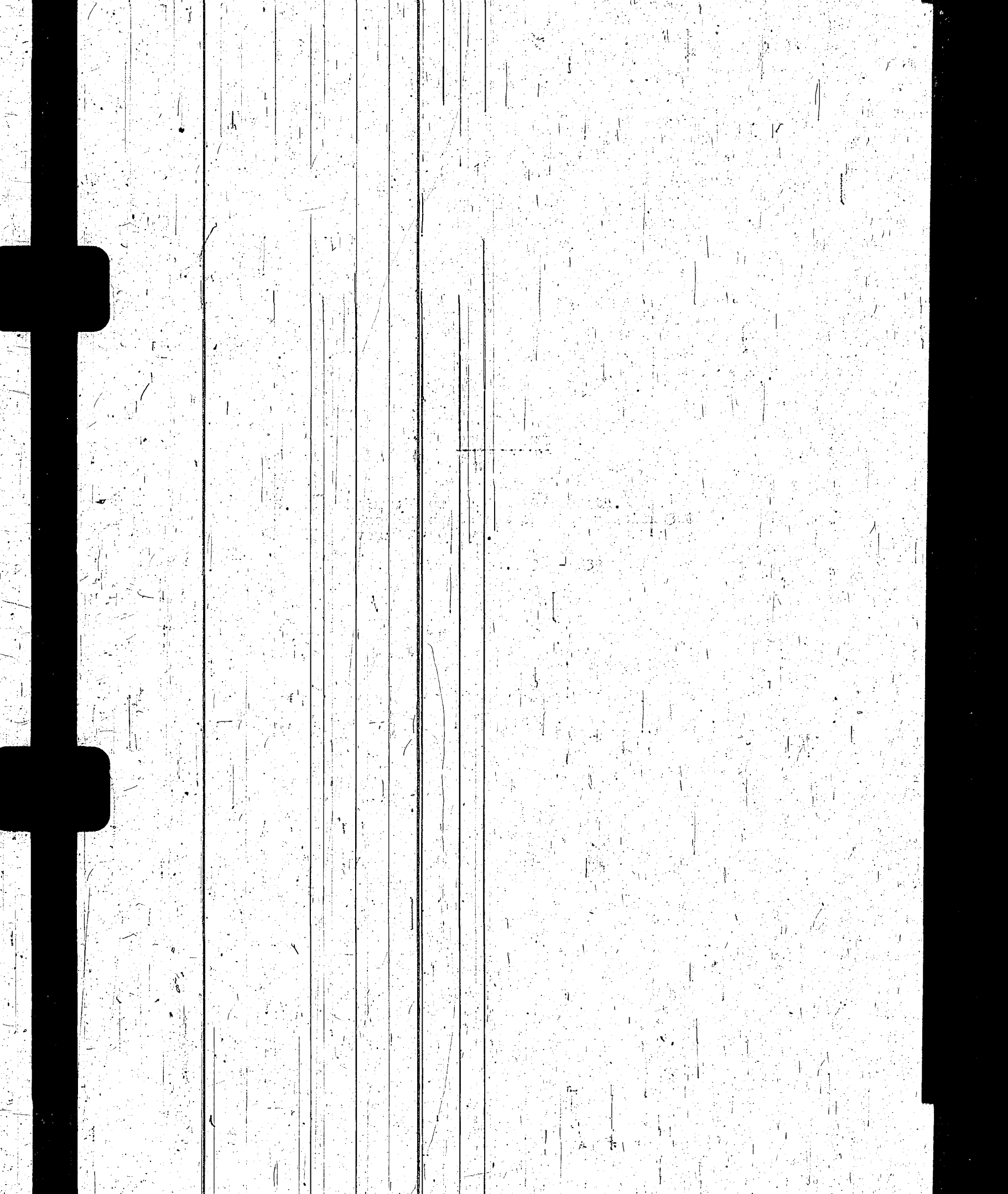
In diesem Zusammenhang sei noch auf das in verschiedenen Abhandlungen immer wieder betonte Fehlen eines eindeutigen Zusammenhangs zwischen Oktanzahl und Überladekurve der Mischbenzine hingewiesen ¹⁾. Die Tatsache erscheint von dem nunmehr gewonnenen Stand der Erkenntnis natürlich trivial und bedeutungslos, da die Fragestellung falsch ist. Denn man kann ein Benzin ja auf verschiedene Weise auf eine bestimmte O.Z. stellen, entweder mit Isooktan-Heptan allgemein aliphatisch, oder aromatisch. Je nachdem erhält man ganz verschiedene Überladekurven. Einer bestimmten O.Z. kann man je nach dem Gehalt an Aromaten unbegrenzt viele Überladekurven zuordnen.

Eindeutig ist dagegen (in erster Näherung) die Zuordnung der O.Z. des Restbenzins zur Überladekurve des Restbenzins, wie sie Figur 1 wiedergibt und damit eindeutig (in erster Näherung) die Zuordnung einer bestimmter O.Z. des Restbenzins und eines bestimmten Aromatengehalts zu einer Überladekurve des Gesamtbenzins.

In zweiter Näherung kann möglicherweise noch eine gewisse Modifikation durch die individuelle Zusammensetzung des Restbenzins (Naphthene) und der Aromaten (Gehalt an höheren Aromaten) von Einfluss sein.

gez. Fromherz

1) Einen Zusammenhang zwischen Oktanzahl und Überladekurve reiner, unvermischter Substanzen werde ich in einer späteren Abhandlung entwickeln.



Nocheinmal zur Frage 300/600 atü.

- 1.) Eine zwingende Notwendigkeit zum Einsatz der 600 atü Gasphase besteht z. Z. (insbesondere für die II. Ausbaustufe in Schlesien) nicht.
- 2.) Losgelöst von der Frage, ob gleichzeitig das DHD-Verfahren zur Anwendung kommen soll, kann z. Zt. - wenn das Fabrikationsprogramm Hochleistungskraftstoff vorsieht - eine 600 atü Gasphase nicht empfohlen werden, weil nach dem derzeitigen Stand unserer Kenntnisse das 600 at-Gasphase-Verfahren noch nicht soweit entwickelt ist, daß man aus Steinkohle Verflüssigungsmittelöl durch Aromatisierung mit guter Leistung und niedriger Vergasung einen Kraftstoff mit 50 Vol.-% Aromaten bei Endpunkt 160° erhält. Insbesondere bleibt dann noch die Frage offen, was mit dem bei der Sumpphase-Fahrweise auf Heizöl besonders hohen Anteil an Sumpphasebenzin zu geschehen hat.
- 3.) Wird neben der Hochdruckhydrierung auch das DHD-Verfahren angewandt, so genügt eine 300 at-Anlage allen derzeitigen Anforderungen für Auto und Fliegerbenzin. Verschiedene, insbesondere die unter 2.) genannte Bedenken gegen den Einsatz der 600 at Gasphase kommen aber bei gleichzeitigem Einsatz des DHD in Fortfall.
- 4.) Wenn man nicht den gegenwärtigen Stand unserer Kenntnisse bei der Beantwortung der Frage zugrundelegt, sondern die Entwicklungsmöglichkeiten in Betracht zieht, so wäre der Bau einer 600 atü Gasphaseanlage m. B. aus verschiedenen Gründen sehr erwünscht.

- 2 -

Da unsere Versuche bei 600 atü in den letzten 2 Jahren zugunsten der Absicht bei 300 atü durch Kontaktentwicklung bzw. andere Verfahren bei niedrigem Druck (DHD) dasselbe zu erreichen, wie man aus Pechverflüssigung bei 600 at erzielt, vernachlässigt worden ist, liegen z. Zt. noch keine brauchbaren Unterlagen für den Einsatz der 600 at - Gasphase auf Basis Steinkohleverflüssigung vor.

Es ist aber nicht zu bezweifeln, daß man kontaktmäßig sowohl hinsichtlich der Aromatisierung als auch bezüglich der Benzinierung für 600 atü in verhältnismäßig kurzer Zeit brauchbare Versuchsunterlagen wird beschaffen können.

Es ist zu erwarten, daß man bei 600 at bei der Benzinierung, sei es in einer, sei es in 2 Stufen wahrscheinlich eine Verminderung der C_1 bis C_3 -Vergasung gegenüber 300 at, eine geringe Erhöhung der Gesamt- C_4 -Ausbeute und eine gewisse Erhöhung der Leistung erzielen wird.

Bei der Aromatisierung gibt der Aktivkohlekontakt bei 600 at höhere Leistung als bei 300 at bei nicht sehr verschiedener Benzinqualität. Es besteht aber kein Zweifel, daß es bald gelingen muß, auch einen kohlefreien Aromatisierungskontakt zu entwickeln, der bei 600 at allen Anforderungen genügt.

Der Bau einer 600 atü-Anlage hätte u.a. auch den Vorteil, daß man der Schwefelverarbeitung über fest angeordnetem Kontakt mehr Aufmerksamkeit schenken könnte, und daß man hinsichtlich der Sparmetalle bei der Kontaktentwicklung mehr Spielraum hätte.

OP 4000
3323

17. Dezember 1940

Akten-Notiz II

Versuche zur Abschlamffiltration.

Zusammenfassung:

In Kleinversuchen mit Abschlamme aus Steinkohlen-Hochtemperatur-Teerrückstand P 1416 der Kammer 804 wurde ein Filtrationsverfahren entwickelt. ¹⁾

Der Abschlamme wird mit Steinkohlenstaub oder anderen zweckmäßigen Zusatzstoffen gemischt und dann mit soviel Benzin oder Benzingerischen angerührt, daß er beim Abstehen in eine überstehende klare Lösung und eine untere Suspension, die aber noch fließbar bleiben muß und leicht aufzurühren geht, geteilt wird.

Die Suspensionschicht wird neuerdings mit Benzin bzw. Benzingerischen verrührt und dann filtriert. Diese Filtration geht spielend leicht und rasch, sodaß auch in der Technik eine große Filtration möglich erscheint.

Man verarbeitet die gewonnenen Lösungen durch Abdampfen auf ein stabiles Öl, das noch Reste Asphalt gelöst enthält. Im Filterkuchen findet sich die Asche des Abschlammes und der Hauptteil des Asphaltes. Der Kuchen kann für die Kokserzeugung benutzt werden oder mit Benzol extrahiert werden, zur Gewinnung des Asphaltes und adsorbierten Öles.

Der Benzolextrakt enthält etwa 10-12 % Öl mit 40% Asphalt, bezogen auf den eingebrachten Abschlamme. Da das Öl praktisch aschefrei ist, kann es für die Erzeugung von Elektrodenkoks verwendet werden.

-2-

¹⁾ Nach neueren v.

-2-

Versuchsübersicht:

Bei den Versuchen zur Abschlamffiltration (siehe Aktennotiz vom 7.12.40) war es gelungen, Abschlamme der Kammer 804 vom Fahren des Steinkohlen-Hochtemperaturteerrückstandes P 1416 ^{325°} nach Zumischung von Kohlenstaub und Leichtbenzin durch Abstehenlassen in zwei Schichten zu zerlegen. Die obere klare Lösung enthielt vorwiegend Benzin, in der unteren war die zugegebene Kohle und der Festgehalt des Abschlammes enthalten, suspendiert in der Benzin-Öl-Lösung zu einem fließbaren, leicht verrührbaren bzw. pumpbaren Benzin. Diese Versuche wurden fortgesetzt.

a) Versuche zur Ermittlung der notwendigen Benzinkonzentration.

Orientierende Versuche zeigten, daß aus einer Mischung gleicher Volumenteile Abschlamme und Benzin kein Absetzen einer

Versuchsübersicht:

Bei den Versuchen zur Abschlamffiltration (siehe Artennotiz vom 7.12.40) war es gelungen, Abschlamme der Kammer 804 vom Fahren des Steinkohlen-Hochtemperaturteer-Rückstandes P 1416 #325° nach Zumischung von Kohlenstaub und Leichtbenzin durch Absetzenlassen in zwei Schichten zu zerlegen. Die obere klare Lösung enthielt vorwiegend Benzin, in der unteren war die zugegebene Kohle und der Festgehalt des Abschlammes enthalten, suspendiert in der Benzin-Öl-Lösung zu einem fließbaren, leicht verrührbaren bzw. pumpbaren Benzin. Diese Versuche wurden fortgesetzt.

a) Versuche zur Ermittlung der notwendigen Benzinkonzentration.

Orientierende Versuche zeigten, daß aus einer Mischung gleicher Volumenteile Abschlamme und Benzin kein Absetzen einer Suspension erfolgt, dagegen bei der Verwendung gleicher Gewichtsteile (spez. Gew. der filtrierten Öl-Benzinlösung 0,920 bis 0,950 /20°). Wird aber auf 1 Gew. Teil Abschlamme und die entsprechende Menge Kohlepulver die doppelte Gew. Menge Leichtbenzin zugemischt, so setzt sich die Kohle ziemlich rasch zu Boden, während die überstehende Lösung bräunlich-trüb wird. Der Bodensatz selbst nimmt nur etwa 75 % der sonst sich bildenden Suspensions-schicht ein. In einem Falle war der Bodensatz asphaltig-klebrig, klumpig; in einem zweiten Falle, wo vor dem Absetzenlassen länger gerührt worden war, von besserer Beschaffenheit, aber ziemlich fest zusammengesetzt. Für die folgenden Versuche wurde daher mit dem Verhältnis: 1 Gew. Abschlamme ; 1 Gew. Teil Leichtbenzin bzw. Benzin-Benzol-Gemisch, gearbeitet.

b) Absetzversuche zur Ermittlung der benötigten Zusatzstoffe.

Zum Abschlam wurden verschiedene Mengen gepulverter Steinkohle (gesiebt durch ein 900 cm - Sieb) zugemischt und vorsichtig unter Rühren die gleiche Gewichtsmenge eines Leichtbenzines (6434 Scholven -90°) stabilisiert mit 10 % Benzolzusatz zugegeben. (Der 10%ige Benzolzusatz hatte sich bei der Verarbeitung des Ka-Abschlamm als vorteilhaft bewährt).

Tabella 1.- Versuchsübersicht.

50 g Ka 804-Abschlamm wurden verrührt mit Steinkohlenstaub (K 1203 = Saturngrube, Sosnowitz, schlesische Kohle).

g Steinkohlenstaub zugemischt:	3		7		14		21	
	Je 50 g 70 cm ³		Leichtbenzin		Benzolgemisch			
Abstehtzeit 1. Std.	2		2		2		2	
gebildete Suspensions-schicht cm:	ca 65		70		65		83	
bei einer Ges. Flüssigkeit von cm:	100		103		104		108	
Nach Aufrühren abfiltriert in Minuten:	9		Nutsche: ca 40 cm ³ Oberfläche 8		8		9	

Filterrückstand: unschön, halbglänsend, schmierig.

Nach der Tabelle war nach zweistündigem Abstehen in den drei ersten Fällen die Suspensions-schicht ungefähr gleich hoch, unabhängig von der zugegebenen Kohlenmenge. 1) Im wesentlichen scheint die Schichtmenge abhängig von dem spez. Gew. der Öl-Benzin-Lösung, aber auch von der Art der Ausfällung der Asphalte an den Kohleteilchen.

Es ist von Interesse, daß außer Steinkohlenstaub (der verschiedensten Kohlensorten) auch Schlammkreide, gepulverte A-Kohlen - andere Stoffe wurden bislang noch nicht geprüft-

zur Ausbildung einer Suspensions-schicht führten.

Die obengenannten Versuche waren alle mit Abschlam aus Hochtemperatur-Teerrückstand, P 1416, (Kammer 804) gefahren worden. Das spez. Gew. des Öles dieses Abschlammes war 1,200/100°. Unter gleichen Bedingungen war bislang nur ein Versuch mit anderem Abschlam und zwar mit Abschlam des Ofens 451 vom 1.12.40 (Fahren von Oberschles. Steinkohle) auf Heizöl, 14,2 % s-Asphaltgehalt) versucht worden. Da das Öl dieses Versuches um 1,098/50° spindelte, erfolgte hier ein starkes Zusammensetzen der Kohleteilchen auf etwa 45 cm³, sodaß bei späteren Versuchen entweder die Benzinzusatzmenge vermindert oder ein schwereres Benzin gewählt werden muß. Zweckmäßig könnte auch ein Teil des Filtrates (siehe Ausführungen unter C) zurückgeführt werden. Prinzipiell läßt sich so jeder Abschlam aufarbeiten.

C) Aufarbeitung der durch Abstehen getrennten Produkte.

Bei den Versuchen wurden folgende Ergebnisse erhalten:

Tabella 2:

(s. nächste Seite!)

Tabella 2:

Versuchs Nr.	33	34a	35	36	38	34b
Abschlamm 50g:	Gelsenberg	Abschlamm der Ka.804		aus Stein-	=	=
	Schl.-Ru.			kohlenhoch-	=	=
Zusatz	Ø	1) 7g Kl175	Schlamm-	temp. Teer-	=	=
			kreide	rückstand P 1416	=	=
				14gK 1175	7 g 3)	7 g 3)
					zerrie-	Filter-
					bene	rückst.
					A-Kohle v. Vers.	

Tabelle 2:

642

Versuchs Nr.	33	34a	35	36	38	34b
Abschlamm 50g:	Gelsenberg Sohl.-Ru.	Abschlamm der Ka.S ₀₄		aus Stein- kohlenhoch- temp. Teer- rückstand P 1416	=	=
Zusatz:	∅	1) 7g Kl175	Schlamm- kreise	14gK 1175	7 g zerrie- bene A-Kohle	7 g 3) Filter- rückst. v. Vers. 34
verdünnt mit:	50 g Leicht- öl - 90 ^o	2) 50 g Bi-Benzolge- misch (=70cm ³) 10% Benzol		100 g Gemisch ₃ (=140cm ³)	50g Gemisch ₃ (=70 cm ³)	50 g Gemisch
Nach zweistündigem Absetzen abgegossene Oberschicht = L ₁						
ccm	39	38	45	109	38	39
Die <u>Suspensionsschicht</u> wurde mit je 50 g (=70 ccm ³) Gemisch aufgerührt und filtriert, Filtrat L ₂						
Filtrationszeit:						
ca:	30''	35''	50''	40''	30''	30''
Der Filtrerrückstand wurde ausgewaschen mit 70 + 50 ccm Benzol, filtriert; Lösung L ₂						
Filtrerrückstand getrocknet g		18 ³⁾	16	23.2	26,5 ⁴⁾	18
entsprechende Aufnahme aus d. Abschlamm g		11	9	9,2	19,5 ⁴⁾	11
<u>Analysen, % bezogen auf den eingebrachten Abschlamm.</u>						
L ₁ :	% Ges. Öl % Asphalt	37,5 1%	38 1,7			
				37,5% Öl 1,5% Asph	49% Öl 3% Asph	50,6% Öl 2,4% Asph Spuren Asche
L ₂ :	Ges. Öl	0,3	0,75			
L ₃ :	Ges. Öl % Asphalt	5) 1,9	10 4.4	10.2 3.1	12 5.2+0,8 =6.0	12.2 3.25
	Asche 1. Ges. Öl			Spur	0.02	0.02%
<u>Ausgebracht Öl %</u>						
in Sa.	Asph. %		6.85%		69.5%	62.8
<u>Eingebracht in Abschlamm waren:</u>						
% Asphalt		8.5	8.2%		7.5	4.4
% Öl		62.2	75.5			

Asone 1. Ges. Öl		Spur	0.02	0.02%
Ausgebracht Öl in %	Asph. %	6.85%	69.5%	62.8
Bingebracht in Abschlam waren:			7.5	4.4
% Asphalt	8.5	8.2%		
% Öl	62.2	75.5		

-5-

(Zu Tabelle 2)

- 1) Oberschlesische Kohle K 1175
durch ein 900er Sieb gesiebt.-
- 2) Mit Leichtbenzin ohne Benzolzusatz gearbeitet.
- 3) Der Filterrückstand von 34 wurde anstelle von Kohle für den Versuch 34b genommen.
- 4) Nicht mit Benzol nachbehandelter Rückstand.
- 5) unvollständig extrahiert.

Die Versuche geben, trotzdem sie nicht mit der Exaktheit quantitativer Versuche gearbeitet werden sollten und konnten, einen guten Überblick: Versuche 34a und b, 3, 38:

Beim Abstehen der Schichten teilt sich der Öl- und Asphaltanteil des Abschlammes wie folgt: In der Oberschicht, bezeichnet als Lösung L₁ sind etwa 40 % des Öles, bezogen auf den Abschlam, enthalten, welche Menge nach Zugabe des Filtrates der Unterschicht = L₂ auf etwa 50 - 60% steigt.

Der Asphaltgehalt der Öle L₁+L₂ liegt bei etwa 1.5-3%, das sind 0.9 - 1.8 %, bezogen auf Abschlam bzw. 11-22 % des eingebrachten Asphaltes.

Aus dem Filterrückstand (der nach dem Abfiltrieren von L₂ absichtlich nicht gewaschen worden war) wurden durch ebenfalls nicht erschöpfende Benzolextraktion ausgebracht:

Rund 12 % Ges. Öl mit 30-50 % Asphaltgehalt (Versuch 36) d. sind 4-6 %, bezogen auf den Abschlam bzw. 53-70% (Vers. 36) des Asphaltwertes des Abschlammes.

In der Suspension wurden somit $\frac{1}{2}$ - $\frac{2}{3}$ des Ges.eingebrachten Asphaltes abgeschieden und zwar gerade die leichten, fällbaren höheren molekularen Asphalte, die, in den Ofen zurückgebracht, stören würden.

-6-

-6-

Die schwerer fällbaren Asphalte und auch Harze, aus denen Asphalt nachgebildet werden kann, verbleiben in den öligen Anteilen gelöst.

Die Aufarbeitung der Lösungen L₁ und L₂ ergibt:

Bei längerem Stehen (über Nacht) bleibt L₁ unverändert, im Filtrat L₂ findet eine Nachfällung von Asphalt statt, wenn die frisch mit dem Benzin vermischten Suspensionsschicht gleich filtriert wird. In diesen Fällen genügt aber ein etwa 10-30 Minuten langes Verrühren vor der Filtration, um Nachfällungen auszuschließen.

Während für das Trennen durch "Dekantieren" zur Gewinnung der Lösung L₁ dem spez. Gewicht der Lösung Bedeutung zukommt, ist dieses beim "Auswaschprozess" vor der Filtration ohne Einfluß. Bis zur Filtration wird zweckmäßig gerührt und dann die ganze Masse aufs Filter gebracht.

Die Filtration geht dann überaus leicht und gut und erfolgt in etwa 30", das ist $\frac{1}{18}$ - $\frac{1}{20}$ der Zeit, die bei der Filtration ohne Dekantierung benötigt wird. (s. Filtrationszeiten Tabelle 1 und 2) In vielen Fällen ging die Filtration so rasch wie das Aufschütten der Lösung auf das Filter, sodaß diese Filtration auch im Großbetrieb kaum Schwierigkeiten verursachen wird.

Die Benzollösung L₂ enthält das Öl nur in einer Konzentration von etwa 5 %, was aber durch die Art der Extraktion bedingt war. Durch Abtreiben des Benzols wurde wie bereits erwähnt ein Öl mit etwa 40-50 % Asphaltgehalt in einer Ausbeute von etwa 12 % des Abschlammes erhalten.

In diesem Öl sind nach der Analyse nur 0.02 % Asche enthalten, es bildet somit ein ideales Ausgangsmaterial für

-7-

die Herstellung von Elektrodenkoks.

Der Filtrerrückstand kann in zwei Richtungen verwertet werden:

- 1.) durch Extraktion zur Gewinnung der Öle lt. obigen. Der extrahierte Rückstand wird dann zum Teil (im Falle 34b waren es rund 40%) wieder in den Prozeß zurückgeführt anstelle frischer Kohle, der Rest verworfen bzw. verheizt.
- 2.) Der nicht extrahierte Rückstand findet Verwendung zur Brikettherstellung. Wird als Ausgangskohle eine an sich für die Brikettierung ungeeignete Kohle verwendet, so wird diese evtl. unter weiteren Kohlezusätzen fähig zur Bildung geeigneten Kokes im Sinne der Kurzhydrierung des Herrn Dr. Bähr.

Eine Überprüfung der Verarbeitungsmöglichkeit nach 2 steht noch aus.

gez. Löcker.

Anmerkungen:

Versuch 35: Verwendet wurde Schlemmkreide anstelle der Kohle. Damit wurden analoge Ergebnisse erreicht.

Versuch 36: Es wurde mit der doppelten Kohle- und Benzin-

Anmerkungen:

Versuch 35: Verwendet wurde Schlemmkreie anstelle der Kohle. Damit wurden analoge Ergebnisse erreicht.

Versuch 36: Es wurde mit der doppelten Kohle- und Benzine- gemischmenge gearbeitet. Wie vermutet, wurde in den Benzol-extrakt der Kohle, L₃, eine größere Menge Asphalt und zwar 73 % der im Abschläm- eingebrachten Asphaltmenge wiedergefunden.

Versuch 33: Der Vollständigkeit wegen wurde der Versuch mit Schleuderrückstand aufgeführt. Wie bekannt wurde hier ohne Zugabe von Kohle ebenfalls ein eindeutiger Effekt verzeichnet, wenngleich der Filterrückstand nur ganz unvollständig extra- hiert wurde.

Die Versuche werden weitergeführt.

Es besteht die begründete Annahme, daß sie zusehendem Fort- schritt in der Rückstandsaufarbeitung führen werden.

gez. Löcker.

Analysen: Dr. Schiffmann
Laborat.: Dr. Dinkler.

III. bc. ...
...
... III - 1.

TABLE OF CONTENTS

VIII. The ... of 100
IX. The ... of 100
X. The ... of 100

of

Hydrieren, spaltende Hydrierung und Kracken von Kybol bzw.
Kybol-Rückständen.

Bei der Alkylierung von Benzol mit Äthylen bzw. Propylen in Gegenwart von Aluminiumchlorid als Katalysator fällt zwangsläufig eine gewisse Menge Aluminiumchlorid-Schlamm an, der vor der Raffination und Destillation des Diethyl- bzw. Äthylpropylbenzols abgetrennt wird und mengenmäßig ca. 10 % der angewandten Benzol- und Olefin-Anteile beträgt. Dieser wird durch Zersetzen mit Eiswasser, Waschen mit verdünnten Säuren und Destillation gereinigt.

Diese sogen. Kybol-Rückstände haben ebenso wie die Dialkylbenzole ganz geringe Jodzahlen und dürften, da sie infolgedessen wohl nur minimale Anteile von Olefin-Polymerisaten enthalten, im wesentlichen aus mehr als zweifach alkylierten Benzolkohlenwasserstoffen bestehen.

Sowohl das Polyalkylbenzol als auch Dialkylbenzol wurden so weitmöglichst aufhydriert, dass der Restaromatengehalt im Hydrierprodukt bei den Dialkylderivaten noch etwa 2-3 %, bei den Polyalkylbenzolen noch ca. 6-8 % betrug. Beide Produkte wurden von Dr. Free katalytisch gekrackt. Andererseits wurden die aromatischen Kybol-Rückstände in Gegenwart verschiedener Kontakte spaltend hydriert, in der Erwartung, dass Polyalkylbenzole nach der Naphthenisierung zu gesättigten verzweigten Kohlenwasserstoffen aufgespalten wurden.

Die Krackversuche von Dr. Free haben gezeigt, dass die hydrierten Kybole und Kybol-Rückstände sich wohl mit befriedigenden Ausbeuten an Benzol und geringen Verlusten kracken lassen, dass aber die Eigenschaften der Benzine den Erwartungen nicht entsprechen. Diese bestehen anscheinend zu gleichen Teilen aus Naphthenen und Aromaten. Das Kracken verändert die Polyalkylcyclohexane offenbar in dem Sinne, dass einer Dealkylierung und Dehydrierung eine Ring-Verengung und Polymerisation der als Olefine abgespaltenen Seitenketten entweder parallel geht oder

- 2 -

18534
nachfolgt. Infolgedessen scheinen die Benzol-Anteile aromatischeren Charakter zu haben als die höhersiedenden Anteile.

Bei Versuchen zur hydrierenden Spaltung von Kybol-Rückständen wurden 3 Versuchsreihen mit jeweils verschiedenen Kontakten angestellt. Mit Kontakt 6434 wurde bei Temperaturen von 21-22 MV nur ein geringer Hydrier- und daher auch nur ein geringer Spalt-effekt erzielt. Die Benzinausbeuten waren unbefriedigend und die Benzine noch weitgehend aromatisch, ohne jedoch wesentliche Mengen von Ungesättigten zu enthalten.

Ähnlich schlechte Benzol-Ausbeuten ergab die Anwendung von

nachfolgt. Infolgedessen scheinen die Benzol-Anteile aromatischeren Charakter zu haben als die höhersiedenden Anteile.

Bei Versuchen zur hydrierenden Spaltung von Kysel-Rückständen wurden 3 Versuchsreihen mit jeweils verschiedenen Kontakten angestellt. Mit Kontakt 6434 wurde bei Temperaturen von 21-22 MV nur ein geringer Hydrier- und daher auch nur ein geringer Spalt-effekt erzielt. Die Benzol-Ausbeuten waren unbefriedigend und die Benzine noch weitgehend aromatisch, ohne jedoch wesentliche Mengen von Ungesättigten zu enthalten.

Ähnlich schlechte Benzol-Ausbeuten ergab die Anwendung von Kontakt 6718, der in seiner Aktivität sehr bald nachließ und 20-21 MV. Die Zusammensetzung des Benzols unterscheidet sich jedoch erheblich von dem bei Verwendung von Kontakt 6434 gewonnenen dadurch, dass es fast frei von Aromaten ist und sich aus ungefähr gleichen Anteilen Paraffinen, (die vermutlich z.T. als Seitenketteten von Naphthenen vorliegen,) und Naphthenen zusammensetzt.

Ein Benzol ähnlicher Zusammensetzung wurde in befriedigender Ausbeute beim spaltenden Hydrieren über Kontakt 5058 bei 19 MV erzielt. Die paraffinischen Anteile sind aber wohl mehr verzweigt als die des 6718-Benzols.

Beide Kontakte befördern jedoch offenbar mehr die Bildung von Naphthenen mit mehr oder weniger verzweigten Seitenketten als die erwartete Aufspaltung der polyalkylierten Naphthene in stark verzweigte Paraffine.

Gemeinsam mit:

Dr. Peters
- Free
- Christmann
- Günther

gez. Bueren

Hydrieren von Dialkylbenzol(V.H.T.303)

V.H.T. 303: $d_{20} = 0,850$
A.P.I. = -42,2
 $H_D^{20} = 2,110$

Siedeverhalten

Siedebeg. 170°
- $175^\circ = 4,0$ Vol.-%
- $180^\circ = 95,0$ " "
- $182^\circ = 98,0$ " "
R = 2 " "

Hydrierung von V.H.T. 303:

Ofen 8

Kontakt: 6718
Temperatur: 17 MV.
Druck: 200 atm.
Durchsatz: 100 g u. 300 ltr H_2 /Std
Ausbeute: 87,6 % Flüssigprodukt

V.H.T. 303 hydriert:

$d_{15} = 0,794$
 $H_D^{20} = 1,4388$
A.P.I. = 55,6
A.P.II = 56,5

Zerlegung

Fraktion $-170^\circ = 19,8$ %
 $170-175^\circ = 76,0$ %
 $>175^\circ = 4,2$ %

Siedeverhalten: A.S.T.M.

Siedebeginn 145°
- $170^\circ = 15$ Vol.-%
- $180^\circ = 90$ " "
- $190^\circ = 94$ " "
- $200^\circ = 97$ " "
- $220^\circ = 99$ " "
R = 1,0 " "

Hydrierung von Aethylpropylbenzol(V.H.T.304)

V.H.T. 304: $d_{20} = 0,858$
A.P.I. = -34,6

Siedeverhalten

Siedebeginn: 175°
- $180^\circ = 8$ Vol.-%
- $190^\circ = 81$ " "
- $200^\circ = 98,5$ " "
Rückstd. 1,5 " "

Hydrierung von V.H.T. 304

Ofen 8

Kontakt: 6718
Temperatur: 17 MV.
Druck: 200 atm
Durchsatz: 100 g u. 300 ltr. H_2 /Std.
Ausbeute: 97,6 % Flüssigprodukt.

V.H.T. 304 hydriert:

$d_{15} = 0,798$
 $H_D^{20} = 1,4384$
A.P.I = +58,0
A.P.II = +58,5

Zerlegung:

Fraktion $-165^\circ = 6,7$ %
 $-175^\circ = 18,5$ %
 $-180^\circ = 14,8$ %
 $-185^\circ = 14,4$ %
 $-200^\circ = 45,2$ %

Siedeverhalten: A.S.T.M.

Siedebeginn: 150°
- $165^\circ = 10$ Vol.-%
- $175^\circ = 43$ " "
- $180^\circ = 72$ " "
- $190^\circ = 95$ " "
- $200^\circ = 99$ " "
R. = 1,0 " "

Hydrierung von Kybol-Rückständen.

Kybol-Rückstand (aus $AlCl_3$ -Schlamm)

spez. Gew. 15° = 0,910

A.P.I: -26,4

Siedeverhalten:

Siedebeginn: 220°

- 250° = 55,8 Vol.-%

- 275° = 68,8 " "

- 300° = 74,2 " "

- 325° = 78,7 " "

- 350° = 89,0 " "

R. = 11,0 " "

Hydrierung des Kybol-Rückstandes:

Ofen 3

Kontakt: 6718

Temperatur: 20,5 MV

Druck: 250 atm

Durchsatz: 300 ltr.u. 100g Std.

Ausbeute: 97,5 % Flüssigprodukt

Kybol-Rückstand hydriert:

d_{15} = 0,796

A.P.I: 60,4

A.P.II: 63,5

Zerlegung:

Fraktion - 180° = 32,0 %

> 180° = 68,0 %

Siedeverhalten:

Siedebeginn: 52°

- 80° = 3 Vol.-%

- 100° = 4 " "

- 120° = 6 " "

- 140° = 10,5 " "

- 160° = 18,0 " "

- 180° = 37,5 " "

- 200° = 57,0 " "

- 220° = 82,5 " "

- 240° = 92 " "

- 260° = 97,0 " "

R. = 3,0 " "

Kat. Cracken von hydrierten über 200° siedenden
Kvbolrückständen.

Crackbedingungen:

Temperatur 430°
Durchsatz: 1 Vol./Vol u. Std.
Katalysator: Kieselsäure-Aluminium
Fahrweise: 1 Std. Cyclus.

Crack-Ausbeuten:

19,7% Benzin - 150°
15,7% Schwerbenzin 150-200°
6,6% C₃ und C₄
53,0% Mittelöl 200-350°
5,0% Gas+Koks+Verlust

Untersuchung: des Benzins -150°

d₁₅ = 0,710
A.P. = +36°
Jodzahl = 49,0
Siedeverhalten:
Siedebeginn: = 23°
- 50° = 25,0 Vol. %
- 70° = 40,0 " "
- 90° = 55,0 " "
- 100° = 63,5 " "
- 120° = 80,0 " "
- 150° = 98,0 " "
E.P. 153°/99%
O.2.M. = 77,5
+0,12Pb = 91,5

des Schwer-Benzins 150-200°

d₁₅ = 0,834
A.P. = +10,8
Jodzahl = 10,0
Siedeverhalten:
Siedebeginn: = 159°
- 170° = 25 %
- 200° = 90,5%
R.P. 210/98,5
O.2.M. = 74,2
+0,12Pb = 85,2

(unstabilisiert) Rückstand >200°

d₁₅ = 0,858
A.P. = +50,5

C₃ und C₄ -Verteilung

9,5% C₃H₆
37,1% C₃H₈
7,9% C₄H₈
38,7% C₄H₁₀ (93% iso)
6,8% C₅ + höher KW

Crackgas C₀-C₂

0,8% CO₂
17,0% O₂
0,8% O₂
3,4 % H₂
0,4% CO
5,2% Zunahme
67,2% KW
10,4% H₂

Siedebeginn: 216°
- 225° = 22,5 %
- 250° = 72,5 %
- 300° = 95,0 %
- 325° = 96,0 %
- 350° = 98,2 %
Rückstd. 1,8 %

Spaltende Hydrierung von Kvbol-Rückstand mit Kontakt 6434.

Fahrweise:

Ofen 10

Temperatur: 21,5 MV
Druck : 200 obm
Durchsatz : 200 ltr. H₂ u. 75 g/Std
Ausbeute : 93,3 % Flüssigprodukt
Zerlegung des Flüssigproduktes
Fraktion - 160° = 22,4 %
>160° = 77,6 %

Benzin - Untersuchung:

Spez. Gew. 15 = 0,767
A.P.I. = -1,2
A.P. II = +59,5

Siedeverhalten A.S.T.M.

Siedebeginn: 27°

- 40° = 3 Vol. %
- 50° = 4,5 "
- 60° = 6,5 "
- 70° = 8,5 "
- 80° = 12,5 "
- 100° = 20,5 "
- 120° = 33,5 "
- 130° = 45,0 "
- 140° = 63,0 "
- 150° = 78,0 "
- 160° = 83,0 "
- 170° = 86,0 "
- 180° = 88,5 "
R. = 1,5 "
V. = 10,0

O.Z.M. = 72,5 } stabilisiert
+ 0,12Pb = 91,5 }

Mittelöl - Untersuchung:

Spez. Gew. 20 = 0,872
A.P.I. = -21

Aromaten = 57,7 %
Naphthene = 14,6 %
Paraffine = 27,7 %
Ungesättigte 0,0 %

Spalthydrierung von Kvbol-Rückstand mit Kontakt 6718.

Fahrweise:

Ofen 3

Temperatur: 20,5 MV
Druck : 250 atm
Durchsatz : 100 g u. 300 ltr. H₂/Std.
Ausbeute : 97,5 % Flüssigprodukt
Zerlegung des Flüssigproduktes
Fraktion - 180° = 32 %
>180° = 68 %

Untersuchung des Benzins -180° =

Spez. Gew. 15 = 0,765
A.P.T. = 54,6 %
A.P. II. = 56,2 %

Siedeverhalten:

Siedebeginn: 48°

- 80° = 3,5 Vol. %
- 100° = 9,5 "
- 110° = 14,5 "
- 120° = 21 "
- 130° = 28,5 "
- 140° = 37 "
- 150° = 52,0 "
- 160° = 69,0 "
- 170° = 84,0 "
- 180° = 94,0 "
- 190° = 98,0 "
R. = 1,5
V. = 0,5

Aromaten = 1,6 %
Naphthene = 44,8 %
Paraffine = 53,6 %
Unges. = 0 %

O.Z.M. = 51,8
+ 0,12Pb = 76,5

Spalthydrierung von Kybol-Rückstand mit Kontakt 5058.

Fahrweise:

Ofen 3

Temperatur : 19 MV
 Druck : 250 atm
 Durchsatz : 100 g u. 300 ltr. H₂/Std.
 Ausbeute : 90 % Flüssigprodukt
 Zerlegung des Flüssigproduktes
 Fraktion -160° = 59,2 %
 >160° = 40,8 %

Untersuchung des Benzins <160°

Spez. Gew. 15 = 0,729
 A.P. I. = +53,5
 A.P. II. = +56,3
 Siedeverhalten A-B.T.M.
 Siedebeginn: 58°
 - 70° = 4,5 Vol. %
 - 80° = 18,5 " "
 - 90° = 31,5 " "
 - 100° = 45,0 " "
 - 110° = 58,0 " "
 - 120° = 71,8 " "
 - 130° = 86,2 " "
 - 140° = 93,0 " "
 - 150° = 96,0 " "
 B.P. 152/97,5%
 R = 1,0
 V. = 1,5
 O.Z.M. = 71,5 (65,5)
 +0,12Pb = (84,5)

Untersuchung des Rückstandes >160°

Spez. Gew. 15 = 0,804
 A.P. I. = 51,2
 Siedeverhalten:
 Siedebeginn: = 162°
 - 170° = 8,0
 - 180° = 38,0
 - 200° = 70,5
 - 225° = 90,0
 - 250° = 96,0
 B.P. 275/98,5
 R. = 1,5
 Aromaten = 5,0
 Naphthene = 39,0
 Paraffine = 55,5
 Unges. = 0,5

SECRET

Director, Administration, War Relocation Authority
Director, Administration, War Relocation Authority
Director, Administration, War Relocation Authority
Director, Administration, War Relocation Authority
Director, Administration, War Relocation Authority

War Relocation Authority
Director, Administration, War Relocation Authority

er
Direkte Benziniung von Steinkohleverflüssi-
gungsmittelöl über Kontakt 6434 bei 600 atm.

Zusammenfassung.

Die Ergebnisse der einstufigen Verarbeitung (ohne Vorhydrierung) von Scholvener Mittelöl auf L-Benzin über Kontakt 6434 bei 600 atm werden denen des normalen zweistufigen Verarbeitungsganges bei 200-250 atm (Vorhydrierung + Benzinierung) gegenübergestellt.

Bei 26 MV lässt sich das nicht vorhydrierte Mittelöl mit guter Leistung (0,6) Benzinieren. Vorteile der Einstufenfahrweise = Etwas bessere Benzinleistung auf den gesamten Hochdruckraum, etwas geringere Vergasung. Nachteile = Etwas geringerer Butangehalt der C₁-C₄-Vergasung, etwas geringerer iso-Gehalt in C₄, etwas geringere Bleiempfindlichkeit des Benzens in den Fraktionen unter 100° bei gleicher Grundoktanzahl.

Die geringere Bleiempfindlichkeit dürfte bei Fahren auf Leichtbenzin (100°, Endpunkt) zu Gunsten der 2-stufigen Fahrweise entscheiden lassen.

Bei der Herstellung von 87er-Kraftstoff könnte der Vorteil der einstufigen Fahrweise hinsichtlich Vergasung dadurch aufgehoben werden, dass man auch bei der 2-stufigen Fahrweise die 6434-Stufe bei 700 atm führt und dadurch dort ebenfalls die Vergasung senkt, wonach die 2-Stufenfahrweise wegen der etwas günstigeren O.Z. ebenfalls vorzuziehen wäre.

Versuchsverlauf: Scholvener Verflüssigungsmittelöl wurde bei 600 atm in einstufiger Fahrweise im 1 Ltr.-Ofen über Kontakt 6434 auf L-Benzin verarbeitet. Der Kontakt war vorher schon über 800 Stunden in Betrieb gewesen, und zwar waren während dieser Zeit verschiedene Vorhydrierungsmittelöle sowie Elverather Gasöl teils bei 200, teils bei 600 atm benzinert worden. Der Ofen wurde dann bei 24 MV (459°) auf Verflüssigungsmittelöl umgestellt und bei Durchsatz 1 mit 3 obm Gas/kg Öl und 40 % Rückführung gefahren. Da die Benzinkonzentration

- 2 -

659

ratur auf 26 MV (493°) erhöht und gleichzeitig der Durchsatz auf 1,3 vorgefahren. Die Benzinkonzentration betrug nunmehr 55 %, entsprechend einer Leistung von 0,60. Dann wurde die Gasmenge versuchsweise auf die Hälfte (1,5 obm/at) zurückgenommen, wobei die Leistung bei geringem Ansteigen der Aromaten auf 0,45 (34 % Benzin im Abstreifer) zurückging. Eine zu niedrige Gasmenge ist danach ungünstig.

Zum Vergleich dieser Fahrweise mit der üblichen 2-stufigen bei 250 atm sind in der Tabelle die für Leistung, Vergasung und Benzineigenschaften erhaltenen Daten der entsprechenden für die Mischbenzin aus der Vorhydrierungs- und Benzinierungsstufe bei 2-stufiger Fahrweise gegenübergestellt. Der Vergleich zeigt folgendes:

Unter geeigneten Fahrbedingungen kann in der einstufigen Fahrweise eine höhere Leistung erreicht werden als bei der zweistufigen (0,6 gegenüber 0,5). Die Vergasung (C₁-C₄ bezogen auf Benzin + Vergasung) ist bei der einstufigen Fahrweise etwas geringer als bei der zweistufigen (im Mittel 14 gegenüber 17 %). Würde man allerdings die Benzinierungsstufe bei der 2-stufigen Fahrweise ebenfalls bei 700 atm durchführen, so würde nach Angaben von Dr. Peters der Vorteil der einstufigen Fahrweise hinsichtlich der Vergasung verschwinden. Den Vorteilen der 1-Stufenfahrweise stellen folgende Nachteile gegenüber:

Der Butangehalt der Vergasung ist bei der einstufigen Fahrweise anscheinend etwas geringer als bei der zweistufigen (bei 26 MV nur ca 40 %), sodass die C₁-C₃-Vergasung bei beiden Fahrweisen gleich sein dürfte. Auch der Isogehalt des Butans ist beim einstufigen Fahren möglicherweise etwas niedriger, entsprechend müsste vermutlich auch der Verzweigungsgrad der Paraffine im Benzin geringer (s.d.O.Z. des Benzins weiter unten) sein.

In Siedekurve, Dampfdruck und Zusammensetzung der Benzine sind keine grossen Unterschiede. Bei einstufigem Fahren können etwas höhere Aromatenkonzentrationen erreicht werden; das Benzin scheint dabei aber wie sich aus dem Vgl. der Oktanzahlen ergibt, etwas mehr normale und etwas weniger Isoparaffine zu enthalten. Mit 0,12 % Pb wird ein Motorwert von 87 erreicht. In dieser Beziehung zeigt die zweistufige Fahrweise eine gewisse Überlegenheit, da man bei ihr auf ca. 89 kommen kann.

Die Benzine aus den Fahrperioden bei 24 und 26 MV wurden in Fraktionen zerlegt und die Oktanzahlen der einzelnen Fraktionen

bestimmt. Auf dem angehängten Kurvenblatt sind die Oktanzahlen über den mittleren Siedepunkt der Fraktionen aufgetragen und mit entsprechen den Fraktionenzerlegungen von 200 u. 600 atm-6434-Benzin bei zweistufiger Fahrweise verglichen. Man erkennt, dass in der Grundoktanzahl sämtliche Benzine übereinstimmen. Bei der einstufigen Fahrweise wird dabei der etwas geringere Verzweigungsgrad der Paraffine durch den etwas höheren Aromatengehalt kompensiert. Bei den Bleikurven zeigt sich die schon oben besprochene Unterlegenheit des Einstufenbenzins und zwar in zunehmendem Masse, je tiefer der Siedepunkt der Fraktion liegt. Bei Zumischung des Vorhydrierungsbenzins zu dem Benzin der zweistufigen Fahrweise wird die Differenz zwischen beiden Bleikurven allerdings etwas geringer.

Gemeinsam mit:

Dr. Donath
Nonnenmacher
Fürst
Dehn
Meier

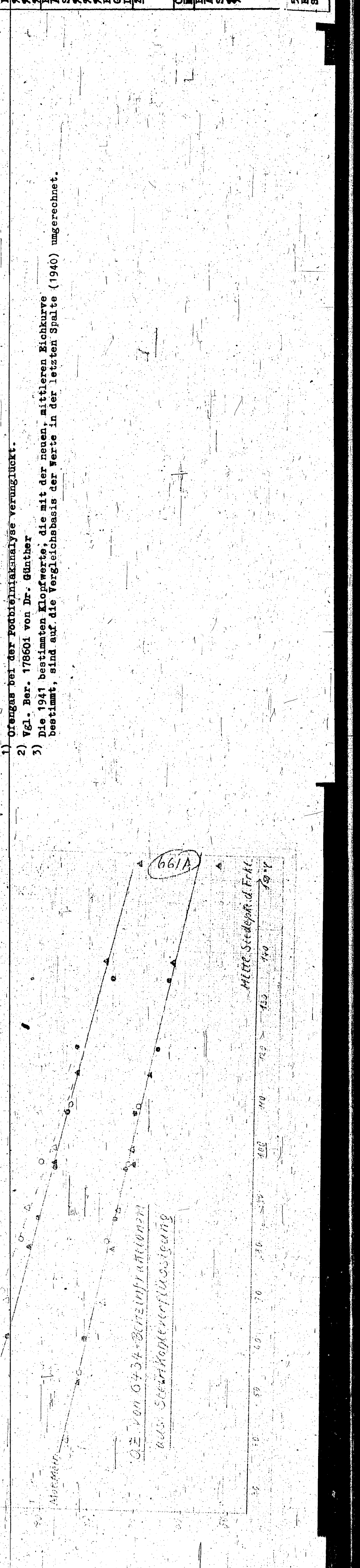
gez. Reitz

Ofen 308/III v.21.-27.1.1941 Einstufige Fahrweise über Kontakt 6434 bei 600 atm.

Datum	22.1.1941	23.1.1941	25.1.1941	26/27.1.1941	z. Vgl. 2-stufige Fahrweise: ü. 7846 6434 b. 250 atm	In Fraktion zerlegt
Betriebsstunden	947	971	1011	1045	-	18.12.a 14.1. ab
Druck	600	600	600	600	250	600
Temperatur MV	24	24	26	26	22,5	19,7
Durchsatz/kg/Itr.u.Std.	1,04	1,04	1,30	1,30	1,0	1,5
% Frischöl	60	60	70	70	100	60
cbm Gas/kg Öl	3,0	3,0	3,0	1,5	3,0	2,0
S-Zusatz (% F 474)	0,5	0,5	0,5	0,5	1,0	0,5
Benzinleistung	0,28	0,31	0,60	0,45	0,18	0,71
Benzinkonzentration	31	32	55	34	-	61
% Vergasung/Bi+Vergas.	14,3	12,9	{18?}	11,8	19,5 (gesch. 17)	39
% C ₁ in Vergasung	56,7	61,3	{40?}	40,3	-	-
% iso im C ₄	70	67	60	57	{70}	-
Benzin: spez. Gew. / 20°C	0,753	0,756	0,744	0,752	0,740	0,697
Anilinpunkt °C I/II	+35,8/50,5	+37,5/50,5	+43,5/51,5	+33,2/50,0	+43/50,5	+49/56
Siedebeginn °C	52	55	40	42	58	28
% - 70°	3	3	7	7,5	10	34
% - 100°	41,5	34	40	41	43	79
% - 150°	-	-	89	97	95	-
Endpunkt °C/%	138/97,0	143/97,5	165/98,5	150/97	160/-	113
Gasverlust %	2,0	1,5	-	2,0	-	6
Dampfdruck atm	0,273	-	0,44	-	0,40	1,05
Zusammensetzung: Paraffine	30	30,5	33	28	35	45
Naphthene	56,5	57,5	59,5	56	57	44
Aromaten + Unges.	13,5	12,0	7,5	16	8	5
Jodzahl	-	1,0	2,9	2,1	~2	1
O.z. Res. Meth./R.M. +0,12 Pb	77,2	74,3/84,5	74,5	-	-	85,2
Mot.-Meth./M.M. +0,12 Pb	71,5/87	69,5/85	720/875	73,5/89	74/89	81/98
B-Mittelöl: spez. Gew. / 20°C	0,836	0,840	0,852	0,830	0,776	0,794
Anilinpunkt °C	+48,0	+48,0	+37,5	+47,0	+50	+43,8
Siedebeginn °C	163	173	174	169	108	132
% - 200	58,5	48	42	52	94	88
50 % - Punkt	199	202	208	198	144	156
Endpunkt °C/%	288/99	291/99	300/98	272/98,5	243/98	248/98
Stickstoff	-	0,004	-	-	-	-

Probenbeschreibung	56,7	61,3	11,8	19,5 (gesch. 17)	11,8	40,3	57	0,744	0,752	0,740	0,674	0,697
in Vergasung	70	67	57	70	57	40,3	57	0,744	0,752	0,740	0,674	0,697
Benzin: spez. Gew. / 20	+35,8/50,5	+37,5/50,5	+43,5/51,5	+43,5/50,5	+43,5/50,5	+35,8/50,5	+37,5/50,5	+43,5/51,5	+43,5/50,5	+43,5/50,5	+525/535	+49/56
Anllinpunkt 8 I/II	52	55	42	52	42	52	55	42	42	52	21	28
Siedebeginn °C	3	3	7,5	3	7,5	3	3	7,5	7,5	3	49	34
% - 70°	41,5	34	41	41,5	41	41,5	34	41	41	41,5	87	79
% - 100°	138/97,0	143/97,5	165/98,5	143/97,5	165/98,5	138/97,0	143/97,5	165/98,5	165/98,5	165/98,5	108	113
% - 150°	2,0	1,5	2,0	2,0	2,0	2,0	1,5	2,0	2,0	2,0	8	6
Gasverlust %	0,373	—	0,44	0,373	—	0,373	—	0,44	—	—	1,44	1,05
Dampfdruck atm	30	30,5	33	30	30,5	30	30,5	33	33	30	45	50
Zusammensetzung: Paraffine	56,5	57,5	56	56,5	57,5	56,5	57,5	56	56	56,5	53	44
Naphthene Gew. %	13,5	12,0	16	13,5	12,0	13,5	12,0	16	16	13,5	1	5
Aromaten + Unges.	—	1,0	2,9	—	1,0	—	1,0	2,9	2,9	—	1	1
Jodsahl	71,2	74,5/84,5	74,5	71,2	74,5/84,5	71,2	74,5/84,5	74,5	74,5	71,2	85,8/97,8	85,2
0,2% Res. Meth./R.M. + 0,12% B.	0,836	0,840	0,852	0,836	0,840	0,836	0,840	0,852	0,852	0,836	84/98	81/98
Mot.-Meth./M.M. + 0,12% B.	+48,0	+48,0	+37,5	+48,0	+48,0	+48,0	+48,0	+37,5	+37,5	+48,0	+50	+43,8
B-Hittelgl: spes. Gew. / 20°C	163	173	174	163	173	163	173	174	174	163	108	132
Anllinpunkt °C	38,5	48	52	38,5	48	38,5	48	52	52	38,5	94	88
Siedebeginn °C	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
% = 200	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—	—
50 % - Punkt	199	202	208	199	202	199	202	208	208	199	144	156
Endpunkt °C/%	288/99	291/99	300/98	288/99	291/99	288/99	291/99	300/98	300/98	288/99	243/98	248/98
Stickstoff	—	0,004	—	—	0,004	—	—	—	—	—	—	—

Einstufige Farrweise { • Ofen 508/III - 22.1.
 600 atm Mont. 6434 { Δ dt. v. 25.1 - 20 min
 Zweistufige Farrweise { • dt. v. 14.1. 200 atm
 Mont. 7846 / 6434 { Δ dt. v. 19.5 min
 (50% Kth. - B.) { Δ dt. v. 18.12. 600 atm
 19,5 min



1) Ofengas bei der Fotbrianiakanalyse verunglückt.
 2) Vgl. Ber. 178601 von Dr. Günther
 3) Die 1941 bestimmten Klopffwerte, die mit der neuen, mittleren Eichkurve bestimmt, sind auf die Vergleichsbasis der Werte in der letzten Spalte (1940) umgerechnet.

TITLE PAGE

Untersuchung über die Anwendung von 700 oder
300 in 1848.
The use of 700 or 300 in 1848.
No. 1000 - 1000

Untersuchung über die Anwendung von
700 oder 300 atm in Gasphase.

Die Prüfung, ob für die Gasphase 700 oder 300 atm richtiger sind, ist in verschiedener Richtung von Bedeutung:

- 1) allgemein, d.h. für die Bensingierung und breite Anwendung der Gasphase;
- 2) für die Herstellung von Hochleistungskraftstoffen durch aromatisierende Behandlung;
- 3) für die Frage der Kombination der Bensingierung oder Aromatisierung mit der Dehydrierung für die Herstellung von Hochleistungskraftstoffen;
- 4) für den besonders dringenden Fall für Schlesien.

Die Gasphase bei 700 atm war von der I.G. Farbenindustrie AG gleichzeitig mit der Sumpfphase bei 700 atm in Angriff genommen und auch katalytisch entwickelt worden. Die weitere praktische Anwendung der 700 atm-Fahrweise in der Gasphase, die grundsätzlich gestattet, weniger edle Katalysatoren anzuwenden, mit den Durchsätzen höher und der Vergasung herunter zu kommen, war nicht weiter von der I.G. technisch entwickelt worden

- 1) weil materialmässig ein Engpass vorhanden war hinsichtlich der Öfen;
- 2) weil das Material technisch noch nicht genügend entwickelt war;
- 3) weil die Kosten bei den 700 atm zunächst wenigstens, solange sie in der Entwicklung waren, unter Berücksichtigung des Durchsatzes, teurer erschien als bei 300 atm, sodass

man nur, wo es dringend notwendig war, in der Sumpphase für die Verarbeitung von Asphalten und schwer verarbeitbaren Kohlen, 700 atm wählte, sonst aber bei 300 atm blieb (Leuna).

Anders ist die Lage da, wo ausser der 700 atm-Sumpphase nur eine kleine Gasphase vorhanden ist, besonders dann, wenn sie später angebaut wurde. In solchen Fällen erscheint es von vorne herein zweckmässig, unter gleichem Druck zu arbeiten. Von diesen Überlegungen ausgehend hat Welheim den richtigen Weg eingeschlagen, technisch 700 atm in der Gasphase anzuwenden. Welheim konnte hierdurch mit gemeinsamem Gaskreislauf in Sumpf- und Gasphase arbeiten (Einsparung von Umlauffumpen und Kompressoren); ausserdem erhielt Welheim, das als Rohstoff Pech hydrierte, bei der 700 atm-Aromatisierung einen Hochleistungskraftstoff mit 50 Vol.% Aromaten (VT 706).

Kurz nach Kriegsbeginn gewann die Beschaffung von Hochleistungskraftstoffen auf Aromatenbasis (50 Vol.%), über die schon lange in Ludwigshafen zusammen mit dem R.L.M. gearbeitet worden war, praktisches Interesse. Um in kurzer Zeit geringere Mengen an Aromatenbensin zu erzeugen, wurden einige der 300 atm-Kammern in Scholven, Pölitz und Gelsenberg auf Aromatisierung umgestellt. Das dort aus Steinkohle gewonnene CV_2^b mit etwa 50 Vol.% Aromaten ist dem aus Pech gewonnenen VT 706^b praktisch gleichwertig.

Mit steigendem Bedarf an aromatischen Treibstoffen liess sich neben einem beschränkten Ausbau der CV_2^b -Kammern das neu entwickelte DHD-Verfahren einsetzen, das gegenüber einer weiteren

Verstärkung der Aromatisierung folgende Vorteile hat:

- 1) bei vollständiger Umstellung der vorhandenen Hydrieranlagen auf Aromatisierung wären apparative Änderungen in den Anlagen (Vorheizer, Ölwäsche etc) nötig und damit ein zeitweiser Produktionsausfall verbunden. Die DHD-Anlage dagegen stellt eine zusätzliche Verarbeitung des in den bisherigen Anlagen gewonnenen Fertigenbensin dar;
- 2) das DHD-Verfahren erlaubt, aus dem gleichen Rohstoff bessere Produkte gleichen und auch höheren Aromatengehaltes herzustellen;
- 3) das DHD-Verfahren ermöglicht die Herstellung von Hochleistungskraftstoffen aus einer grösseren Zahl von Rohstoffen als die Aromatisierung, was z.B. für die Anlage in Pölitz von grosser Bedeutung ist.
- 4) das aufgestellte Isooktan-Alkylat-Programm, das bei Herstellung von Hochleistungskraftstoffen durch Aromatisierung stark eingeschränkt werden müsste, kann bei der Dehydrierung aufrecht erhalten werden.
- 5) das DHD-Verfahren lässt sich auch mit der Aromatisierung kombinieren.

Aus diesen Überlegungen heraus wurde in Pölitz, Scholven, für die Ausbaustufe I Oberschlesien und für Leuna der Bau von DHD-Anlagen beschlossen.

Für weitere Neuanlagen, insbesondere für die Ausbaustufe II Oberschlesien sollte die Frage der zweckmässigen Herstellung von Hochleistungskraftstoffen auf Grund der bisherigen Erfahrungen neu geprüft werden. Um die 700 atm-Aromatisierung in diese Prüfung

zu einbeziehen/können, mussten dem neuesten Stand-entsprechende Unterlagen für die Verarbeitung von Steinkohleverflüssigungsmittelöl beschafft werden. Gemäss Abmachung wurden daher Anfang 1941 in Welheim und in Ludwigshafen-Oppau Vergleichsversuche mit Steinkohleverflüssigungsmittelöl in Angriff genommen. Die Aromatisierungsversuche wurden durchgeführt

- a) mit Steinkohleverflüssigungsmittelöl aus Scholven,
- b) mit einem Steinkohleverflüssigungsprodukt, das in seiner Zusammensetzung, insbesondere seinem Gehalt an Sumpfbenzin, dem später für Oberschlesien zur Verfügung stehenden Gasphase-Einspritzprodukt entspricht.

Die Ergebnisse der Versuche in Welheim und Ludwigshafen-Oppau stimmen gut überein. Die wichtigsten Zahlen seien hier kurz nebeneinander gestellt:

Fahrweise	Verarbeitung von Steinkohleverflüssigungsprodukt	
	a) Typ Scholven auf Mittelöl + Benzol (etwa 10% Sumpfbenzin)	b) Typ Oberschlesien auf Heizöl (etwa 40% Sumpfbenzin)
Wasserstoffdruck atm		
Durchsatz		
Leistung		
Vergasung %		
Ausbeute %		
Wasserstoffverbrauch		
Benzinqualität:		
spez. Gewicht		
Anilinpunkt		
% -100 °C		
Endpunkt °C		
Vol.-% Aromaten + Ungesättigte		
Oktanahlen:		
CFR-Motormethode		
" "+0,12 Pb		

Man erhält also aus Steinkohleverflüssigungsmitteln
im Fall a) ein Produkt mit etwa 40 Vol.% Aromaten, im Fall b)
mit etwa 35 Vol.% Aromaten. Nach Untersuchungen der D.V.L. und
des Technischen Prüfstandes Oppau der I.G. Farbenindustrie A.G.
entspricht das Produkt a) etwa C_3 -Qualität (Bestätigung fehlt
noch!), mit dem Produkt b) dagegen wird C_3 -Qualität nicht erreicht.
Es muss daher weiteren Untersuchungen vorbehalten bleiben, wie
diese Produkte als Hochleistungskraftstoffe verwertet werden
können.

Die Entwicklung der 700 atm-Gasphase hängt aber nicht nur
von der Aromatisierung, sondern auch von den Möglichkeiten ab,
durch Kombination der 700 atm-Fahrweise, s.B. mit der Dehydrierung
Hochleistungskraftstoffe herzustellen. Wichtig ist weiter ihre
Brauchbarkeit für die Herstellung von Autobensin und von L-Bensin
(Typ O.Z. 87 verbleit) und ihre Anwendbarkeit auf die Verarbeitung
schwerer Öle über festen Kontakt.

Sieht man bei der Aromatisierung bei 700 atm einmal von der
Schwierigkeit ab, die gewünschte Aromatenkonzentration von 50 Vol.%
zu erreichen, so sind doch Leistung und Konzentration höher als
bei 300 atm. Dies gilt auch für die Bensinierung und für die Ver-
arbeitung von schwerem Öl über festen Kontakt, ein Verfahren, dem
gerade für Oberschlesien, wo möglicherweise einmal Heizöl auf
Bensin zu verarbeiten ist, Bedeutung zukommt.

Vergasungszusammensetzung bei Benzinierung und Aromatisierung.

Zusammenfassung.

1.) Im Jahre 1940 wurden im Labor von Dr. Meier für Versuche in den kleinsten Gasphaseöfen (50 bis 200 ccm) 123 auswertbare Poblelnak-Gasanalysen ausgeführt. Diese verteilen sich wie folgt:

I:	29	Analysen für Benzinierungsversuche bei 250 at
II:	5	" " " " " 600 at
III:	55	" " Aromatisierungsversuche b. 250 at
IV:	28	" " " " " 600 at
V:	9	" " verschiedene andere Versuche.

Die Versuche jeder einzelnen Gruppe wurden eingehend statistisch bearbeitet, um ev. Gesetzmässigkeiten aufzudecken.

2.) a) Bei der 200- bzw. 250-at-Benzinierung wurde bei allen Versuchen mehr als 50 % C₄ im Gas und zwischen 63 und 78 % Isobutan im Butan erhalten.

b) Von der Art des Ausgangsproduktes (Steink., Braunk., Erdöl) waren die Werte unabhängig.

c) Die Unterschiede im Isobutangehalt des Butans zwischen 63 und 78 % haben bei den Oktanzahlen der Benzine keine Parallele.

d) Der Isobutangehalt des Butans ist anscheinend von der Benzinierungstemperatur schwach abhängig. Höhere Benzinierungstemperaturen gaben niedrigeren Isobutangehalt.

3.) Bei der 600-at-Benzinierung vorhydrierter Mittelöle liegen die Verhältnisse praktisch ebenso wie bei 250 at.

4.) a) Bei der 250-at-Aromatisierung (Temperaturbereich 493-510°C) wird im Mittel viel weniger Butan (17%) im Gas und viel weniger Isobutan (22%) im Butan erhalten als bei der Benzinierung.

b) Kohle-Kontakte gaben mehr Aromaten in Benzim (53%) als

185/161

- Ton- und Terrana-Kontakt. In Spaltung, Vergasung und C_4 -Gehalt des Gases bestanden keine größeren Unterschiede. In der Isomerisierung ($\% iC_4/oC_4$) besteht eine deutliche Reihenfolge: Terrana (23) Tonerde (15) Kohle (12).
- c) Bei steigender Spaltung ist der Aromatengehalt der Benzine konstant und fällt erst über einer Benzin-Konzentration von mehr als 40% - 180 etwas ab. Die Höhe der Vergasung sinkt mit steigender Benzin-Konzentration etwas ab. Mit steigender Benzin-Konzentration steigt der C_4 -Gehalt des Gases. Die Isomerisierung des Butans fällt aber bei steigender Spaltung etwas ab.
 - d) Mit steigendem Aromatengehalt der Benzine steigt die Vergasung etwas. Der C_4 -Gehalt des Gases fällt stark und der Isobutangehalt des Butans schwach ab.
 - e) Für die Diskussion einer Temperaturabhängigkeit ist der Temperaturbereich 493-510°C klein.
 - f) Zu c, d, e vergleiche Tabelle I und Kurvenblatt I und II.
- 5) a) Bei der 600 at-Aromatisierung wird im Mittel gegenüber 250 at erhalten: Mehr Spaltung, weniger Aromaten, geringere Vergasung, mehr Butan im Gas und etwas bessere Isomerisierung (doppelt soviel Isobutan).
- b) Hinsichtlich der Spaltung bestehen beim Aromatengehalt des Benzins, Vergasungs-Höhe und C_4 -Gehalt dieselben Abhängigkeiten wie bei 250 at. Der Isobutangehalt des Butans nimmt hingegen mit steigender Spaltung zu.
 - c) In Abhängigkeit vom Aromatengehalt der Benzine bestehen dieselben Zusammenhänge wie bei 250 at, teilweise in verstärktem Maße.
 - d) Zu b und c vergleiche Tabelle II und Kurvenblatt I und II.

gez. Günther

I: Benzinierung bei 250 at. (29 Versuche).

A: Produkt-Versuche: 17 Versuche wurden mit frischem 6434 durchgeführt mit dem Zweck, Zahlenunterlagen für die normale Verarbeitung (auf Auto-Flug- oder Beichtbenzin) verschiedener Produkte zu erhalten (sogenannte "Produkt-Versuche"). An Ausgangsprodukten wurden verarbeitet: Vorhydrierte Mittelöle aus Steinkohlenteer, Steinkohleverflüssigung, Braunkohlenteer, Braunkohleverflüssigung und Erdöl-Krackrückständen, ferner Crack-Mittelöle und Erdöl-Gasöle. Die Temperaturen wurden hierbei so

I: Benzinierung bei 250 at. (29 Versuche).

A: Produkt-Versuche. 17 Versuche wurden mit frischem 6434 durchgeführt mit dem Zweck, Zahlenunterlagen für die normale Verarbeitung (auf Auto-Flug- oder Leichtbenzin) verschiedener Produkte zu erhalten (sogenannte „Produkt-Versuche“). An Ausgangsprodukten wurden verarbeitet: Vorhydrierte Mittelöle aus Steinkohlenteer, Steinkohleverflüssigung, Braunkohlenteer, Braunkohleverflüssigung und Erdöl-Krackrückständen, ferner Crack-Mittelöle und Erdöl-Gasöle. Die Temperaturen wurden hierbei so eingestellt, dass der Anfall ca 70 % bzw. 50 % siedegerechtes Autobenzin bzw. 87er-Kraftstoff enthielt, und betragen zwischen 365 und 425°C. Die Vergasungen, bezogen auf C₄-freies Benzin, lagen zwischen 18 und 25% bei Benzinendpunkt 150°C, entsprechend niedriger bei Autobenzin-Fahrweise. Die Vergasung wurde jeweils auf ihren C₄-Gehalt untersucht, die C₄-Fraktion wiederum auf Isobutangehalt. Der C₄-Gehalt der Vergasung (Gew.%) lag bei allen Versuchen über 50 %, bei einigen Versuchen sogar über 80 %. Der Isobutangehalt der C₄-Fraktion lag bei allen Versuchen innerhalb der engen Grenzen 63-78 %.

An Gesetzmäßigkeiten lässt sich aussagen:

- 1.) Mit steigender Temperatur werden geringere Isobutangehalte im Gesamtbutan erhalten (innerhalb der Grenzen 63-78% starke Streuung der Werte).
- 2.) Vom Ausgangsprodukt (Steinkohle, Braunkohle, Erdöl) ist weder der Butangehalt der Vergasung noch der Isobutangehalt des Butans abhängig.¹⁾
- 3.) Eine Abhängigkeit der O.Z. der 87er-Kraftstoffe vom Isobutangehalt des Butans kann auch unter Berücksichtigung der übrigen O.Z.-bestimmenden Faktoren nicht festgestellt werden.
- 4.) Eingegen ist die O.Z. der 87er-Kraftstoffe vom Ausgangsprodukt abhängig. Es wurden erhalten

aus Steinkohlenteer	87er-Kraftstoffe mit im Mittel O.Z. Mot.77
" Steinkohleverfl.	" " " " " " 75
" Braunkohlenteer	" " " " " " 74
" Braunkohlenverfl.	" " " " " " 73,5
" Erdöl	" " " " " " 72,5

¹⁾ In der Sumpf-Phase sind zwischen Steinkohle und Braunkohle hier noch Unterschiede erkennbar.

*) In der Sumpf-Phase sind zwischen Steinkohle und Braunkohle hier noch Unterschiede erkennbar.

- 4 -

6. In Bezug auf den C₄-Gehalt der Vergasung konnten keinerlei Gesetzmäßigkeiten aufgedeckt werden. Das zu Grunde liegende Zahlenmaterial dürfte auch weit weniger genau als die Angaben über den Iso-Butan-Gehalt des Gesamtbutans sein (Verluste !)

B; Kontakt-Versuche: Es wurde meist auf Autobenzin gearbeitet und die Temperatur so eingestellt, dass der Abstreifer 80-70% siedegerechtes Autobenzin enthielt. Sofern die Kontakte bei denselben Temperaturen wie 6434 arbeiteten, wurden ähnliche Werte hinsichtlich der Vergasungszusammensetzung erhalten wie beim 6434. Ein in Scholven ausgebauter 6434, der ca 600 Tage in Betrieb war, arbeitete erst bei 425° einigermaßen zufriedenstellend und ergab nur 58 bzw. 64 % Isobutan im Gesamtbutan. Ein Tonerde-Mo-Kontakt, der erst bei ca 500° genügend spaltete, ergab sogar nur 24-28 % Isobutan im Gesamtbutan. (dies entspricht der in Abschnitt Ia unter 1.) aufgeführten Abhängigkeit der Isomerisierung von der Temperatur). 5058 (65% 1C₄/C₄) isomerisiert anscheinend (es liegt nur eine Analyse vor) eine Kleinigkeit schlechter als 6434 und andere Terranakontakte (70-75% 1C₄/C₄).

II. Benzinierung bei 600 at.

Es liegen bisher nur 5 Analysen vor. Die Vergasung war meist bedeutend geringer als bei 250 at. Die Zusammensetzung der Vergasung war grundsätzlich von der bei 250 at nicht verschieden. Ebenso wie dort wurden hier immer über 50 Gew.-% Butan im Gesamtgas gefunden, bei einem Versuch sogar über 80 %. Der Gehalt des Butans an Isobutan bewegte sich mit 56 bis 78 % ebenfalls in engen Grenzen und lag mit im Mittel 66 % nur unwesentlich tiefer als bei 250 atm mit 70 %.

Eine klare Abhängigkeit der Isomerisierung von der Temperatur liegt zwar nicht vor, doch deuten die Ergebnisse ebenfalls darauf hin, dass bei höheren Temperaturen weniger Isobutan im Butan erhalten wird.

III. Aromatisierung bei 250 at.

Diese Versuchsgruppe ist mit 55 Analysen weitaus am besten untersucht. Da alle Versuche in dem engen Temperaturbereich 493-510°C angeführt wurden, kann eine Temperaturabhängigkeit der Größen C₄/C₁-C₄ und 1C₄/Ges-C₄ nicht diskutiert werden.

- 5 -

- 5 -

Im Mittel wurden mit 22,4% C₄ im Gas und 17 % Iso-C₄ im Gesamt-C₄ bedeutend geringere Werte gefunden als bei der Benzinierung. Dies entspricht auch der bei der 250 at-Benzinierung erwähnten Temperaturabhängigkeit der Grösse 1C₄/C₄, beweist sie aber allerdings noch nicht, da hier auch noch andere Einflüsse zu berücksichtigen sind. An Ausgangsprodukten wurden lediglich Steinkohle-Verflüssigungs-Mittelöl (51 Analysen) und Steinkohlenteer-a-Mittelöl bzw. Pech-Verflüssigungs-Mittelöl (4 Analysen) verwendet. Bei Verarbeitung von Teer- bzw. Pech-Mitteln wurde jeweils besonders geringer Iso-Butan-Gehalt im Butan gefunden. Die 51 Versuche mit Steinkohle-Verflüssigungs-Mittelöl hatten im Mittel folgendes Ergebnis:

Benziakonzentration im Abstreifer	-180°C: 39 %
	(-160°C: 29 %)
Gew.-% Aromaten im 180- <u>oder</u> 160°-Benzin (bisherige Methode von Dr. Fürst)	47 %
Vergasung auf C ₄ -freies Benzin bis 180°	20,3 %
Gewichtsprozent Butan im Gas	22,4 %
Isobutan im Gesamtbutan	17,0 %

Die Versuche wurden nach 4 verschiedenen Gesichtspunkten in Versuchs-Gruppen unterteilt, und zwar:

- 1.) nach der Art des Kontakt-Trägers in 8 Gruppen (Kohle, Tonerde, Terrana usw.)
- 2.) nach der Höhe der Spaltung in 4 Gruppen
- 3.) nach der Höhe der Vergasung in 4 Gruppen
- 4.) nach der Höhe des Aromatengehalts des Benzins in 4 Gruppen.

Für jede der Versuchsgruppen wurden aus den zugehörigen Versuchen die Mittelwerte gebildet und in die Tabelle I eingetragen, auf der jeweils auch noch die Zahl der zur Mittelwertbildung herangezogenen Versuche angegeben ist. Ferner wurden die Werte auch auf den Kurvenblättern I und II graphisch dargestellt. Die Punkte, die aus weniger als 5 Versuchen ermittelt wurden, sind durch eine Klammer [] gekennzeichnet.

1.) Hinsichtlich der Kontakt-Träger liegen eine größere Anzahl von Versuchen nur bei Kohle-, Ton- und Terrana-Kontakten vor. In der Spaltung besteht bei diesen 3 Gruppen mit ca 40 % kein

- 6 -

grösserer Unterschied, ebenso in der Vergasung mit 20-21% und im Butangehalt des Gases mit 20-25 %.

Die Kohle-Kontakte ergaben im Mittel 53% Aromaten im Benzin, Ton- und Terrana-Kontakte mit ca 40 % bedeutend weniger. Unter den Ton.- und Terrana-Kontakten, besonders den molybdänfreien, waren aber auch solche, die mehr als 50 % Aromaten im Benzin ergaben, dann allerdings meist bei ungenügender Spaltung oder unter Abklingen der Aktivität.

Im Isobutangehalt des Butans zeigten sich ebenfalls recht bedeutende Unterschiede. Die geringste Isomerisierung gibt danach Kohle mit 12 %. Terrana-Kontakte liegen mit im Mittel 23 % an höchsten.

Die übrigen 5 Kontakt-Gruppen sind mit ihren Ergebnissen nur der Vollständigkeit halber angeführt. Wegen zu geringer Zahl der Versuche innerhalb jeder einzelnen dieser Gruppen ist auf diese Ergebnisse kein grösserer Wert zu legen.

2.) Sortiert man die Versuche nach der Höhe der Spaltung, so zeigt sich, dass bei Versuchen mit 180°-Benzinkonzentrationen bis zu 45% im allgemeinen etwa 50 % Aromaten im Benzin erhalten werden können, d.h. OV₂B-Qualität. Bei höheren Benzinkonzentrationen werden weniger Aromaten erhalten. Dies hat seinen Grund darin, dass diese höheren Benzin-Konzentrationen nur mit Hilfe von Mo-(bzw. W-)haltigen Katalysatoren erreicht wurden. Molybdän und Wolfram haben aber gleichzeitig hohe Hydrieraktivität. Durch Abstumpfen der Hydrieraktivität ging im allgemeinen auch die Spaltaktivität stark zurück.

Die Höhe der Vergasung ist von der gleichzeitigen Spaltung nur in geringer Masse abhängig. Bei höherer Spaltung wurden etwas geringere Vergasungen erhalten. Vielleicht ist dies aber nur ein sekundärer Effekt. Sehr schlecht spaltende Kontakte wurden nämlich vielfach, um bessere Spaltung zu erzielen, bei etwas höherer Temperatur (510 gegenüber 500°C) verwendet; der primäre Effekt wäre dann eine Abhängigkeit der Vergasungshöhe von der Temperatur.

Bezüglich der Zusammensetzung der Vergasung in Abhängigkeit von der Spaltung bestehen deutliche Unterschiede. Je höher die

Spaltung, desto mehr Butan wird im Gas erhalten, und desto weniger Isobutan enthält das Butan. Die zweite Aussage besonders widerspricht den bisherigen Anschauungen; auch die erste konnte nicht vorausgesagt werden. Vergl. Kurvenblatt I.

3.) Sortiert man die Versuche nach der Vergasungshöhe so zeigt die Spaltung keine erkennbare Abhängigkeit von der Vergasungshöhe. Mit steigender Vergasung nimmt auch der Aromat-

Spaltung, desto mehr Butan wird im Gas erhalten, und desto weniger Isobutan enthält das Butan. Die zweite Aussage besonders widerspricht den bisherigen Anschauungen; auch die erste konnte nicht vorausgesagt werden. Vergl. Kurvenblatt I.

3.) Sortiert man die Versuche nach der Vergasungshöhe so zeigt die Spaltung keine erkennbare Abhängigkeit von der Vergasungshöhe. Mit steigender Vergasung nimmt auch der Aromatengehalt der Benzine zu. Dies deutet eventuell darauf hin, dass die Vergasung im wesentlichen aus paraffinischen bzw. naphthenischen Anteilen entsteht, weniger durch Entalkylierung vorhandener substituierter Aromaten. Mit steigender Vergasung fallen sowohl der Butanengehalt des Gases als auch der Isobutanengehalt des Butans ab, zwei Effekte, die auch nur schwierig zu deuten sein werden. Vergl. Tabelle I. Kein Kurvenblatt.

4.) Teilt man schliesslich die Versuche nach steigendem Aromatengehalt des Benzins ein, so zeigen sich mehrere Effekte:

- Abnahme der Spaltung (nicht sehr deutlich)
- Zunahme der Vergasung (" " ")
- Abnahme des C_4 -Gehaltes im Gas (sehr deutlich)
- " " Isobutangehaltes im Butan (deutlich).

Die Effekte wurden teilweise schon weiter vorn gedeutet. Vergl. Kurvenblatt II.

IV. Aromatisierung bei 600 at.

Bei 600 at wurden 24 Versuche mit Steinkohle-Verflüssigungsmittelöl durchgeführt, von diesen die Hauptmenge (16) mit Terranakontakten. Gegenüber den 250 at-Versuchen wurden im Mittel erhalten:

Wesentliche höhere Spaltung (54 gegenüber 39)
geringere Vergasung (16 gegenüber 20)
mehr Butan im Gas (27 gegenüber 22)
bessere Isomierung (36 gegenüber 17)
bedeutend weniger Aromaten (34 gegenüber 47)

Die Unterschiede könnten allerdings mindestens zum Teil schon allein durch die Kontaktwahl bedingt sein. (bei 250 at 15 %, bei 600 at 65 % der Versuche mit Terranakontakten). Einen

strengeren Vergleich 250 at-600at mussten die Terrana-Kontakte allein bieten:

	600 at	250 at
Spaltung	59	39
Vergasung	165	21
Butan im Gas	39	23
Isobutan im Butan	39	23
Aromaten im Benzin	32	39

Es zeigt sich, dass die oben angeführten Gesetzmässigkeiten auch hier noch klar herauskommen. Rechnet man das Butan (80%ig in Form von Iso-oder Alkyl-Oktan) noch zur Ausbeute, so ergibt sich bei den Terranakontakten im Mittel bei 250 at 83 % und bei 600 at 89,5 % Ausbeute. Diese 89,5 % stellen einen Durchschnittswert von 16 Versuchen dar. Bei geeigneter Kontaktwahl konnten bei 600 at sogar 95 % Ausbeute einschließlich Alkyloktan erzielt werden (vgl. Bericht 182511, Gth, 25.2.41) bei 25-30% Aromaten im Benzin.

Die Einteilung der Versuche in Gruppen wurde genau so vorgenommen wie bei der 250 at-Aromatisierung (Seite 5), ebenso die Auswertung. Die Ergebnisse befinden sich auf Tabelle II und graphisch gemeinsam mit den 250 at-Versuchen auf den Kurvenblättern I und II. Da bei 600 at weniger Material der statistischen Auswertung zugrunde lag als bei 250 at, sind die Ergebnisse meist auch mit größeren Ungenauigkeiten behaftet.

Die Abhängigkeit von der Spaltung ist beim Aromatengehalt des Benzins und C₄-Gehalte des Gases dieselbe wie bei 250 at. In der Vergasungshöhe liegt nur eine schwache Abhängigkeit von der gleichzeitigen Spaltung vor. Bei dem Iso-Butan-Gehalt besteht ein stärkerer Effekt in umgekehrter Richtung zu dem schwächeren Effekt bei 250 at. Der stärkere Effekt bei 600 at liegt auch in der erwarteten Richtung.

In Abhängigkeit vom Aromatengehalt der Benzine bestehen hinsichtlich Spaltung, Vergasungshöhe und Zusammensetzung dieselben Regelmässigkeiten wie bei 250 at.

In Abhängigkeit von der Vergasungshöhe sind klare Zusammenhänge kaum zu erkennen, da jeweils nur zwei einigermassen durch Analysen belegte Punkte im Diagramm vorliegen. Der C₄-Gehalt des Gases fällt mit steigender Vergasung ab, ebenso wie bei 250 at.

V: Verschiedene Versuche

In dieser Gruppe befinden sich je einige Vorhydrierungs- Dehydrierungs- und Raffinationsversuche. Die Ergebnisse wurden wegen zu geringer Zahl vergleichbarer Versuche nicht weiter ausgewertet.

KASIT

Tabelle I.

Aromatisierungsversuche, Mittelwerte 250, P 1271.

C_4/C_4	Arom. im Bi
2,0	34,5
0 ?	55,5
3,8	32,0
0 ?	39,0
2,2	41,0
3	24,0
7	41,5
2	42,0
9)	26,0
5	25,5
5	32,5
2	39,0
0 1)	28,0
0	30,0
2	18,0
0	26,0
8	37,0
2	45,0
5 1)	55,5

Versuchsgruppe	Zahl der Versuche	% Bi-160	% Bi-180	Verg/180	C_4/gas	isoc C_4/C_4	Arom. im Bi
Gesamte Versuche	51	29	39	20,3	22,4	17,0	47
Versuche m. Kohle-Kont.	13	31	41	20,9	20,6	11,9	53
Ton Kont.	15	32	42	20,8	24,7	15,4	41
Ferrana Kont.	8	29	39	20,8	22,8	22,7	39
Kohle + Terr.	5	23	31	18,9	17,1	17,0	31
Ton + Terr.	2	28	38	18,2	22,0	26,2	38
Kohle + Ton	1	25	33	28,1	20,2	14,8	42
andere Silikate	3	26	34	15,6	33,0	15,7	46
sonstige	4	26	35	21,3	23,2	24,8	49
Versuche mit -30%-180	6	19	26	21,1	20,0	18,4	48
30-40%-180	22	26	35	21,4	20,2	19,5	47
40-50%-180	17	32	42	19,0	25,0	15,6	48
über 50%-180	6	43	58	19,7	28,8	12,1	40
Vers.m.bis 15% Verg/180	8	28	37	13,5	26,9	19,6	47
15-20%	16	32	43	18,0	28,6	18,3	42
20-25%	20	28	38	22,2	18,4	15,0	47
> 25%	7	26	35	28,1	17,2	17,0	51
Vers.m.bis 30 Arom.	2	32	42	17,3	31,1	12,2	27
30-40	5	35	46	21,5	25,6	21,3	36
40-50	25	28	38	19,4	23,9	17,9	45
über 50	19	28	38	21,5	19,4	15,5	54

673

677

Tabelle II.

Aromatisierungsversuche, Mittelwerte, 600 at, P 1271.

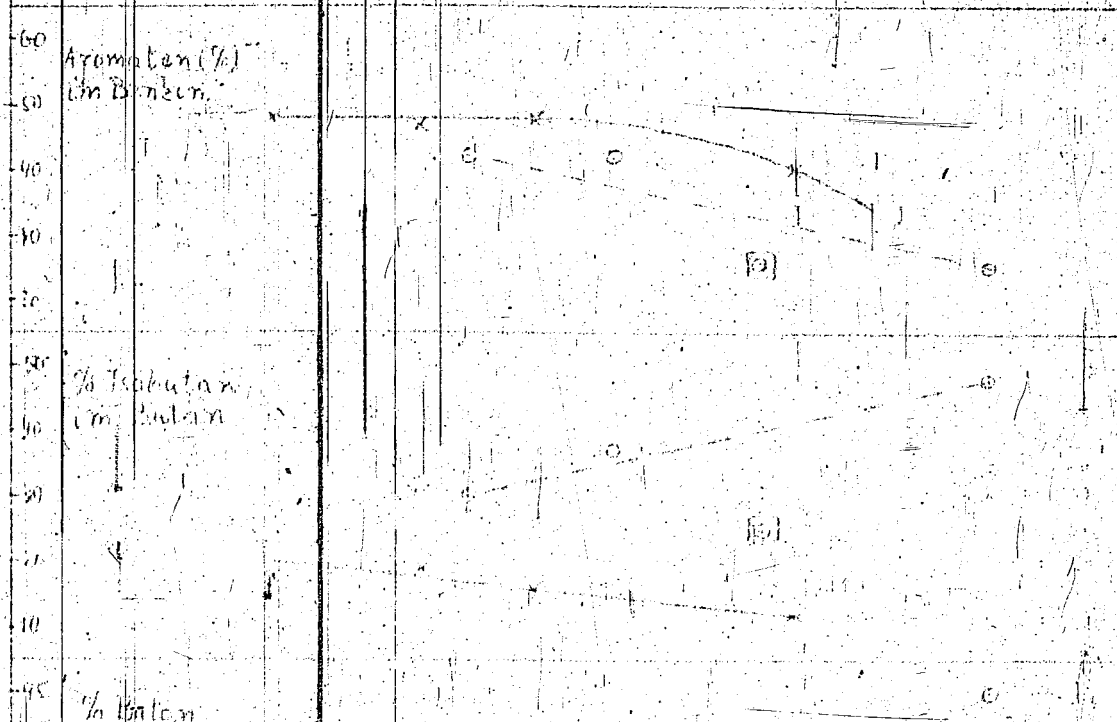
Versuchsgruppe	Zahl der Versuche	% Bi -180	Verg/180	C ₄ /Gas	isoC ₄ /C ₄	Arom. im Bi
Gesamte Versuche	24	54	16,2	27,3	36,0	34,5
ersuche mit Kohle Kont.	2	44	18,2	16,1	10-20 ?	55,5
Terr. Kont.	16	59	15,5	39,4	38,8	32,0
Ton Kont	1	38	17,5	17,3	(ca 10 ?)	39,0
verschiedene Silikate	3	38	15,0	26,5	35,2	41,0
sonstige	2	49	20,0	15,9	26,3	24,0
Versuche mit 40%-180	6	38	15,4	25,1	29,7	41,5
40-50% -180	7	47	19,5	23,4	37,2	42,0
50-60% -180	3	56	12,6	38,1	(24,9)	26,0
über 60%-180	8	70	15,1	45,3	47,5	25,5
Versuche m. -15% Verg. 180	11	53	12,2	38,0	38,5	32,5
15-20 %	9	48	17,3	29,2	30,2	39,0
20-25 %	2	64	21,5	33,8	40,0	28,0
über 25 %	2	65	27,7	21,4	44,0	30,0
Versuche mit bis 20% Arom.	2	69	16,8	42,6	48,2	18,0
21-30	9	59	11,8	43,0	35,0	26,0
31-40	6	55	20,1	30,9	33,8	37,0
41-50	5	40	14,8	26,6	34,2	45,0
51 und darüber	2	44	18,2	16,1	38,5	55,5

1) ausserordentlich starke Streuung, unzuverlässig.

677

Kurvenblatt I

60 at 60 at
 [] beruhen auf weniger als 5 Analysen



677
678

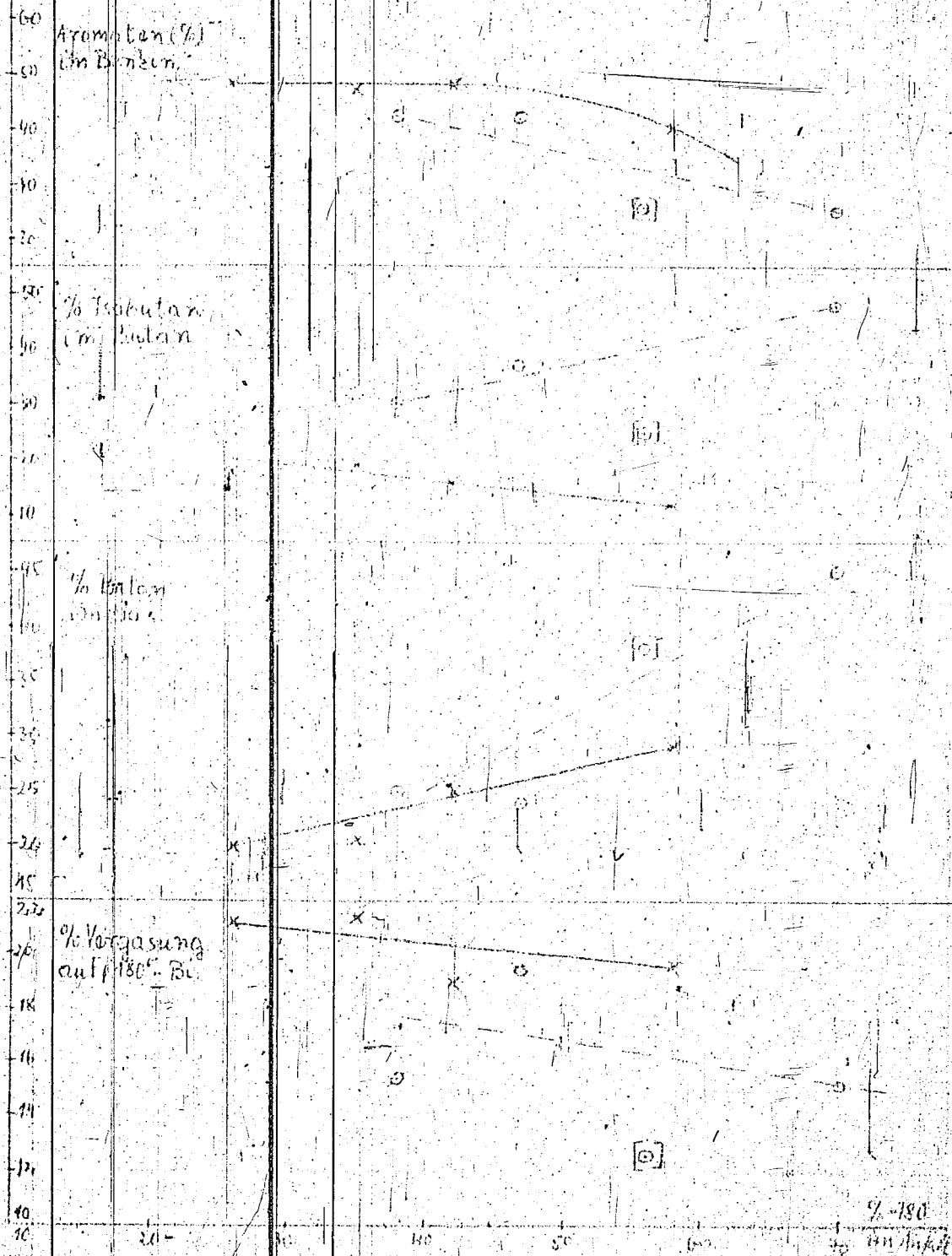
Kurvenblatt I

677

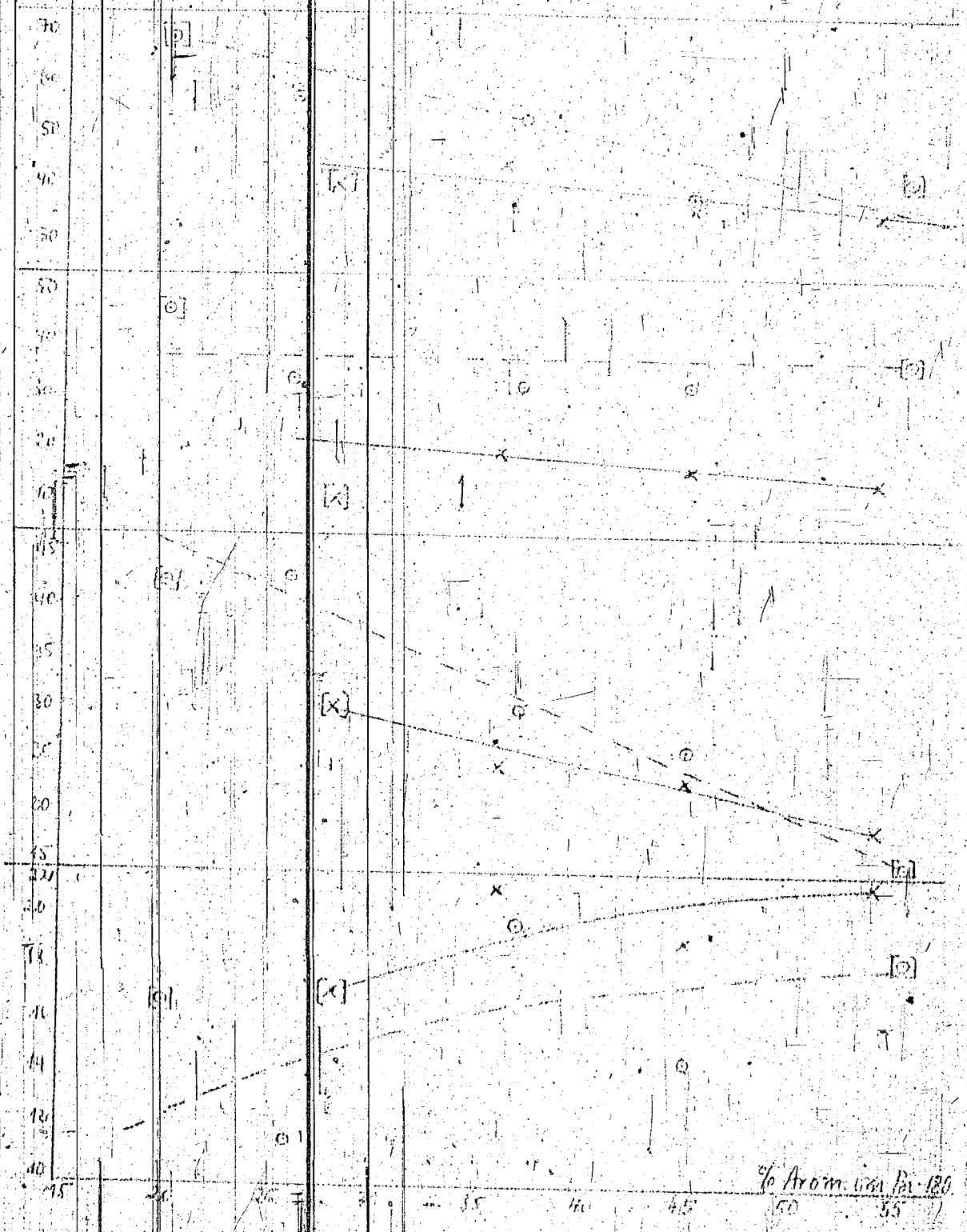
678

60at a - - - 60at

[] beruhen auf weniger als 3 Analysen



1. Berechnung der Mengen, falls 5 Gramm...



76 Arom. 1000 Pa 180

TEIL 2.33

5. ... für Oberschlesien.
 ... 300 ...
 ... 700 ...

680
9. April 1941 Pa/Pf.

Zur Frage 300 oder 700 atü
für Oberschlesien.

Zusammenfassung.

- 1.) In einer Zahlentafel wird eine Übersicht über die verschiedenen Fahrweisen zur Verarbeitung von Sumpf-Mittelöl + Sumpfbenzin in der Gasphase bei 300 und 700 at gegeben.
- 2.) Das Fahren auf 50-55 Vol.% Aromaten bei gleichzeitiger Verarbeitung von 8-Benzin erscheint z. Zt. nur bei 250 at möglich. Das Sumpfbenzin gibt bei der Aromatisierung sowohl bei 300 wie bei 700 at wenig Aromaten und hohe Vergasung.
- 3.) Die geringste Vergasung für ein DHD-Ausgangsprodukt geben die ein- und zwei-stufige Benzinierung bei 700 at.
- 4.) Die höchsten Alkyloktanmengen können bei der 300 at 2 stufenbenzinierung gewonnen werden, wenn in der Sumpphase auf Heizöl gefahren wird.

gez. Peters

18478i

A. Beurteilung der verschiedenen Verfahren.

Es sind zunächst 3 Möglichkeiten in Betracht zu ziehen;

- a.) Die getrennte Verarbeitung von Mittelöl und Sumpfbenzin
I. bei der Mittelölfahrweise
II. bei der Heizölfahrweise
- b.) Die gemeinsame Verarbeitung von Sumpfbenzin + Mittelöl
bei der Mittelölfahrweise
- c.) Die gemeinsame Verarbeitung von Sumpfbenzin und Mittelöl
bei der Heizölfahrweise.

1. Aromatisierung.

Beim direkten Fahren auf hohe Aromatenkonzentrationen im Benzin in einer Stufe werden bei gleichem Druck und gleichem Kontakt die Aromaten im Benzin um mindestens 10 % vermindert, wenn man außer dem s-Mittelöl auch das gesamte Sumpfbenzin, das bei der Heizölfahrweise anfällt, in die Aromatisierungsstufe fährt (c). Beim Aktivkohlekontakt 7019 bei 300 at geht dabei die Aromatenkonzentration von z.B. a.) 56 bis 59 Vol.% auf c.) 45 bis 48 Vol.% zurück. Bei der 600 at-Fahrweise mit Bleicherdekontakt von z.B. a.) 40 % auf c.) 30 % oder von a.) 30 % auf c.) 20 %.

Die Vergasung bezogen auf Benzin + Vergasung verändert sich von der Fahrweise a.) nach c.) nur wenig. Das heißt, daß die Refination des Sumpfbenzins bei der Fahrweise c.) mit außerordentlich hohen Verlästen bewerkstelligt wird.

Die direkte einstufige Herstellung von Benzin mit etwa OV_2^b -Qualität dürfte nach dem derzeitigen Stand unserer Kenntnisse bei Mitverarbeitung des S-Benzins von der Heizölfahrweise bei 300 at nur knapp, bei 700 at aber nicht zu erreichen sein.

2. Aromatisierung auf 30 - 30 % Aromaten.

Die Herstellung eines Kraftstoffes mit ca. 30-40 % Aromaten aus S-Benzin + Mittelöl (c.) ist ebenso wie aus Mittelöl allein (a.) in einer Aromatisierungsstufe sowohl bei 300 wie bei 700 at möglich. Diese Benzine liegen in der Qualität unter CV₂b. Es liegen bisher keine Anhaltspunkte darüber vor, ob es möglich sein wird, auf diesem Wege direkt C₃-Qualität herzustellen. Die bisher unter solchen Benzinen bekannten Restbenzin-Oktanzahlen liegen noch 6 bis 10 Punkte zu tief.

Immerhin bietet diese Arbeitsweise sowohl bei 300 wie bei 700 at die Möglichkeit der C₃-Herstellung unter Einsparung gewisser Isooktan-Mengen.

In der Vergasung ist hier ein kleiner Vorteil der 700 at gegenüber 300 festzustellen und ebenso in der Gesamtbutanmenge in der Vergasung und dem iso-Anteil im Butan sowie in der Qualität des Restbenzins.

3. Benzinierung.

Demgegenüber erscheint es vorteilhafter, in der Benzinierungs-(Aromatisierungs-) Stufe auf unzureichende Aromatenkonzentrationen zu fahren und die oberen Benzinfraktionen nach dem DHD-Verfahren zu verarbeiten. Zur Herstellung eines Ausgangsmaterials für die DHD-Stufe kommen infrage:

Milde Aromatisierung bzw. einstufige Benzinierung bei 300 und 700 atü oder normale Benzinierung mit Vorhydrierstufe. Von diesen Verfahren geben die geringste Vergasung.

- I. Die einstufige Benzinierung (milde Aromatisierung) bei 700 atü liefert mit nur etwa 10% Vg/Bi + Vg. bei 160er Benzin Benzine mit z.B. 25 bis 30 % Aromaten aus S-Mittelöl oder mit z.B. 20 - 25 % Aromaten aus S-Benzin + S-Mittelöl.
- II. Vorhydrierung bei 250 Benzinierung bei 600 atü gibt ein Benzin mit nur 5 % Aromaten (B₄-Qualität) bei der ebenfalls etwa 10 % Vergasung.

Ausschlaggebend für die Ausbeute ist bei der 2-stufigen Benzinierung, daß das Sumpfbenzin in der Vorhydrierung bei relativ niedriger Temperatur mit ganz geringer Vergasung raffiniert wird.

Der Vorteil in der Ausbeute ist bei 600 at gegenüber 300 at sehr groß (10 % gegenüber 17 bis 18).

Benzin aus der einstufigen 600 at-Benzinierung (I) hat gegenüber Benzin aus der zweistufigen Benzinierung (II) den Vorteil, in der DHD-Stufe weniger Vergasung zu geben.

Das Benzin II hat jedoch wesentlich mehr niedrigsiedende Anteile und enthält mehr Isoparaffine, gibt also ein ganz wesentlich besseres Restbenzin. Der Butananfall in der Vergasung ist bei II etwa 65 % gegenüber bei I; der Isobutangehalt ist bei II 70 gegenüber 30 bei I.

Da das Butan der Sumpphase bei oberschlesischer Kohle besonders wenig Isobutan enthält, ist vom Standpunkt der Alkyloktanherstellung ein Gasphaseverfahren, das viel Isobutan liefert, besonders erwünscht, um das Normalbutan ohne Isomerisierungsstufe möglichst weitgehend zur Isooktengewinnung nutzbar zu machen. Unter diesem Gesichtspunkt wäre dem zweistufigen, gegenüber dem einstufigen Verfahren unbedingt der Vorzug zu geben. Die gewinnbaren Alkyloktanmengen sind mit 9 bis 11 kg je 100 kg Bi bei II doppelt so groß wie bei I, wo nur 4,5 bis 5,5 kg Isooktan je 100 kg Benzin gewinnbar sind.

Die Gesamtausbeute an Gasphasebenzin (B 4) + Alkyloktan bezogen auf 100 kg S-Bi + Mi (wobei das Sumpfbutan zusätzlich mitverarbeitet wird) erreicht bei der einstufigen Benzinierung 93 bis 94 Gew.%, bei der zweistufigen Fahrweise 99 bis 100 %. (Die Differenz der Ausbeuten erscheint in einer größeren Menge Normal-Butan, das in der Alkylierstufe nicht verbraucht wird)

Nahezu 100% Ausbeute an Benzin bis 150 (B' 4) + Isooktan werden auch bei der zweistufigen 300 at-Benzinierung erreicht. Mengenmäßig wird die geringere B-Ausbeute bei 300 at (gegenüber 700 at) dadurch wieder vollständig ausgeglichen, daß für die Alkylierungsstufe so viel mehr Isobutan zur Verfügung steht, daß die Menge ausreicht, um auch das gesamte Normalbutan aus der Sumpphase auf Alkyloktan zu verarbeiten.

Tabell

Fahrweise	Benzin + Mitt	
Druck	300	600
Aus 1000 kg Reinkohle	Scholven	Gelsenberg
Heizöl	--	--

Fahrweise	Benzin +				Mittel			
Druck	300				600			
Aus 1000 kg Reinkohle	Scholven				Gelsenberg			
Heizöl	--				--			
Sumpf-Bi + Mi (davon Mi > 150°)	610 (520)				651 (555)			
C ₁ bis C ₃	177				186			
Normal C ₄	30				31,5			
Iso C ₄	10				10,5			
Verluste	173				121			
S. Bi + Mi								
Spez. Gewicht	0,932							
A.P.	-11,5							
Phenole	14							
Siedebeginn	58							
% bis 70	1,5							
100	6,0							
135	12,0 (8)				8			
150	16,0				12			
180	23,0 (15)				20			
200	30,5							
225	41,0							
250	50,0							
275	64,0							
300	76,0							
325	91,0							
Endpunkt,	340/98				325/99			
Elementar-Analyse	Bi	Mi	Bi+Mi	Bi	Mi	Bi/Mi	Bi -135	
C							84,55	
H							14,55	
O							0,75	
N							0,30	
S							0,04	
G disp.							16,8	
Auf 100 kg) kg 10 ₄			1,6			1,6		
S. Bi + Mi) kg n0 ₄			4,9			4,8		
Alkyloktan (85% Ausb.)			2,7			2,7		
n-C ₄ -Überschuss			3,3			3,2		

Tabelle 2.

684

Mittelöl		Benzin + Mittelöl + Heizöl	
600	600	600	600
Gelsenberg	O.-Schlesien	Gelsenberg	O.-Schlesien
--	--	324	315
651 (555)	598 (508)	351 (300)	329 (280)
186	186	177	166
31,5	36,5	29	31,3
10,5	5,5	9	4,7
121	174	110	154
	0,920		0,890
	- 9		- 5
	14,2		20,6
	78		68
	--		--
	4,5		10,0
	11,0 (13)	19,2	21,5 (18)
	14,0		28,0

Tabelle 2.

		Mittelöl			Benzin + Mittelöl + Heizöl					
600		600			600		600			
Gelsenberg		O.-Schlesien			Gelsenberg		O.-Schlesien			
---		---			324		315			
651 (555)		598 (508)			351 (300)		329 (280)			
186		186			177		166			
31,5		36,5			29		31,3			
10,5		5,5			9		4,7			
121		174			110		154			
		0,920					0,890			
		- 9					- 5			
		14,2					20,6			
		78					68			
		4,5					10,0			
		11,0 (13)			19,2		21,5 (18)			
		14,0					28,0			
		23,0					36,0			
		29,0					42,0			
		43,0					52,0			
		58,0					64,0			
		75,0					80,0			
		93,0					93,0			
325/99		322/99			325/99		320/98			
M1	B1/M1	B1 -135	M1 - 135	B1 + M1	B1 -200	M1 >200	B1 + M1	B1+ -135	M1 >135	B1 + M1
		84,55	86,25	85,7	83,8	86,0		84,70	86,2	
		14,35	9,75					14,30	9,8	
		0,75	3,25					0,60	3,2	
		0,30	0,72					0,30	0,75	
		0,04	0,04					0,035	0,03	
		16,8	10,65	11,4	14,2	11,0		16,7	10,70	
		1,6	0,9			2,6			1,4	
		4,8	6,1			8,3			9,5	
		2,7	1,5			4,4			2,4	
		3,2	5,2			5,7			8,1	

Es wäre also zu prüfen, ob es billiger ist, durch Anwendung von 700 at die Bi-Ausbeute direkt zu erhöhen, oder ob es vorteilhafter ist durch Alkyloktanherstellung aus der C₄-Vergasung anschließend an die 300 at-Benzinierung ^{die Bi-Ausbeute} wieder zu steigern. Zu berücksichtigen wäre dabei noch der Umstand, daß bei der 300 at-Benzinierung + Alkyloktanherstellung fast 20 kg Isooktan zur Verfügung stehen würden, während bei der 300/500 at - Benzinierung in Oberschlesien nur etwa 10 kg Isooktan je 100 kg Benzin gewinnbar wären.

B. Eigenschaften von Sumpfbenzin plus Mittelöl.

Aus oberschlesischer Kohle werden je 100 kg Reinkohle in der Sumpfphase gewonnen:

Bei der Bi + Mi-Fahrweise 598 kg Bi + Mi
Bei der Heizöl-Fahrweise 329 kg Bi + Mi.

Das Verhältnis von Benzin : Mittelöl, wie es in der Gasphase geht, ist:

Tabelle 1.

bei	getrennter Verarbeitung von Bi u. Mi	Mittelölfahrweise	Heizölfahrweise
S-Bi bis 135 + SMi > 135	(M) (H) (12,3)(25) : 100	11 : 89	20 : 80
" " 150 + " > 150	(17,7)(38,8) : 100	15 : 85	28 : 72
S-Bi bis 160 + SMi > 160	(23,4) (45,0) : 100	19 : 81	31 : 69
" " 180 + " > 180	(28,2) (54,6) : 100	22 : 78	36 : 69
" " 200 + " > 200	(43,0) (72,5) : 100	30 : 70	42 : 58

In der zweiten Spalte sind die Sumpfbenzinmengen in Klammern angegeben, die neben 100 Teilen Mittelöl auf andere Weise zu verarbeiten sind, wenn sie nicht gemeinsam mit dem Mittelöl in die Gasphase gehen.

In der folgenden Tabelle 2 sind die Ausbeuten an S-Bi + Mi und Gas auf 1000 kg Reinkohle bezogen bei der Mi- bzw. Heizöl-Fahrweise in O.-Schlesien den entsprechenden Zahlen für Scholven und Gelsenberg gegenübergestellt.

Aus den angegebenen Zahlen ist auch der n- und Iso-Butananteil, sowie die Siedekurve und Elementar-Zusammensetzung der Sumpfbenzine und Mittelöle zu entnehmen.

Man sieht, daß die Qualität des Sumpfbenzins und die des Mittelöls sich bei Oberschlesischer Kohle weder in der Siedekurve noch in der Elementar-Zusammensetzung unterscheiden. Sie stimmen auch mit den Produkten aus Scholven und Gelsenberg weitgehend überein.

Für Vergleichsversuche kann also Sumpfbenzin Scholven, Gelsenberg und Schlesien bei gleichem Siedebereich gleichgesetzt werden. Dasselbe gilt annähernd auch für die Sumpfmittelöle.

C. Übersicht über die verschiedenen Verfahren zur Benzinherstellung bei 300, 450 und 700 at in O-Schlesien.

(Erläuterungen zu Tabelle 3)

In der Tabelle sind die Versuchsergebnisse bei den verschiedenen Drücken bei verschiedenen Verfahren zusammengestellt. Soweit experimentelles Material nicht vorliegt, sind auf Grund ähnlicher Versuche geschätzte Zahlen eingesetzt (~~in der Tabelle durch eingekreiste Zahlen gekennzeichnet~~).

Für jedes Verfahren sind Angaben gemacht:

- a.) für die Verarbeitung von Sumpfmittelöl > 150 allein ohne Sumpfbenzin.
- b.) für die Verarbeitung von Sumpfmittelöl + Sumpfbenzin nach der Mittelölfahrweise.
- c.) für die Verarbeitung von Sumpfmittelöl + Sumpfbenzin nach der Heizölfahrweise.

Die Benzinausbeuten sind unter Berücksichtigung der Elementar-Zusammensetzung angegeben. Die Ausbeuten an n-Butan und Isobutan sind ohne Berücksichtigung der Elementarzusammensetzung angegeben, weil die dabei auftretenden Differenzen meist innerhalb der Fehlergrenzen liegen.

Die Alkyloktanausbeuten sind unter der Annahme errechnet, daß aus 50 kg Isobutan + 50 kg n-Butan 85 kg Isooktan bzw.

Die Alkyloktanausbeuten sind unter der Annahme errechnet, daß aus 50 kg Isobutan + 50 kg n-Butan 85 kg Isooktan bzw. Alkyloktan entstehen. Das in der Sumpphase gebildete n- und iso-Butan ist dabei in die Rechnung einbezogen.

Alle Werte der Tabelle sind auf 100 kg Gasphase-Einspritzprodukt bezogen. Um die Zahlen auf 1000 kg Reinkohle zu erhalten, sind die angegebenen Werte mit folgenden Faktoren zu multiplizieren:

a.)^m Verarbeitung von Mittelöl >150°

- | | |
|---------------------------|-------|
| 1.) bei Mittelölfahrweise | 0,508 |
| 2.) bei Heizölfahrweise | 0,280 |

b.) Verarbeitung von B1 + M1 von der Mittelölfahrweise

0,598

c.) Verarbeitung von B1 + M1 von der Heizölfahrweise

0,329.

gez. Peters

Gas : Öl		2,0	2,0	2,0	2,0	2,0	
Spezifisches Gewicht % -160°C		0,855 30	0,858 35	0,854 38	0,871 34	0,868 34	37
Benzinleistung		0,28	0,31	0,35	0,31	0,31	0,33
<u>Benzin</u> Spez. Gewicht		0,807	0,800	0,792	0,798	0,779	
Anilinpunkt I/II		-12/48	-5/48	-4/48	-6/48	+4/48	
Siedebeginn °C		55	46	63	49	42	
% -70°C		2	5	-	3	5	
% -100°C		24	24	30	27	31	35
% -150°C		90	91	93	91	94	
Endpunkt °C		168	166	167	167	160	160
Zusammensetzung (Gew.% korrig.)							
Paraffine		9,5	12,0	12,5	12,5	14	
Naphthene		25	33,5	36,5	31,5	39	
Aromaten		64	53,0	50	55	45	
Ungesättigte		1,5	1,5	1	1	2	
Vol.% Aromaten korr.		59	48,5	45	50	45	40
Okta-Zahl Motor-Methode		78	75,5	73	77	76	75
Mot.+ 0,12 Blei		88	87,5	86,5	89	88	87
<u>Restbenzin</u> 165°C							
% -100°C		40,5	40	42	53	55	58
Oktazahl Mot. & Restbi		63	63	64	68,5	69	70
Oktazahl Mot. > 100°C		49	49	49	54	54	54
Verg./Verg.+ Bi stabilis.		23	22	22	20,0	19	18
% 0 ₄ im 0 ₁ -0 ₄		20	20	20	23	23	23
% 1-0 ₄ im Gas-C ₄		12	12	12	18	18	18
<u>Mittelöl</u> Spez. Gewicht		0,888	0,896	0,880	0,914	0,920	
Endpunkt °C		308	303	277	315		
Anilinpunkt		-16	-20	-7	-26	-16	
Phenole		<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	<0,02	
% Ausbeute Benzin -160°C		74,2	75,0	75,0	78,5	79,0	80,01
% Ausbeute 1-0 ₄		0,6	0,6	0,6	0,8	0,8	0,75
% " n-0 ₄		4,0	4,0	4,0	3,8	3,5	3,4
für Oberschlesien aus S-Phase dazu 1-0 ₄		1,1/ 1,7	0,9	1,4	1,1/ 1,7	0,9	1,4
n-0 ₄		7,2/ 11,2	6,1	9,5	7,2/ 11,2	6,1	9,5
Summe S- + Gasphase							
1-0 ₄		1,7/ 2,3	1,5	2,0	1,9/ 2,5	1,7	2,2
n-0 ₄		11,2/ 15,2	10,1	13,5	11,0/ 15,0	9,6	12,9
Alkyloktan (85 % Ausbeute)		2,9/ 3,9	2,5	3,4	3,2/ 4,3	2,9	3,7
n-0 ₄ -Überschuss		9,5/ 12,9	8,6	11,5	9,1/ 12,5	7,9	10,7
160°-Benzin + Alkyloktan		77,1/ 78,1	77,5	78,4	81,7/ 82,8	82,9	83,7
kg Isooktan/100 kg Benzin		3,8/ 5,0	3,3	4,5	3,9/ 5,2	3,7	4,6
Daneben kg S-Bi >150°C		18/39			18/39		
% Benzin bis 180°C Leistung 180°C		40	45	48			
Verg./Verg. + Benzin sta- bilisiert. 180°C Benzin		0,38 18,5	0,43 18,5	0,45 18,5	0,41 17,5	0,41 16,5	0,44 16
Ausbeute Benzin -180°C		78,5	79,0	79,3	80,5	81,2	81,8
iso-0 ₄		0,44	0,44	0,44	0,7	0,7	0,7
n-0 ₄		3,25	3,25	3,25	3,3	3,1	3,0
% 0 ₄		3,65	3,65	3,65	4,0	3,8	3,7
kg 0 ₄ /100 kg 180°C-Benzin		4,65	4,6	4,60	4,95	4,7	4,5
% Autobenzin mit 4-5% 0 ₄ H ₁₀		82,2	82,7	83,9	84,5	85,9	85,5
% Iso-0 ₄ H ₁₀ -Überschuss		-	-	-	-	-	-
C ₄ aus Sumpf-Phase		7,0	7,0	10,6	7,0	7,0	10,6
Ofen		Ø	20	20	21	21	ge- schätzt
Blatt		Partie- Prüfg.	3861	3861	3781	3902	

iso-O ₄	0,44	0,44	0,44	0,7	0,7	0,7
n-O ₄	3,25	3,25	3,25	3,3	3,1	3,0
kg O ₄ /100 kg 180° C-Benzol	3,65	3,65	3,65	4,0	3,8	3,7
* Autobenzen mit 4-5% O ₄ H ₁₀	4,65	4,6	4,60	4,95	4,7	4,5
% Iso-O ₄ H ₁₀ -Überschuss	82,2	82,7	83,9	84,5	85,9	85,5
O ₄ aus Sumpf-Phase	7,0	7,0	10,6	7,0	7,0	10,6
Ofen	Ø	20	20	21	21	ge-schätzt
Blatt	Partie-Prüfg.	3861	3861	3781	3902	

3			4			5				
Aromatisierung										
Akt.Ton-oder Bleicherde			Bleicherde Chromfluorid			Bleicherde 7978				
250			450			450				
a	b	c	a	b	c	a	b	c		
26,5	26,8 1,0 2:1 2,0	26,5	26,5	25,5 1,0 3:1 2,5	25,5	25,5	26,0 1,0 3:2 2,0	25,5 1,0 1:1 2,5	26,0	25,5 1,1 3
37	0,832 46	0,45	0,5	0,834 56	0,830 58	0,55	0,870 35	0,849 40	0,40	0,40
0,33	0,41 0,788 12/47			0,49 0,786 14/51	0,51 0,780 14/50		0,31 0,790 4/49	0,35 0,780 12/49		0,40 0,78 8/48
35	54 5 41 88	45	50	48 5 31 91	49 4 40,5 92,0	43	57 1 28 91	59 2 32 93	36	40
160	169	165	165	169	164	165	165	165	165	165
	14 47 37 2,0			22 38 38 2	19,5 40,0 38,0 2,5		15,5 35,5 46,5 2,5	18 41 39,5 1,5		
40	33	30	26	34	34	30	42	35,5	30	40
75	73,5			74,5			76,5	75,5	73	78
87	86			88,5			87	88		
58	185,0									
70	36						46	51	53	
54	63 51						69,5	67,5	68	69
18	18	18	18	15,0	ca. 16,0	17	18,0	17,0	18,0	19
23	35	35	35	24,8	30	30	25,8	31,0	30	30
18	25	25	25	54,8	40	40	30,4	55,0	40	30
	0,890 300 -3 -0,02			0,896 302 -15 0,66	0,904 321 -16 0,70		0,914 325 -18 0,70	0,900 323 -15 0,55		
780,0	78,0	78,0	78,0	83,0	82,0	79	80,0	81,0	80,0	79,2
0,75	1,9	1,9	1,9	2,1	1,9	2,0	1,5	2,9	2,2	1,7
3,4	5,8	5,8	5,8	1,7	2,8	3,1	3,2	2,4	3,2	4,0
1,4	1,1/ 1,7	0,9	1,4	1,1/ 1,7	0,9	1,4	1,1/ 1,7	0,9	1,4	1,1/ 1,7
9,5	7,2/ 11,2	6,1	9,5	7,2/ 11,2	6,1	9,5	7,2/ 11,2	6,1	9,5	7,2/ 11,2
2,2	3,0/ 3,6	2,8	3,3	3,2/ 3,8	2,8	3,4	2,6/ 3,2	3,8	3,6	2,8/ 3,4
12,9	13,0/ 17,0	11,9	15,3	8,9/ 12,9	8,9	12,6	10,4/ 14,4	6,5	12,7	11,2/ 15,2
3,7	5,1/ 6,1	4,8	5,6	5,4/ 6,5	4,8	5,8	4,4/ 5,4	6,5	6,1	4,8/ 5,8
10,7	10,0/ 13,4	9,1	12,0	5,7/ 9,1	6,1	9,2	7,8/ 11,2	4,7	9,1	8,4/ 11,8
83,7	83,1/ 84,1	82,8	83,6	88,4/ 89,5	86,8	84,8	84,4/ 85,4	87,5	86,1	84/ 85
4,6	6,1/ 7,3	6,2	7,2	6,1/ 7,3	5,9	7,3	5,2/ 6,3	8,0	7,6	5,7/ 6,8
	18/39			18/39			18/39			18/39
0,44	56 0,51	0,55	0,65	0,60	0,62	0,7	0,40	0,45	0,50	0,50
16	16,0	16,0	16,0	13,0	14,0	14,5	15,0	14,0	15,0	16,0
81,8	82,3	82,5	82,7	85,0	84,0	83,8	82,7	84,0	83,4	82,0
0,7	1,4	1,4	1,4	1,7	1,7	1,7	1,2	2,4	1,8	1,4
3,0	4,2	4,2	4,2	1,5	2,5	2,6	2,7	1,9	2,7	3,4
3,7	5,6	5,6	5,6	3,2	4,2	4,3	3,9	4,3	4,5	4,8
4,5	6,8	6,8	6,8	3,8	5,0	5,1	4,7	5,1	5,4	5,9
85,5	86,5	86,7	86,7	88,2	88,2	87,8	86,6	88,0	87,4	85,8
-	1,4	1,4	1,6	-	-	0,3	-	0,3	0,5	1,0
10,6	7,0	7,0	10,6	7,0	7,0	10,6	7,0	7,0	10,6	7,0
ge-schätzt	Ø	ge-schätzt	ge-schätzt	329	328	ge-schätzt	323	323	ge-schätzt	2,5 Lt
	mehre-re Kon-			3853a	3853b		3834	3834		

5			6			7				
Aromatisierung										
Bleicherde 7978			Bleicherde 7978			7846/6434				
600			250			250/6				
a	b	c	a	b	c	a	b	c		
25,5	26,0	25,5	25,5	25,5	25,5	22,5/19,5	22,5/20	22,5/20,5	22,5/19,5	22,5
1,0		1,1	1,0	1,2		0,8/1,5	0,8/1,5	0,8/1,5	0,8/2,0	
1:1		3	1:1			-/4:1	-/5:1	-/5:1	-/4:1	
2,5		2,5	2,5			3/2,5	3/2,5	3/2,5	3/2,5	
0,849			0,820			bis 150°	bis 150°	bis 150°	bis 150°	
40			58			42	42	46	45	
0,35	0,40	0,40	0,50	0,55		0,40	0,42	0,45	0,58	0,6
0,780		0,780	0,775			0,736	0,738	0,734	0,736	0,736
12/49		8/48	15/51			46	41	43	46	46
59			50			58	60	62	55	
2			6			5	-	4	7	
32	36	40	43	46		50	50	57	52	50
93			94							

MILLITARY

83,7	83,1/ 84,1 6,1/ 7,3 18/39	82,8	83,6	88,4/ 89,5 6,1/ 7,3 18/39	86,8	84,8	84,4/ 85,4 5,2/ 6,3 18/39	87,5	86,1	84/ 85 5,7/ 6,8 18/39
0,44	56 0,51	0,55	0,65	0,60	0,62	0,7	0,40	0,45	0,50	0,50
16	16,0	16,0	16,0	13,0	14,0	14,5	15,0	14,0	15,0	16,0
81,8	82,3	82,5	82,7	85,0	84,0	83,8	82,7	84,0	83,4	82,0
0,7	1,4	1,4	1,4	1,7	1,7	1,7	1,2	2,4	1,8	1,4
3,0	4,2	4,2	4,2	1,5	2,5	2,6	2,7	1,9	2,7	3,4
3,7	5,6	5,6	5,6	3,2	4,2	4,3	3,9	4,3	4,5	4,8
4,5	6,8	6,8	6,8	3,8	5,0	5,1	4,7	5,1	5,4	5,9
85,5	86,5	86,7	86,7	88,2	88,2	87,8	86,6	88,0	87,4	85,8
-	1,4	1,4	1,6	-	-	0,3	-	0,3	0,5	1,0
10,6	7,0	7,0	10,6	7,0	7,0	10,6	7,0	7,0	10,6	7,0
ge- schätzt	∅	ge- schätzt	ge- schätzt	329	328	ge- schätzt	323	323	ge- schätzt	2,5 Lt
	mehre- re Kon-			3853a	3853b		3834	3834		

5		6			7			Benzinier	
Aromatisierung		Bleicherde			7846/6434			7846/6434	
Bleicherde		7978			250			250/600	
a	b	a	b	c	a	b	c	a	b
25,5	26,0	25,5	25,5	25,5	22,5/19,5	22,5/20	22,5/20,5	22,5/19,5	22,5
1,0		1,1	1,0	1,2	0,8/1,5	0,8/1,5	0,8/1,5	0,8/2,0	
1,1		3	1,1		-/4,1	-/5,1	-/5,1	-/4,1	
3,5			2,5		3/2,5	3/2,5	3/2,5	3/2,5	
0,849			0,820		bis 150°	bis 150°	bis 150°	bis 150°	
0,35	0,40	0,40	0,50	0,55	42	42	46	45	0,6
0,780		0,780	0,773		0,736	0,738	0,734	0,736	0,736
12/49		8/48	15/51		46	41	43	46	46
59			50		58	60	62	55	
2			6		5	-	4	7	
32	36	40	43	46	50	50	57	52	50
93			94						
165	165	165	160	165	155	157	140	155	155
18			21,5		36	35	35	41	41
41			37,5		58	54	56	53	53
59,5			39,0		5	10	8	5	5
1,5			2,0		1	1	1	1	1
25,5	30	40	34,5	29					
75,5	73	78	76	76	73,5	72	73	73	73
88			90,5		90,5	90	89,5	90	90
51	53				-	-	-	-	-
67,5	68	69	70	71	-	-	-	-	-
17,0	18,0	19	19,5	20	18	17	15	11	10
31,0	30	30	31	30	70	70	70	65	65
55,0	40	30	55	40	75	75	75	70	70
0,900			0,890		-	-	-	-	-
323			306		-	-	-	-	-
-15			-11		-	-	-	-	-
0,55			0,29		-	-	-	-	-
81,0	80,0	79,2	78,5	78,0	82,0	83,0	85,0	89,0	90,0
2,9	2,2	1,7	1,8	2,4	9,5	8,9	7,9	5,0	4,5
2,4	3,2	4,0	4,2	3,6	3,0	3,0	2,6	2,2	2,0
0,9	1,4	1,1/ 1,7	0,9	1,4	1,1/ 1,7	0,9	1,4	1,1/ 1,7	0,9
6,1	9,5	7,2/ 11,2	6,1	9,5	7,2/ 11,2	6,1	9,5	7,2/ 11,2	6,1
3,8	3,6	2,8/ 3,4	2,7	3,8	10,6/ 11,2	9,8	9,3	6,1/ 6,7	5,4
8,5	12,7	11,2/ 15,8	10,3	13,1	10,2/ 14,2	9,1	12,1	9,4/ 13,4	8,1

6,5	6,1	4,8/ 5,8	4,6	6,5	18/ 19	16,1	15,8	10,4/ 11,4	9,1
4,7	9,1/ 11,8	8,4/ 11,8	7,6	9,3	-/ 3,0	-	2,8	3,3/ 6,7	2,7
87,5	86,1	84/ 85	83,1	84,5	100/ 101	99,1	100,8	99,4/ 100,4	99,7
8,0	7,6	5,7/ 6,8 18/39	5,9	8,3	18/ 19 18/39	19,4	18,5	11,0/ 11,0 18/39	9,2
0,45	0,50	0,50	0,55	0,73	0,51	0,54	0,57	0,7	0,75
14,0	15,0	16,0	16,5	17,5	14,0	13,0	11,0	9,0	8,0
84,0	83,4	82,0	81,6	81,0	86,0	87,0	87,0	91,0	92,0
2,4	1,8	1,4	2,8	2,1	7,2	6,8	5,8	6,4	6,0
1,9	2,7	3,4	2,3	3,1	2,6	2,3	1,9	1,2	1,0
4,3	4,5	4,8	5,1	5,2	9,8	9,1	7,7	5,8	5,0
5,1	5,4	5,9	6,25	6,4	11,4	10,5	8,7	6,4	6,0
88,0	87,4	85,8	85,7	85,7	90,0	91,0	93,0	95,0	95,0
0,3	0,5	1,0	1,0	0,5	5,8	5,1	3,7	2,4	2,0
7,0	10,6	7,0	7,0	10,6	7,0	7,0	10,6	7,0	7,0
323	ge- schätzt	2,5 Ltr.	323	ge- schätzt	16/6	16/6	16/6	ge- schätzt	
3834			3834		3594/ 3644	3572e/3798		3797	

8			9		
Benzinierung			Terrana Mo		
7846/6434			7421		
250/600			bei 600		
a	b	c	a	b	c
0,5	22,5/19,5	22,5/19,5	20,5/19,5	26,5	26,5
5	0,8/2,0 -/4,1			1,0	1,0

6,5	6,1	4,8/ 5,8	4,6	6,5	18/ 19	16,1	15,8	10,4/ 11,4	9,1
4,7	9,1/	8,4/ 11,8	7,6	9,3	-/ 3,0	-	2,8	3,3/ 6,7	2,7
87,5	86,1	84/ 85	83,1	84,5	100/ 101	99,1	100,8	99,4/ 100,4	99,2
8,0	7,6	5,7/ 6,8	5,9	8,3	18/ 19	19,4	18,5	11,0/ 11,0	9,2
		18/39			18/39			18/39	
0,45	0,50	0,50	0,55	0,73	0,51	0,54	0,57	0,7	0,75
14,0	15,0	16,0	16,5	17,5	14,0	13,0	11,0	9,0	8,0
84,0	83,4	82,0	81,6	81,0	86,0	87,0	87,0	91,0	92,0
2,4	1,8	1,4	2,8	2,1	7,2	6,8	5,8	6,4	6,0
1,9	2,7	3,4	2,3	3,1	2,6	2,3	1,9	1,2	1,0
4,3	4,5	4,8	5,1	5,2	9,8	9,1	7,7	5,8	5,0
5,1	5,4	5,9	6,25	6,4	11,4	10,5	8,7	6,4	6,0
88,0	87,4	85,8	85,7	85,7	90,0	91,0	93,0	95,0	95,0
0,3	0,5	1,0	1,0	0,5	5,8	5,1	3,7	2,4	2,0
7,0	10,6	7,0	7,0	10,6	7,0	7,0	10,6	7,0	7,0
323	ge- schätzt	2,5 Ltr.	323	ge- schätzt		16/6	16/6		ge- schätzt
3834			3834		3594/ 3644	3572e/3798		3797	

8			9		
Benzinierung					
7846/6434			Terrana Mo 7421		
250/600			bei 600		
a	b	c	a	b	c
0,5	22,5/19,5	22,5/19,5	20,5/19,5	26,5	26,5
5	0,8/2,0 -4,1 3/2,5			1,0 2,1 1,0	1,0
0 ^o	bis 150 ^o				
45	0,58	0,6	0,65	44	0,5
	0,736	0,736	0,736	0,776	0,6
46		46	46	20	
55				80	
7				-	
52	50	50	50	32	36
	155	155	155	91	40
				165	165
41	41	41	20		
53	53	53	52		
5	5	5	27		
1	1	1	1		
			24	22	20
73	73	73	69	70	71
90	90	90	84,5		
-			ca. 45		
-			ca. 67		
-			ca. 58		
11	10	9	9,5	10	10
65	65	65	51	50	50
70	70	70	32	30	30
-			0,886		
-			320		
-			+ 3		
-			2,0		
89,0	90,0	91,0	87,0	88,5	88,5
5,0	4,5	4,1	1,6	1,5	1,5
2,2	2,0	1,7	3,2	3,5	3,5
1,1/ 1,7	0,9	1,4	1,1/ 1,7	0,9	1,4
7,2/ 11,2	6,1	9,5	7,2/ 11,2	6,1	9,5
6,1/ 6,7	5,4	5,5	2,7/ 3,3	2,4	2,9
9,4/ 13,4	8,1	11,2	10,4/ 14,4	9,6	13,0
10,4/ 11,4	9,1	9,4	4,6/ 5,6	4,1	4,9
3,3/ 6,7	2,7	5,7	7,7/ 11,1	7,2	11,1
99,4/ 100,4	99,1	100,4	93,6/ 94,6	92,6	93,4
11,0/ 11,0	9,2	9,4	4,9/ 5,9	4,6	5,5
18/39			18/39		
0,7	0,75	0,8	0,55	0,6	0,7
9,0	8,0	7,0	9,0	9,0	9,0
91,0	92,0	93,0	90,0	90,0	90,0
6,4	6,4	6,4	1,4	1,4	1,4
1,2	1,2	1,2	3,1	3,1	3,1
5,8	5,8	5,2	4,6	4,5	4,5
6,4	6,4	5,7	5,1	5,0	5,0
95,0	95,0	95,0	94,5	94,5	94,5
2,4	2,4	1,7	0,6	0,5	0,5
7,0	7,0	10,6	7,0	7,0	10,6
	ge- schätzt	ge- schätzt		ge- schätzt	ge- schätzt
3797			3719b		

68

Druckversuche über 1.6103 (Ferrona HF)
unter verschiedenen Druckbedingungen.
Catching experiments over 1.6103
(Ferrona HF) under different
pressure conditions.

range Nos. 689 - 716

Hochdruckversuche
Ia 558

688
8. April 1941 Fz/Pf.

Krackversuche über K 6108 (Terrana) und K 6109 (Terrana HF)
unter verschiedenen Druckbedingungen.

Zusammenfassung.

Die Spaltaktivität von Bleicherden ist in H_2 -Atmosphäre druckabhängig derart, daß mit steigendem Druck die Aufspaltung zu Benzol größer wird. Diese Druckabhängigkeit ist bei HF-behandelter Bleicherde (K 6109) viel stärker ausgeprägt als bei nicht HF-behandelter (K 6108).

Bei Abwesenheit von H_2 und insbesondere im drucklosen Gebiet gibt HF-behandelte Bleicherde (K 6109) erheblich höhere Vergasung als nicht HF-behandelte (K 6108).

CS_2 - Zusatz drückt in H_2 -Gegenwart im Bereich niedriger Drücke die Benzinausbeute herab und erhöht die Vergasung. Im höheren H_2 -Druckbereich (über 40 at bei K 6108, über 30 at bei K 6109) wirkt CS_2 bzw. H_2S spaltungsverbessernd.

Mit K 6109 und Elverather Dieselöl wurde bei 1 stündiger Zyklusdauer, Durchsatz 1 Vol./Vol./Std. und 45 at Druck (H_2 -Partialdruck = 42,6 at) ohne CS_2 eine Benzoleistung (bis 190°) von 0,25, mit 1 % CS_2 -Zusatz zum Öl eine Leistung von 0,31 erreicht.

Die Vergasung (+ Koks) betrug 30,0 bzw. 26,8 %. Dabei ist das Gasbenzol in der Vergasung mit einbegriffen, sodaß die tatsächliche Vergasung noch einige Prozente niedriger liegt. Bei diesen im Druckbereich 0 bis 45 at ausgeführten Versuchen konnte kein H_2 -Verbrauch festgestellt werden. Die Versuche sind sämtlich bei $420^\circ C$ gefahren, d.h. bei einer um etwa 40° tieferen Temperatur gegenüber der Arbeitsweise von Houdry. Bei allen Versuchen tritt, wie beim normalen katalytischen Cracken, Abklingen des Kontaktes ein.

1849/1

Ausführung der Versuche.

Die Katalysatoren K 6108 und K 6109 wurden bei einer Temperatur von 420°, einem Durchsatz von 1 Vol. Öl/Vol. Katalysator/Stunde und einer Zyklusdauer von 1 Stunde mit Elwerather Dieselöl (P 189) im Druckbereich von 0 bis 45 atü auf ihre Spaltaktivität geprüft.

Zur Erzeugung des Druckes diente einmal der Vergasungs- und Dampfdruck des Öls bzw. seiner Spaltprodukte, in der anderen Versuchsreihe wurde der Druck durch H₂-Zugabe erzeugt. In letzterem Fall betrug die H₂-Menge jedesmal 2 m³ (kalt am Ofenausgang gemessen) pro Ltr. Öl und Stunde.

Das Dieselöl wurde zuerst ohne Zusatz, dann mit Zusatz von 1 % CS₂ gespalten.

P 189 Dieselöl (Einspritzprodukt).

Spez. Gewicht	0,846
Anilinpunkt	70,5
Beginn:	237°
- 250°	2,0 %
- 275°	9,5 %
- 300°	42,2 %
- 325°	85,0 %
	345°/99 %
	Ru = 1 %

Tabelle 1 und 2 enthalten die unter den verschiedenen Bedingungen erhaltenen Ausbeuteergebnisse.

Kurvenblatt 1 gibt die wichtigsten unter den verschiedenen Bedingungen erhaltenen Benzin-Konzentrationen und Koks + Gasverluste (bezogen auf B1 + Koks + Gas) wieder.

Ausbeute-Ergebnisse.

1. Kracken mit und ohne Druck.

Die Ergebnisse in Tabelle 1 und 2 und die in Blatt 1 eingezeichneten Benzinkonzentrationen und Vergasungen zeigen, daß K 6108 und K 6109 bei Abwesenheit von H_2 hinsichtlich Spaltung zu Benzin und ebenso hinsichtlich Vergasung nur wenig druckabhängig sind. Bei drucklosem Fahren geben beide Katalysatoren fast gleiche Benzinkonzentration, aber ganz verschiedene Vergasung. Während K 6108 bei einer Benzinkonzentration von 16,1 % eine Vergasung von 19,3 % gibt, erhält man mit K 6109 bei einer Konzentration von 15,4 eine Vergasung von 37,5 %, also fast das Doppelte.

Beim Kracken unter Drucken von 15 bis 45 at gibt K 6109 etwas höhere Benzinkonzentrationen als K 6108, dabei aber auch höhere Verluste an Gas + Koks. Gegenüber der drucklosen Fahrweise sind die Ausbeuteergebnisse beim Fahren unter Druck ohne H_2 -Zusatz bei K 6109 etwas besser.

Bei K 6108 wird bei der Druckkrackung ohne H_2 -Zusatz die Benzinkonzentration kaum verändert (vielleicht verringert), die Gas und Koksverluste steigen aber erheblich.

2. Kracken unter H_2 -Zusatz.

Beim Kracken unter H_2 -Zusatz zeigt K 6108 schwache, K 6109 ausgeprägte Druckabhängigkeit.

K 6108 gibt mit steigendem H_2 -Druck etwa linear schwach steigende Benzinkonzentration bei entsprechend abfallenden Gas + Koksverlusten, doch liegen in dem untersuchten Druckgebiet die Benzinkonzentrationen in keinem Fall höher als die ohne H_2 -Zusatz erhaltenen, die dazugehörigen Gas + Koksverluste aber alle beträchtlich höher.

K 6109 gibt bereits bei 15 at in Gegenwart von H_2 fast die gleiche Benzinkonzentration und Vergasung wie ohne H_2 . Mit steigendem Druck wächst in Gegenwart von H_2 die Benzinkonzentration linear stark an unter gleichzeitigem linearem Absinken der Vergasung. Durch Extrapolation ergibt sich für 100 at Druck und im

übrigen gleichen Bedingungen, für K 6109 bei H_2 -Gegenwart eine Benzinkonzentration von 62 % bei einer Vergasung von 18 %. Bei 45 at wurde eine Benzinkonzentration von 33,6 % bei einer Vergasung von 30 % experimentell erhalten.

3. **Kracken mit $H_2 + OS_2$ -Zusatz.**
=====

Zusatz von 1 % OS_2 zum Einspritzprodukt bringt bei Drucken unter etwa 30 at bei K 6109 (in H_2 -Gegenwart) eine Ausbeutever-schlechterung gegenüber dem Cracken unter H_2 -Zusatz. Mit Steige-rung des Drucks über 30 at hinaus tritt aber eine erhebliche Erhö-hung der Benzinkonzentration unter gleichzeitigem Absinken der Vergasung ein, sodaß bei 45 at eine Konzentration von 42,4 % bei 26,8 % Vergasung experimentell erhalten wurde.

Lineare Extrapolation würde für 85 at eine Benzinkonzentra-tion von 90 % bei 10 % Vergasung ergeben. Anscheinend treten aber bei Druckerhöhung über 50 at hinaus andere Spaltungen und viel-leicht auch Hydrierung auf, sodaß die einfache Extrapolation nicht richtig sein wird.

Bei K 6108 tritt der OS_2 -Effekt erst bei höherem Druck (über 45 at) ein. Er bringt aber gegenüber der durchlosen Fahr-weise keine Ausbeutenvorteile.

Die ausgeprägte Druckabhängigkeit des K 6109 in Gegenwart von H_2 (und H_2S) erklärt die bisher unbekanntes Aktivitätsunter-schiede der Katalysatoren K 6108 und K 6109 beim Cracken und Hydrieren.

Eigenschaften der Crackprodukte.
=====

In Tabelle 3 und 4 sowie in den Kurvenblättern 2 bis 5 sind die Benzin- und Mittelöl-Eigenschaften der Spaltprodukte in Abhängigkeit von den Versuchsbedingungen wiedergegeben.

1) Kracken ohne und mit Druck ohne H₂-Zusatz.

Blatt 2 gibt ein Bild über die Produktverteilung für K 6108 und K 6109. Die Ausbeuten an Benzin und Koks + Gas (bezogen auf Einspritzung) werden durch die schraffierten Flächen gekennzeichnet. Dazwischen liegt der Anteil des Crack-Mittelöls (und der C₃C₄-Mengen). Die eingezeichneten gestrichelten und farbigen Kurven geben % bis 100°, Anilinpunkt - Benzin und Anilinpunkt - Mittelöl sowie die Oktanzahl (N) ohne und mit 0,12 % Pb wieder. Diese Angaben beziehen sich, ebenso wie die Ausbeuten, auf 190er-Benzin.

K 6108 zeigt ausbeutemäßig die schon erwähnte geringe Druckabhängigkeit. Die im gesamten überprüften Druckbereich erhaltenen Crackbenzine sind fast siedegerecht (ca. 35 % bis 100°). Der Anilinpunkt des Benzins steigt bei der Druck-Krackung sofort an, bleibt im Bereich von 15 bis 45 at aber ziemlich konstant.

Der Anilinpunkt des Mittelöls ist über den ganzen Bereich bis 45 at ziemlich konstant, er wird demnach allein durch den Grad der Aufspaltung und nicht durch den Druck beeinflusst.

Die O.Z. (N) sinkt bei Anwendung von Druck um etwa 1 bis 3 Punkte ab, dafür tritt aber eine Zunahme der Pb-Empfindlichkeit ein, die den Abfall der O.Z. mindestens kompensieren dürfte.

K 6109 zeigt beim Übergang zur Druckspaltung stärkere Aufspaltung zu Benzin und Gas + Koks als K 6108.

Die Crackbenzine sind etwas flüchtiger als die über K 6108 erhaltenen (ca. 40% bis 100°). Ihr Anilinpunkt steigt beim Übergang zur Druckspaltung ebenfalls sofort an, bleibt aber bei weiterer Druckerhöhung auch ziemlich konstant. Der Anilinpunkt der über K 6109 erhaltenen Benzine liegt tiefer als der über K 6108 erhaltenen.

Entsprechend der stärkeren Aufspaltung über K 6109 liegt der Anilinpunkt des Crack-Mittelöls etwas tiefer als bei K 6108. Druckabhängigkeit des Anilinpunktes vom Mittelöl ist auch hier nicht erkennbar.

Entsprechend der stärkeren Aufspaltung über K 6109 liegt der Anilinpunkt des Krack-Mittelöls etwas tiefer als bei K 6108. Druckabhängigkeit des Anilinpunktes vom Mittelöl ist auch hier nicht erkennbar.

- 6 -

694

2) Kracken unter H₂-Zusatz.

Blatt 3 enthält die bei dieser Arbeitsweise erhaltenen Werte.

K 6108 zeigt schwache H₂-Druckabhängigkeit. Die Mehrausbeute an Benzin wird durch höhere Gas + Koksverluste erkauft.

Das Benzin ist durch den H₂-Zusatz stark untersiedegerecht geworden, es hat nur noch 15-20 % bis 100° siedende Anteile.

Der Anilinpunkt des Benzins ist zwischen 15 und 45 at nicht druckabhängig.

Der Anilinpunkt des Krack-Mittelöls scheint im höheren Druckbereich (45 at) etwas anzusteigen, eine Erscheinung, die mit beginnender schwacher Aufhydrierung des Mittelöls erklärt werden kann.

Die Oktanzahl (M) liegt um 2 bis 5 Punkte tiefer als die von drucklos erhaltenem Krackbenzin.

K 6109 zeigt die erwähnte stark ausgeprägte Druckabhängigkeit in Gegenwart von H₂. Die Mehrausbeute an Benzin ist von einer nur wenig größeren Gas + Koksbildung begleitet. Das bei niedrigem Druck (15 at) noch etwas untersiedegerechte Benzin (32 % bis 100°) wird mit ansteigendem Druck siedegerecht. Ebenso steigt bei diesem Katalysator der Anilinpunkt des Benzins mit steigendem Druck, während der Anilinpunkt des Mittelöls etwas abzufallen scheint.

Gegen K 6108 liegt hier ein weiterer charakteristischer Unterschied.

Bei K 6108 blieb der Anilinpunkt des Benzins konstant, der Anilinpunkt des Mittelöls liegt höher als bei K 6109 und zeigt mit Druckzunahme steigende Tendenz. Hieraus läßt sich folgern, daß K 6108 bei geringer Spaltung H₂-übertragend auf das Mittelöl wirkt, während K 6109 stark spaltet und die Spaltstücke aufhydriert.

3) Kracken ohne H₂ unter CS₂-Zusatz (Blatt 4).

Bei K 6108 wirkt ein CS₂-Zusatz von 1 % zum Öl bei druckloser Fahrweise deutlich verschlechternd auf die Spaltung (Vergiftungserscheinung).

Die Benzinausbeute ist geringer, das Benzin ist weniger flüchtig und hat tieferen Anilinpunkt bei schlechter Oktanzahl.

Mit zunehmendem Druck steigen Benzinausbeute und Vergasung linear schwach an, ebenso die % bis 100° der Krackbenzine. Eine Erhöhung des Klopfwertes wird aber durch Drucksteigerung nicht erreicht.

Der Anilinpunkt des Krackbenzins steigt bei Übergang von 0 auf 15 at an, um bei weiterer Drucksteigerung konstant zu bleiben.

Der Anilinpunkt des Krack-Mittelöls liegt trotz geringerer Spaltung niedriger als beim Fahren von CS₂-freiem Öl.

Zusammenfassend läßt sich sagen, daß CS₂-Zusatz bei K 6108 die Spaltung verschlechtert. Durch Druckanwendung kann die Verschlechterung der Spaltung verbessert werden, doch liegt man bei 45 at hinsichtlich Ausbeute und Benzinqualität immer noch schlechter als beim Kracken von CS₂-freiem Dieselöl im Druckgebiet von 0 bis 45 at. Der in Abwesenheit von H₂ nicht druckabhängige K 6108 wird bei CS₂-Zusatz zum Öl (oder in H₂S-Atmosphäre druckabhängig).

K 6109 ist weniger H₂S-empfindlich wie K 6108. Er zeigt drucklos eine geringe Ausbeuteverschlechterung bei gleichbleibenden Benzineigenschaften. Mit zunehmendem Druck nähert man sich den Ausbeuten, die mit CS₂-freiem Dieselöl erhalten werden.

4) Kracken mit H₂ und CS₂-Zusatz (Blatt 5).

K 6108 zeigt unter diesen Bedingungen mit Druckerhöhung linear schwach ansteigende Verbesserung der Benzinausbeute, Zunahme der bis 100° siedenden Anteile und Erhöhung des Anilinpunktes vom Benzin. Das Krackbenzin ist selbst bei 45 at noch stark untersiedegerecht (21 % bis 100°) und hat deshalb schlechte O.Z. (65-67). Die Benzinausbeute ist in keinem Fall so hoch

wie beim normalen drucklosen Katalysator. Kracken von Dieselöl ohne Zusatz.

K 6109 zeigt, wie beim Kracken in Gegenwart von H_2 unter Druck, Druckabhängigkeit, jedoch in anderer Form.

Während im Druckgebiet 15 bis 30 at die Benzinausbeute hier niedriger ist als bei Abwesenheit von CS_2 , tritt bei Drucken über 30 at eine starke Zunahme der Benzinausbeute ein.

CS_2 bzw. H_2S wirkt also in Verbindung mit K 6109 und H_2 -Druck erst oberhalb 30 at als Spalt-Katalysator.

Mit Zunahme der durch CS_2 bewirkten Benzinausbeute wächst zwar auch der Gas + Koksverlust, doch ist dieser Anstieg bei weitem nicht so stark wie der der Benzinausbeute. Demgemäß sinkt der Wert für Gas + Koks/Benzin + Gas + Koks.

Das bei 15 at noch stark untersiedegerechte Benzin wird mit zunehmendem Druck siedegerecht; gleichzeitig steigen A.P. und O.Z.

Eigenschaften der Krackbenzine.

Blatt 6 und 7 enthalten die charakteristischen Eigenschaften der unter den verschiedenen Bedingungen erhaltenen Krackbenzine, die z.T. schon in die Blätter 2 bis 5 eingetragen waren, noch einmal nebeneinander (aus Tab. 3 und 4).

Spez. Gewicht.

K 6108 (Blatt 6) liefert nur ohne Zusatz von H_2 siedegerechtes und leichtes Benzin mit einem spezifischen Gewicht zwischen 0,732 und 0,738. Zusatz von CS_2 zum Dieselöl gibt bei drucklosem Kracken ein viel schwereres Benzin (0,752), bei Anwendung von Druck erreicht man spez. Gewicht von 0,732 bis 0,738. Diese Benzine sind aber erst bei 45 at siedegerecht.

Zusatz von H_2 bzw. $H_2 + CS_2$ liefert Benzine mit spezifischem Gewicht zwischen 0,746 und 0,764, die sämtlich stark untersiedegerecht sind.

A.P.
=====

Die höchsten A.P. werden ebenfalls in Abwesenheit von H_2 erhalten. CS_2 -Zusatz drückt bei drucklosem Kracken den A.P. stark herab. In H_2 -Atmosphäre steigt der A.P. des Benzins mit zunehmendem Druck stark.

O.Z.
=====

Die höchste O.Z. wird bei druckloser Fahrweise ohne Zusatz erreicht (72). Es ist zu berücksichtigen, daß die O.Z. nur in Verbindung mit der Siedekurve des Benzins bewertet werden darf.

Jod-Zahl.

Die Jod-Zahl und damit der Olefingehalt der Benzine ist in allen Fällen stark druckabhängig. Mit steigendem Druck tritt rasches Abfallen ein. Bei dem in dieser Versuchsreihe angewandten Höchstdruck von 45 at liegt die Jod-Zahl der unter den verschiedenen Bedingungen erhaltenen Benzine zwischen 1,2 und 20 entsprechend einem zwischen ca. 0 und 8 % schwankenden Olefingehalt.

Abgesehen vom normalen drucklosen katalytischen Kracken werden die höchsten Jod-Zahlen in Anwesenheit von H_2 erhalten, die niedrigsten beim Kracken unter Druck ohne jeden Zusatz.

K 6109.

Spez. Gewicht.

CS_2 -Zusatz verändert beim drucklosen Kracken das spez. Gewicht des Benzins ebenso wie die Menge der bis 100° siedenden Anteile nicht. Beim Kracken unter Druck erhöht CS_2 -Zusatz das spez. Gewicht des Benzins nur wenig.

Die spezifischen Gewichte der unter H_2 bzw. $H_2 + CS_2$ -Zusatz erhaltenen Benzine zeigen wieder deutlich die Druckabhängigkeit des K 6109 unter diesen Bedingungen.

A.P.
=====

Die A.P.-Kurven der in Abwesenheit und in Gegenwart von H_2 erhaltenen Benzine werden durch CS_2 -Zusatz kaum beeinflusst.

H₂-Zusatz führt bei Drucken unter 45 at zu einem Absinken des Anilinpunktes.

Jod-Zahl.

Auch bei K 6109 ist die Jod-Zahl in gleicher Weise druckabhängig wie bei K 6108. Bei Drucken über 30 at nähern sich die Jod-Zahlen der in Gegenwart und in Abwesenheit von H₂ erhaltenen Krackbenzine. Bei 45 at liegen sämtliche Jod-Zahlen nahe beieinander (zwischen 9 und 14, entsprechend 3,5 bis 5,5 % Olefinen). Die mit 20,7 bestimmte Jod-Zahl für das drucklos erhaltene Krackbenzin aus P. 189 Dieselöl + 1 % OS₂ scheint falsch bestimmt zu sein.

Die über K 6109 erhaltenen Krackbenzine haben höhere Jod-Zahlen als die über K 6108 erhaltenen.

Blatt 8 gibt die spezifischen Gewichte der einzelnen Krackbenzine und der dazu gehörigen Krack-Mittelöle wieder.

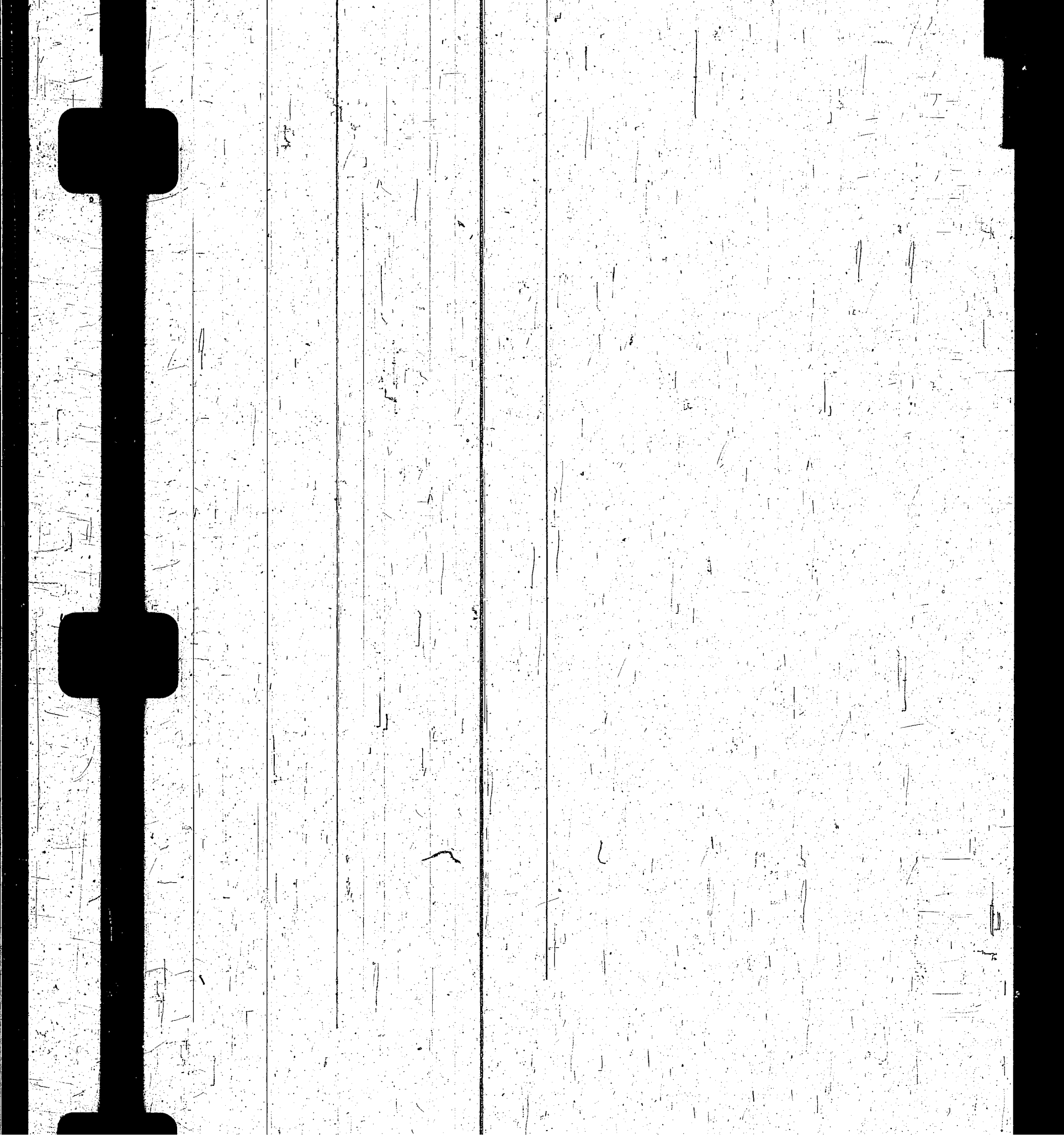
Unter Mitarbeit von:

Dr. Furst

Dr. Dehn

Dr. Scheiner.

gez. Free



1. ⁶⁹⁹
 verschiedenen Drucken.

	1% CS2	1% CS2	1% CS2	1% CS2	1% CS2	1% CS2
45	0	15	15	45	45	45
42,7	0	0	14,3	0	42,7	42,7
2000	--	--	2000	--	2000	2000
15,6	10,0	11,0	8,9	14,2	16,5	16,5
76,0	85,9	83,9	85,0	79,0	76,2	76,2
8,4	0,6	0,2	6,1	0,4	7,3	7,3
	3,5	4,9		6,4		
35,0	29,0	31,6	40,7	32,4	30,7	30,7
0,13	0,09	0,09	0,08	0,12	0,14	0,14
1382	1387	1383	1384	1385	1386	1386
17,0%	10,5%	11,6%	9,5%	15,2%	17,8%	17,8%

RETAKE

Tabelle 1.
 Katalytisches Kracken von P 189 (Dieselöl) über K 6108 bei verschiedenen Drucken.

Zusatz	--	--	--	--	--	--	--	--	--	1% CS ₂	1% CS ₂	1% CS ₂	1% CS ₂	1% CS ₂
Katalysator														
Temperatur														
Durchsatz (V/V/Std.)														
Dauer, Std.														
Druck atm	0	15	25	45	25	45	25	45	0	15	45	15	45	45
H ₂ -Partialdruck atm	0	14,3	0	0	23,8	0	42,7	0	0	0	14,3	0	0	42,7
1 H ₂ /1 Öl/Std.	--	2000	--	--	2000	--	2000	--	--	--	2000	--	--	2000
Gew. % B1 - 190°	15,5	15,4	17,4	13,5	13,8	13,5	15,6	10,0	10,0	11,0	8,9	8,9	14,2	16,5
Gew. % M1	80,8	78,4	76,9	81,8	77,8	81,8	76,0	85,9	85,9	83,9	85,0	85,0	79,0	76,2
Gew. % C ₃ C ₄	0,7	0,4	0,2	0,5	8,4	0,5	8,4	0,6	0,6	0,2	6,1	6,1	0,4	7,3
Gew. % Koks + O ₂ -C ₂	3,0	5,8	5,5	4,2		4,2		3,5	3,5	4,9			6,4	
Koks + Gas/B1 + Koks + Gas	19,3	28,6	24,6	25,8	37,8	25,8	35,0	29,0	29,0	31,6	40,7	40,7	32,4	30,7
Benzin-Leistung	0,13	0,13	0,15	0,12	0,12	0,12	0,13	0,09	0,09	0,09	0,08	0,08	0,12	0,14
Versuchs-Nr.	1376	1378	1380	1381	1379	1381	1382	1387	1387	1383	1384	1384	1385	1386
Benzin-Konzentration	16,1%	16,4%	18,4%	14,2%	15,0%	14,2%	17,0%	10,5%	10,5%	11,6%	9,5%	9,5%	15,2%	17,8%

SAVERIA

WILLI

1

END OF RETAKE

1% CS ₂	1% CS ₂	1% CS ₂
25	45	45
23,8	0	42,8
2000	--	2000
17,5	18,5	36,7
73,1	69,6	49,8
9,4	0,8	13,5
	11,1	
35,0	39,3	26,8
0,15	0,16	0,31
2449	2446	2447
19,3%	21,0%	42,4%

Zusatz	
Katalysator	
Temperatur	
Durchsatz (V/V/Std.)	
Dauer, Std.	
Druck atm	
H ₂ -Partialdruck atm	
1 H ₂ /1 Öl/Std.	
Gew. % Bi - 190°	
Gew. % M1	
Gew. % C ₃ O ₄	
Gew. % Koks + C ₀ -C ₂	
Koks + Gas/Bi + Koks + Gas	
Benzin-Leistung	
Versuchs-Nr.	
Benzin-Konzentration	

Tabelle 2
 Katalytisches Cracken von F 189 (Dieselöl) über K 6109 bei verschiedenen Drucken.

Zusatz	15	15	25	25	45	45	15	15	15	15	15	25	25	45	45	15	15	15	15	25	25	45	45	
Temperatur					420°																			
Durchsatz (V/V/Std.)					1																			
Dauer, Std.					1																			
Druck atm	0	15	15	25	45	45	15	15	15	2000	2000	25	25	2000	2000	15	15	15	25	25	45	45	45	45
H ₂ -Partialdruck	0	0	14,3	0	42,8	42,8	0	0	0	2000	2000	23,8	23,8	2000	2000	14,3	14,3	14,3	23,8	23,8	0	0	0	42,8
Ltr. H ₂ /Ltr. Öl/Std.	--	--	2000	--	2000	2000	--	--	--	2000	2000	2000	2000	2000	2000	2000	2000	2000	2000	2000	--	--	--	2000
Gew. % Benzin - 190°	14,1	19,0	16,6	18,4	20,1	29,4	12,0	15,8	14,2	17,5	18,5	17,5	17,5	14,2	14,2	17,5	17,5	17,5	17,5	17,5	18,5	18,5	18,5	36,7
Gew. % Mittelöl	77,4	70,4	73,6	72,1	68,9	58,0	80,1	73,0	74,0	73,1	69,6	73,1	73,1	74,0	74,0	73,1	73,1	73,1	73,1	73,1	69,6	69,6	69,6	49,8
Gew. % C ₃ C ₄	1,8	1,1	9,8	0,7	0,9	12,6	1,1	1,1	11,8	9,4	0,8	9,4	9,4	11,8	11,8	9,4	9,4	9,4	9,4	9,4	0,8	0,8	0,8	13,5
Gew. % Koks + Co - C ₂	6,7	9,5	8,8	8,8	10,1	30,0	6,8	10,1	11,8	11,8	11,1	11,8	11,8	10,1	10,1	11,8	11,8	11,8	11,8	11,8	11,1	11,1	11,1	13,5
Koks + Gas/Bi + Koks + Gas	37,5	35,8	37,2	34,1	35,4	30,0	39,7	41,5	45,5	35,0	39,3	35,0	35,0	45,5	45,5	35,0	35,0	35,0	35,0	35,0	39,3	39,3	39,3	26,8
Benzin-Leistung	0,12	0,16	0,14	0,155	0,17	0,25	0,10	0,13	0,12	0,15	0,16	0,15	0,15	0,12	0,12	0,15	0,15	0,15	0,15	0,15	0,16	0,16	0,16	0,31
Versuchs-Nr.	2436	2437	2438	2439	2441	2442	2443	2443	2445	2449	2446	2449	2449	2445	2445	2449	2449	2449	2449	2449	2446	2446	2446	2447
Benzin-Konzentration	15,4%	21,2%	18,4%	20,3%	22,6%	33,6%	13,0%	17,8%	16,1%	19,3%	21,0%	19,3%	19,3%	16,1%	16,1%	19,3%	19,3%	19,3%	19,3%	19,3%	21,0%	21,0%	21,0%	42,4%

Katalytisches Kracken von P 189 (Di

Zusatz	0	15	15	15
Temperatur	0	0	0	0
Durchsatz (V/V/Std.)	0	14,3	19,0	16,6
Dauer, Std.	0	2000	70,4	73,6
H ₂ -Partialdruck	14,1	19,0	1,1	9,8
Ltr. H ₂ /Ltr. Öl/Std.	77,4	1,8	6,7	37,2
Gew. % Benzin - 190°	37,5	35,8	0,16	0,14
Gew. % Mittelöl	0,12	0,16	2437	2438
Gew. % C ₃ C ₄	2436	21,2%	18,4%	
Gew. % Koks + Co - C ₂	15,4%			
Koks + Gas/Bi + Koks + Gas				
Benzin-Leistung				
Versuchs-Nr.				
Benzin-Konzentration				

Benzin und Mittelöl-Eigenschaften aus P 189

Temperatur 420°C Durchsatz 1 Vol./Vol

Katalysator	K 6108				
Druck atm	0	15	15	25	25
H ₂ -Partialdruck	0	0	14,3	0	23,8
Zusatz	--	--	--	--	--
Benzin					
Spez. Gewicht	0,736	0,738	0,756	0,732	0,752
Anilinpunkt	43,5°	48,0°	43°	47°	43°
Beginn	28°	32°	58°	27°	50°
- 70°	18,5	19,5	2,5	19,0	4,0
- 100°	35,5	36,0	15,0	34,0	19,5
- 120°	49,0	50,5	36,0	46,0	39,0
- 150°	73,5	75,5	71,5	69,0	71,0
- 180°	94,5	96,0	94,5	91,0	94,5
E.	193°	190°	193°	197°	193°
Jod-Zahl	45,8	12,6	42,0	5,85	37,1
O.Z. (M)	72	70,5	69,7	69,3	68,2
+ 0,12% Pb	81,5	83,5	--	--	81,7
Mittelöl					
Spez. Gew.	0,842	0,846	0,844	0,846	0,844
Anilinpunkt	68,5°	68,5°	68,5°	69,5°	68°
Beginn	237°	242°	238°	250°	237°
- 250°	4,0	3,5	5,5	--	7,5
- 275°	21,5	28,5	26,5	18,5	25,0
- 300°	56,5	54,5	58,5	50,0	58,5
- 325°	87,0	84,0	88,0	83,0	88,0
- 350°	96,0	95,0	98,0	94,5	97,5
E.	354°	356°	350°	360°	355°
Versuchs-Nr.	1376	1377	1378	1380	1379

- 100°	18,5	19,5	2,5	19,0	4,0
- 120°	35,5	36,0	15,0	34,0	19,5
- 150°	49,0	50,5	36,0	46,0	39,0
- 180°	73,5	75,5	71,5	69,0	71,0
E.	94,5	96,0	94,5	91,0	94,5
Jod-Zahl	193°	190°	193°	197°	193°
O.Z. (M)	45,8	12,6	42,0	5,85	37,1
+ 0,12% Pb	72	70,5	69,7	69,3	68,2
Mittelöl	81,5	83,5	--	--	81,7
Spez. Gew.	0,842	0,846	0,844	0,846	0,844
Anilinpunkt	68,5°	68,5°	68,5°	69,5°	68°
Beginn	237°	242°	238°	250°	237°
- 250°	4,0	3,5	5,5	--	7,5
- 275°	21,5	28,5	26,5	18,5	25,0
- 300°	56,5	54,5	58,5	50,0	58,5
- 325°	87,0	84,0	88,0	83,0	88,0
- 350°	96,0	95,0	98,0	94,5	97,5
E	354°	356°	350°	360°	355°
Versuchs-Nr.	1376	1377	1378	1380	1379

Tabelle 3.

...schaften aus P 189 Dieselöl.

...atz 1 Vol./Vol./Std.

1 Std. Cyklus

	19	25	25	45	45	0	15	15	45	45
	14,3	0	23,8	0	42,8	0	0	14,3	0	42,8
								1 % O ₂		
0,756	0,732	0,752	0,732	0,754	0,752	0,738	0,764	0,732	0,746	
43°	47°	43°	47,2°	43°	38,2°	46,5°	38,8°	47,5°	45,8°	
58°	27°	50°	28°	47°	39°	31°	58°	35°	47°	
1	19,0	4,0	18,0	6,0	10,0	13,0	2,5	17,5	5,0	
	34,0	19,5	35,0	20,0	27,0	30,5	15,5	36,5	21,5	
	46,0	39,0	48,5	36,5	41,0	44,0	35,0	52,0	39,0	
71,5	69,0	71,0	75,0	65,0	67,0	66,5	66,0	76,0	72,5	
94,5	91,0	94,5	95,0	90,5	90,5	92,0	94,0	96,5	95,0	
193°	197°	193°	194°	200°	197°	208°	194°	190°	190°	
42,0	5,85	37,1	1,2	20,1	21,0	12,9	39,5	4,65	10,6	
69,7	69,3	68,2	70,5	67,3	67,0	65,0	67,5	67,0	65,5	
--	--	81,7	--	--	--	--	--	--	80,5	
0	0,6	0,844	0,846	0,842	0,846	0,852	0,846	0,850	0,840	
6	0	68°	69,2°	69,5°	67,8°	68,0°	69,0°	66,5°	69,0°	
238	230°	237°	233°	247°	245°	246°	235°	238°	230°	
5,5	--	7,5	6,5	--	2,0	1,5	5,5	7,5	9,0	
26,5	18,5	25,0	18,0	25,5	23,5	16,0	25,0	27,5	33,0	
58,5	50,0	58,5	49,0	63,5	58,5	47,0	61,5	59,5	68,5	
88,0	83,0	88,0	81,0	90,0	90,0	82,0	90,0	87,0	92,0	
98,0	94,5	97,5	93,5	--	97,5	95,0	97,5	94,0	98,5	
350°	360°	355°	360°	349°	356°	358°	354°	354°	350°	
1378	1380	1379	1381	1382	1387	1383	1384	1385	1386	

Benzin- und Mittelöl-Eigenschaften, aus P 1

Temperatur 420°

Durchsatz = 1 Vol.

Katalysator	6 l					
Druck atm	0	15	15	25	25	45
H ₂ -Partialdruck atm	0	0	14,3	0	23,8	0
Zusatz	--	--	--	--	--	--
<u>Benzin</u>						
Spez. Gewicht	0,736	0,728	0,746	0,726	0,742	0,72
Anilinpunkt	34,2°	44,2°	36,5°	45,5°	41,0°	46,0
Beginn	35°	28°	46°	28°	40°	28°
- 70°	19,5	22,5	8,0	24,5	10,5	22,0
- 100°	42,0	39,5	32,0	42,0	34,0	40,0
- 120°	56,0	50,5	48,0	54,0	49,0	54,5
- 150°	79,0	71,0	76,0	78,5	80,0	76,5
- 180°	97,5	94,0	96,5	95,0	96,5	96,0
E.	190°	196°	190°	193°	190°	190°
Jod-Zahl	86,0	11,2	59,5	19,0	29,0	8,8
O.Z. (M)	75	72	72	71,8	69	71
+ 0,12	--	--	83,5	86,3	83,5	86,5
<u>Mittelöl</u>						
Spez. Gewicht	0,856	0,850	0,854	0,850	0,850	0,85
Anilinpunkt	65,5	65,8	65,0	65,5	64,5	63,8
Beginn	234°	245°	240°	224°	232°	234°
- 250°	4,5	3,0	4,7	8,0	8,5	6,0
- 275°	22,5	20,5	27,0	28,0	36,5	28,0
- 300°	50,5	58,5	51,5	62,0	65,5	59,5
- 325°	83,5	85,8	86,0	89,2	91,5	88,0
- 350°	97,0	96,0	96,8	97,0	--	96,5
E.	360°	360°	353°	358°	348°	360°
Versuchs-Nr.	2436	2437	2438	2439	2440	2441

Tabelle 4.

702

teils-Eigenschaften aus P 189 Dieselöl

Durchsatz = 1 Vol./Vol./Std. 1 Std. Cyklus

		6 1 0 9									
		25	25	45	45	0	15	15	25	45	45
		0	23,8	0	42,8	0	0	14,3	23,8	0	42,8
		1 % O ₂									
6	0,726	0,742	0,724	0,734	0,736	0,732	0,760	0,744	0,725	0,724	
0	45,5°	41,0°	46,0°	45,0°	32,5°	43,5°	36,0°	40,2°	46,5°	47,2°	
	28°	40°	28°	32°	33°	30°	51°	39°	29°	31°	
		5	22,0	16,0	20,5	20,5	4,0	11,0	24,5	22,5	
		0	40,0	38,0	40,0	38,5	21,5	32,5	42,5	43,5	
		0	54,5	53,5	54,5	52,0	40,5	49,5	56,5	58,5	
	78,5	60,0	76,5	79,0	79,5	77,0	71,0	75,5	78,0	82,0	
	95,0	96,5	96,0	96,0	96,5	97,0	91,0	94,5	96,5	96,5	
	193°	190°	190°	190°	190°	194°	196°	194°	190°	189°	
	19,0	29,0	8,8	11,5	20,7	32,8	53,2	42,5	13,9	13,1	
	71,8	69	71	70,5	72,0	68,5	69,2	70,0	67,5	74,5	
	86,3	83,5	86,5	87,0	--	--	--	--	--	85,5	
4	0,850	0,850	0,852	0,848	0,852	0,852	0,852	0,850	0,852	0,844	
	65,5	64,5	63,8	64,0	65,5	64,5	64,5	66,2	64,0	63,5	
	224°	232°	234°	228°	240°	237°	238°	233°	240°	219°	
	8,0	8,5	6,0	14,5	4,5	5,0	8,5	9,0	5,5	24,5	
	28,0	36,5	28,0	42,5	23,5	26,0	29,0	23,0	26,5	49,0	
	62,0	65,5	59,5	70,5	54,5	60,5	66,0	66,0	56,0	76,5	
	89,2	91,5	89,0	90,0	87,5	89,5	96,0	92,0	85,5	94,5	
	97,0	--	96,5	96,5	97,0	96,5	--	97,5	96,0	--	
	358°	348°	360°	360°	360°	360°	357°	354°	360°	342°	
	2439	2440	2441	2442	2442	2444	2445	2449	2446	2447	

703

703

704

704

705

20/1/3

STAMPS

RESISTANCE



707

708

708

$H_2 + CO_2$

$H_2 + CO_2$

$H_2 + CO_2$

$H_2 + CO_2$

$H_2 + CO_2$

H_2

709

$H_2 + CO_2$

$H_2 + CO_2$

$H_2 + CO_2$

Abschrift/Pr.

CHEMISCHE WERKE HÜLS Gesellschaft mit beschränkter Haftung

Herrn

Abschrift/Pr.

CHEMISCHE WERKE HÜLS Gesellschaft mit beschränkter Haftung

Herrn
Direktor Dr. Ambros
I.G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a.Rh.

Ihre Zeichen	Ihre Nachricht vom	Unsere Zeichen	M a r 1
	31.3. St.	Dr.G/W	Kr. Reckling- hausen
			8.4.1941

Betreff Kybol.

Zu Ihren Ausführungen erlauben wir uns, wie folgt Stellung zu nehmen:
Gegen den Absatz IV des vorgesehenen Lizenzvertrages bestehen noch grundsätzliche Bedenken, derenwegen eine Aussprache zwischen Herrn Landrat Tengemann und Herrn Direktor Dr. ter Meer noch stattfinden soll.

Herr Tengemann vertritt die Auffassung, daß durch die Lizenzverträge keine grundsätzliche Verkaufsbindung eintreten soll, sondern über die einzelnen Verkaufsfälle verhandelt werden sollte. Davon abgesehen bemerken wir zu Punkt 1 Ihres Schreibens:

Wir haben niemals die Absicht gehabt, in Treibstoff-Fragen von uns aus Entwicklungsarbeiten zu leisten, sondern sind der Auffassung gewesen, daß aus den produzierten Kybolmengen entsprechende Proben genommen und diese Arbeit in Ludwigshafen oder sonstige in der I.G. geleistet wird. So gesehen hat unseres Erachtens diese Frage mit dem Abschluss des Vertrages an sich nichts zu tun.

Zu Punkt 2:

Der einzige Abnehmer für Kybol ist das RLM. Es ist also nicht notwendig, und wir haben auch niemals daran gedacht, bei uns einen Verkaufsapparat für Treibstoff zu schaffen. Schon aus diesem Grunde hatten wir ja in dem von uns übersandten Vertrags-

entwurf ausschließlich das Dispositionsrecht der I.G. aufrechterhalten, wie es auch s.B. beim Diglykollieferungsvertrag der Fall ist. Wir verstehen aber nicht, warum komplizierte Schaltungen mit doppelten Umsätzen gewählt werden sollen, wenn mit einfachen Schaltungen auch zurechtsukommen ist.

Darüberhinaus könnte ohne weiteres der Vertrag mit uns geschlossen werden, ohne daß es deshalb nicht möglich wäre, über die I.G. zu verkaufen.

Heil Hitler!

CHEMISCHE WERKE HÜLS
Gesellschaft mit beschränkter Haftung
gez. 2 Unterschriften.

§ 110,600

Kontakt 7846 für Vorhydrierung von Scholvener
Mittelöl.

Zusammenfassung.

1. In einem Versuch von 133 Tagen Dauer wurde Scholvener Verflüssigungsmittelöl über Kontakt 7846 vorhydriert. Bei 250 at, Durchsatz 0,8, 3,0 cbm Gas/kg Öl, 1% CS_2 im Öl und $434^{\circ}C$ wurde sehr gut raffiniertes Mittelöl mit AP+ $40^{\circ}C$ erhalten, das sich mit praktisch derselben Leistung über 6434 verarbeiten liess wie 5058-B-Mittelöl.
2. Auch aus dem teermittelölhaltigen Scholvener Ausgangsprodukt liess sich unter diesen Verhältnissen ein gut benziniertes Mittelöl erhalten.
3. Der 7846 hat, wie schon in früheren Berichten mehrfach betont wurde, eine „Anlauf-Periode“ von 2-3 Tagen unter den obigen Bedingungen. Ist der Kontakt so eingefahren, so kann der CS_2 -Gehalt im Öl auf 0,4 % gesenkt werden, ohne dass sich in den nächsten 8 Tagen ein Absinken des AP zeigt.
4. Wird der Kontakt mit nur 0,4 % CS_2 im Öl eingefahren, so ist er viel weniger aktiv (AP des B-Mittelöls unter $+25^{\circ}C$). Auch spätere Erhöhung des CS_2 im Öl auf 1 % bringt den Kontakt nicht mehr zur vollen Aktivität. Der Kontakt ist geschädigt.
5. Da der Kontakt in den Werken nicht mit der erforderlich hohen Schwefelung eingefahren werden kann, ist zu erwägen, den 7846 geschwefelt zu liefern. Der geschwefelte Kontakt hat im Gegensatz zum Ungeschwefelten eine Hydrierspitze und stellt sich später auf dieselbe Aktivität ein wie ungeschwefelter nach Anfahren mit 1 % CS_2 .
6. Der Kontakt 7846 gibt ausserordentlich konstante Ergebnisse und kann ohne Abklagen, (also auch ohne Regeneration) wie andere Versuche gezeigt haben, weit über ein halbes Jahr gefahren werden. Sollte aber dennoch aus irgendeinem Grunde die Aktivität gelitten haben, so kann der Kontakt durch Abbrennen mit Luft wiederbelebt werden. Der regenerierte Kontakt verhält sich ebenso wie Frisch-Kontakt.

- 2 -

184861

- 2 -

714

7. Die Einflüsse von Durchsatz, Partialdruck und Verweilzeit auf die Hydrierwirkung und Aktivität des 7846 wurden teilweise untersucht. Die Arbeiten konnten im Rahmen dieses Versuches noch nicht abgeschlossen werden; vollständige Ergebnisse werden später mitgeteilt.
8. Die Vergasung betrug im Mittel 1,5% auf eingesetztes Mittelöl (wie bei 5058).

Gemeinsam mit:

Dr. Peters
" Grassel
" v. Finer
Trofimow

,gez. Günther

Dr. Dehn
" Furst
" Meier

715

In einem Versuch von 133 Tagen Dauer wurden verschiedene Solvener Mittelöle über den Kontakt 7846 verarbeitet. Als Ausgangsprodukte dienten:

- 1.) S-Phase-Mittelöl aus Steinkohle (P 1271) mit AP -12
- 2.) S-Phase-Mittelöl aus Steinkohle + Steinkohle-Teer a Mittelöl 70:30 (P 1468) mit Ap -22°C.

Im Verlauf des Versuchs wurden variiert:

- A: Der Durchsatz zwischen 0,2 und 2,0
- B: Der Druck (250 bzw. 210 atü).
- C: Die Temperatur (im allgemeinen 434°C, kurzfristig 450°C).
- D: Der Schwefelzusatz zum Öl (1,0 bzw. 0,4 % CS₂).

Von den Anfallprodukten wurden bestimmt:

Siedeverhalten, Anilinpunkt, Phenolgehalt, Stickstoffgehalt im Mittelöl und Benzinierbarkeit des Mittelöls über 6434.

Der jeweils noch 100%ig aktive Kontakt wurde im Verlaufe des Versuchs mehrere Male den Bedingungen einer Regeneration ausgesetzt, um den Einfluss mehrmaliger Regeneration auf die Kontakt-Aktivität zu prüfen.

I.

Versuchs-Verlauf der Vorhydrierung (Vgl. Kurvenblatt I)

Datum	Betr. Tag	
7.10.40.	1	Der Ofen 327, (Blatt 3594) mit 500 ccm 7846 wird nach Reduktion unter folgenden Bedingungen angefahren: Druck 250 atü Temperatur: 434°C Produkt: P 1271 (AP -12°C) + 1,0 % CS ₂ Durchsatz: 0,8 bei 3,0 cbm Gas/kg Öl. Im spez. Gew. des Anfallprodukts zeigt sich die übliche „Anlauf-Periode“.
9.10.	3	Das Anfall-Produkt hat AP + 39k Kontaktaktivität ist nunmehr praktisch konstant.
15.10.	9	Der Druck wird auf 210 atü ermässigt. Der Ap sinkt um nur 4°C und bleibt dann konstant bis zum 23.10.

I.

Versuchs-Verlauf der Vorhydrierung (Vgl. Kurvenblatt I)

Datum	Betr. Tag	
7.10.40.	1	Der Ofen 327, (Blatt 3594) mit 500 ccm 7846 wird nach Reduktion unter folgenden Bedingungen angefahren: Druck 250 atü Temperatur: 434°C Produkt: P 1271 (AP -12°C) + 1,0 % CS ₂ Durchsatz: 0,8 bei 3,0 ccm Gas/kg Öl. Im spez. Gew. des Anfallprodukts zeigt sich die Halbwertszeit „Anlauf-Periode“.
9.10.	3	Das Anfall-Produkt hat AP + 39k Kontaktaktivität ist nunmehr praktisch konstant.
15.10.	9	Der Druck wird auf 210 atü erniedrigt. Der Ap sinkt um nur 4°C und bleibt dann konstant bis zum 23.10.
23.10.	17	Der CS ₂ -Zusatz zum Öl wird von 1,0 auf 0,4 erniedrigt. Praktisch kein Einfluss während der nächsten 8 Tage.
31.10. 1.11.	25 26	Der Kontakt wird durch Abbrennen im Ofen wieder oxydiert (schwefelfrei gemacht) und anschließend wie üblich reduziert.
1.11.	26	Beim Anfahren unter denselben Bedingungen wie am 1. Tag zeigt sich im spez. Gew. des Anfalls wieder die „Anlauf-Periode“
4.11.	29	Der Anfall hat wieder AP+39°C. Die Kontakt-Aktivität ist konstant und ebenso hoch wie beim frischen Kontakt nach der „Anlauf-Periode“.
19.11.	44	Der Ap des Anfalls ist noch auf +41°C gestiegen.
20.11.	45	Der Durchsatz wird auf 1,0 erhöht. Der AP sinkt um 3 bis 4°C auf 37 bis 38°C und bleibt dort konstant.
29.11.	54 bis	Der Durchsatz wird auf 0,2 erniedrigt und dann im Verlaufe von 7 Tagen allmählich auf 2,0 erhöht.
8. 12.	61	Durch Beibehaltung des Gas:Öl-Verhältnisses (3,0kg/ccm) wird dabei der Partialdruck konstant auf 10 at gehalten. Die Verweilzeit ändert sich dabei zwangsläufig von 640 sec. auf 64 sec. Unter die-

Hochdruckversuche
Lu 558

2. April 1941 No/R

Kracken von Benzinen und Gasöl unter H₂-Druck.

Zusammenfassung.

Verschiedene Benzine (5058/6434 Schwerbenzin Scholven, DHD-Benzin aus 5058/6434-Schwerbenzin Scholven, CV₂B-180°C, sowie P189 Gasöl) wurden unter H₂-Drucken von 10,25 und 50 atm und Temperaturen von 459 und 476°C über Aluminiumsilikat und Magnesiumsilikat in 8-Stundenzyklen gefahren.

Die Benzine wurden im Gegensatz zu der Verarbeitung über den Dehydrierungskontakt 7360 nur wenig dehydriert. Das aromatenarme 5058/6434-Schwerbenzin ließ sich über Aluminiumsilikat verhältnismäßig leicht spalten, wobei die Relation Ausbeute-Neubildung-100°C bei gleichem H₂-Druck die gleiche wie beim Fahren über 7360 war. Der Isobutangehalt im Butan betrug wie beim DHD-Verfahren etwa 30%. Die auf 100°C und gleichen Aromatengehalt bezogene Motor-Oktanzahl des Benzins war um 4 Punkte besser als die des Ausgangsmaterials und um 2 Punkte besser als die des 7360-Benzins (Isomerisierung der Schwerbenzinfraktion).

Die aromatenreichen Benzine (DHD-Benzin, CV₂B) ließen sich erheblich schwerer spalten, und die Spaltung nahm mit steigendem Druck nur wenig zu. Der Isobutangehalt im Butan war höher als bei der Verarbeitung von aromatenarmen Benzinen über Silikatkontakten. Trotzdem war die Restbenzinoctanzahl gegenüber der des Ausgangsmaterials nur wenig oder garnicht verbessert.

Bei der Verarbeitung von P 189-Gasöl über Silikatkontakte wurde im geraden Durchgang je nach dem Kontakt und dem angewendeten Druck bezogen auf Gesamtanfall 5,1 bis 9,8% Gas + Koks, 15 bis 22% Benzin -150°C 12 bis 16% Schwerbenzin und 55 bis 63% Mittelöl erhalten. Das 6752-Benzin -150°C besaß die ausgezeichneten Oktanahlen von 76-77,2 nach Motormethode und 90 bis 92,5 nach Motormethode + 0,12, Blei. Allerdings war das Benzin stark ungesättigt. Jedoch ist anzunehmen, dass sich die Oktanahlen des Benzins selbst bei völliger Aufhydrierung (etwa durch nachgeschalteten 7360) nicht merklich verschlechtern werden.

184901

Kracken von Benzinen und Gasöl unter H_2 -Druck.

Versuchsverlauf.

In 1 Ltr.-Öfen mit Regeneration wurden verschiedene Benzine (5058/6434 Schwerbenzin Scholven, DHD-Benzin aus 5058/6434 Schwerbenzin Scholven, CV₂B-180°C, und Gasöl unter verschiedenen H_2 -Drucken in 8 Std.-Zyklen gefahren.

I. Kracken von Benzinen.

1) 5058/6434 Schwerbenzin Scholven wurde über Aluminiumsilikat (K6752) unter den folgenden Bedingungen gefahren:

H_2 -Druck atü:	25
Temp. °C	459
Durchsatz kg/l x Std.	0,5
Gas Öl obm/kg :	1,0
Zyklusdauer Std.	8

Die Versuchsergebnisse sind in Anlage 1 zusammengestellt. Zum Vergleich ist ein Versuch im 100 Ltr.-Ofen (mit nachgeschaltetem Raffinationsofen) mitaufgeführt, bei dem das gleiche Ausgangsmaterial über Kontakt 7360 mit einem H_2 -Druck von 15 atü gefahren wurde. Die wichtigsten Ergebnisse der Anlage sind in der folgenden Tabelle wiederholt.

Tabelle 1.

		zum Vergleich	
Ofen		308 I	703
Datum		1.1.40.	31.12.40.
Kontakt		6752	7360
H ₂ -Druck		24	15
Temp. °C		452	476
Ausbeute:			
% C ₄ -freien Anfall		90	94,8
% Gas + Koks		10	5,2
Produkt	Einspritzprod. 6058/6434 B1	Anfallbenzin - 180°C	Anfallbenzin -180°C
% v. Anfallprod.	Schmelzen 90-195°C	92,5	92
Spez. Gew./15°C	0,784	0,768	0,807
Anilinpunkt I	43	38,8	6,6
" II	ca 54,5	54,5	56,2
Siedebeginn	97	45	81
% - 70°C	-	4	-
% - 100°C	-	15,5	5
% - 180°C	92,2	-	97
Endpunkt	195	180/97	182/98,2
% Aromaten	ca 11	19	49,5
O.Z. Mot. Meth.	57,5	68	74
" " +0,12Pb	80	84	88
O.Z. umgerechn. auf Endpunkt 180°C, 0 % -100°C ¹⁾ 11% Aro- maten ²⁾			
Mot. Meth.	58,5	62,6	60,6
" " +0,12Pb	80	80	81,8
% iso C ₄ im C ₄		ca 30	ca 30

1) Leichtbenzin -70°C Misch-O.Z. M: 86 ; M+0,12Pb : 106
70-100 " " " 74 " : 94

2) Aromaten + Unges. Misch-O.Z. M 89,6 M+0,12Pb : 94,2 (Vergl. Anlage 1).

Im Gegensatz zum Kontakt 7360 dehydriert K6752 nur wenig. Bei einer Ausbeute von 90 % an C₄-freiem Anfall wird über K6752 ein Anfallprodukt mit 19 % Aromaten (Jodzahl 1,4) erhalten gegenüber 11 % Aromaten im Einspritzprodukt, während K7360 bei einer Ausbeute von 94,8 % ein Anfallprodukt mit 50 % Aromaten liefert.

Dagegen ist K6752 erheblich spaltaktiver als K7360: bei 27° tieferer Temperatur werden 11,5 % mehr Anteile - 100° als beim K7360 gebildet. Jedoch ist die Relation: Ausbeute-Neubildung -100° bei beiden Kontakten etwa gleich. Um dies zu verdeutlichen, sind im Kurvenblatt 1 von beiden Kontakten die neugebildeten Anteile -100° in Abhängigkeit von der Ausbeute an C₄-freiem Produkt aufgetragen. Vom Kontakt 7360 sind außer dem im 100-Ltr.-Ofen erhaltenen Wert zwei Werte aufgeführt, die bei 25atm H₂-Druck mit dem gleichen Ausgangsmaterial im 1-Ltr.-Ofen erhalten wurden. (Vergl. Bericht Dr.No v.24.2.41).

Rechnet man die Oktanzahlen des Ausgangsmaterials und des Anfallprodukts auf gleichen Endpunkt, gleichen Aromatengehalt und 0 % -100° um (Tabelle 1), so ergibt sich für das 6752-Benzin eine O.Z. nach Motormethode, die trotz schlechterer Siedekurve ¹⁾ um vier Punkte besser als die des Ausgangsmaterials und um zwei Punkte besser als die des 7360-Benzins ist. Danach scheint bei dem gewählten aromatenarmen Ausgangsmaterial Aluminiumsilikat in den Benzinfraktionen über 100° etwas stärker als Tonerde + 6 % MoO₃ zu isomerisieren.

2.) Das im Ofen 703 aus dem obigen Ausgangsmaterial erzeugt DHD-Schwerbenzin mit 50 Gew.% Aromaten wurde bei Wasserstoffdrucken von 10,25 und 50 atm und einer Temperatur von 476° über Aluminiumsilikat (K6752) und Magnesiumsilikat (K7961) gefahren. Versuchsbedingungen, Ausbeuten und Produkteigenschaften sind in den Anlagen 2 und 2a zusammengestellt. Einen Auszug der wichtigsten Werte enthalten Tabelle 2 und Kurvenblatt 2. In Tabelle 2 sind zum Vergleich Zahlen mitaufgeführt, die bei 25 atm H₂-Druck bei dem gleichen Ausgangsmaterial

¹⁾ Vergleiche Anlage 1.

Tabelle 2.

Kontakt	Aluminiumsilikat		Mg - Silikat		Zum Vergl. geschätzt n. Ergebnissen in 1 Ltr. Ofen.	
	50	10	50	10	25	7360 ¹⁾
H ₂ -Druck, atm	50	10	50	10	25	
Temperatur °C	476		476		oa 470	
Durchsatz kg/lxStd.	0,5		0,5		0,5	
Ausbeute an C ₄ -freiem Produkt %		93			98	
Produkt		Anfallprodukt				Ausgangsmaterial
Spez. Gew.	0,806	0,814	0,800	0,814	0,814	0,803
Anilinpunkt I	-3,5	-3,0	2,5	-8,0	-3,5	3,5
" II	57,5	57,0	57	57	57,5	56
Siedepunkt	49	72	42	81	-	85
% - 70°	2	-	2,5	-	-	-
% - 100°	11,5	7,8	14,5	9,5	8,2	5,8
% - 180°	89	88,2	90,0	90	oa 87	89
Endpunkt	252	271	228	241	-	240
% Aromaten	58	57	52	62,5	58	50
Jodzahl	1,0	1,7	3,1	4,8	-	9,7 ?
Benzin -180° Sp. Gew.	-	0,806	0,799	-	-	0,807
Anilinpunkt	-	2,2	5,1	-	-	5,8
% -100	-	7,5	15	-	-	5
% Aromaten	-	53,5	51	-	-	49,5
O.Z. Res. Meth.	-	89,5	87	-	-	-
Mot. "	-	73	74	-	-	74
" +0,12Pb	-	88	88	-	-	88
Restbenzin						
% -100°	-	21	22,5	-	-	16,5
O.Z.	(59)	59	61	-	60	59
% iso C ₄ im C ₄	62	-	54,2	57,8	oa 30-40	

¹⁾ Fass 57-172 aus der laufenden Produktion für Blüitz.

mit K7360 erhalten 2) werden. Die Ausbeute an flüssigem Anfall beträgt bei beiden Silikatkontakten praktisch unabhängig vom Druck 93 %. Die Aromateneubildung ist im Vergleich zum K7360 gering. Sie ist beim Aluminiumsilikatkontakt unabhängig vom Druck, während sie beim Mg-Silikatkontakt mit fallendem Druck zunimmt (Vergl. Kurvenblatt 2). Die Neubildung von Anteilen -10° ist trotz höherer Temperatur viel geringer als bei dem aromatenarmen 5058/6434 Schwerbenzin Scholven. Mit steigendem Druck nimmt sie etwas zu. Die Restbenzinoktanzahl ist gegenüber dem Ausgangsmaterials bezogen auf gleiche $\% -100^{\circ}$ nicht verbessert. Der Isobutangehalt im Butan ist mit 42-62 % höher als bei der Dehydrierung mit 7360, woraus auf eine stärkere Isomerisierung der neugebildeten Anteile -100° geschlossen werden kann. Er ist auch höher als bei Verarbeitung von aromatenarmen Benzin mit Silikatkontakten.

3.) CV₂B mit etwa 30 % -100° und 54 Gew. % Aromaten wurde bei einem H₂-Druck von 25 atm und einer Temperatur von 459°C über Aluminiumsilikat gefahren. Die Versuchsergebnisse sind in Anlage 3 zusammengestellt. Mit einem Gas + Koksverlust von 4,1 % wurde ein Anfallprodukt erhalten, das 38% -100° , 95% -180° und 60 % Aromaten enthält. Die Jodzahl ist 1,8. In Übereinstimmung mit den unter 2.) beschriebenen Versuchen ist die Restbenzinoktanzahl des red. Anfalls gegenüber dem Ausgangsmaterials auf gleiche $\% -100^{\circ}$ bezogen praktisch nicht verbessert. Daraus geht hervor, dass die auf gleichen Aromatengehalt und gleiche $\% -100^{\circ}$ umgerechneten Oktanzahlen des red. Anfallproduktes und des Ausgangsmaterials übereinstimmen (Vergl. Anlage 3).

II. Cracken von P 189-Gasöl red.

P 189-Gasöl red. wurde bei H₂-Drucken von 10,25 und 50 atm und einer Temperatur von 459°C¹⁾ in 8-Stundenzyklen über Aluminiumsilikat und Magnesiumsilikat gefahren. Die Versuchsergebnisse enthält Anlage 4; die wichtigsten Werte daraus sind in Abbildung 3 aufgetragen.

2) geschätzt nach in 1-Liter-Ofen erhaltenen Ergebnissen.

1) Versuchsfall 189^{100°C} die Erhöhung der Temperatur brachte im Vergleich mit 189^{100°C} eine Erhöhung der Verwertung.

Die anfallende Menge des bei 150°C abgeschnittenen Benzins liegt je nach dem Kontakt und dem angewendeten Druck zwischen 15 und 22 % bezogen auf Gesamtanfall (bzw. 16 und 24 % bezogen auf den flüssigen Anfall). Die Benzinausbeute ist beim Aluminiumsilikatkontakt praktisch druckunabhängig; beim Mg-Silikatkontakt steigt sie mit wachsendem Druck etwas an. Mit 48-58 % Anteilen -100°C sind die Benzine siedegerecht. Die Oktanzahlen des (nicht stabilisierten) Al-Silikat-Benzin betragen nach Motormethode 75-77,3, nach Motor-methode + 0,12 Blei 90-92,5, sind also besser als die des entsprechenden 6434-Benzins. Allerdings ist das Al-Silikatbenzin stark ungesättigt. Die Jodzahl beträgt bei 10 atm 80, bei 50 atm immer noch 40,6. Da jedoch die Oktanzahlen des Benzins mit steigendem Druck trotz fallender Jodzahlen gleich bleiben, so ist anzunehmen, dass sie auch bei völliger Aufhydrierung des Benzins (z.B. durch nachgeschalteter 7360) sich nicht wesentlich ändern werden. Dieses bedarf jedoch noch der Nachprüfung. Das Mg-Silikat-Benzin ist in der Qualität erheblich schlechter (O.Z.M. 69,5-71; O.Z.M.+0,12Pb 85-88).

Das Schwerbenzin von 150-200°C hat einen Anilinpunkt zwischen 24,5 und 37,5, ist also merklich dehydriert und würde bei der 6434-Benzinierung sicher ein Benzin mit guter O.Z. geben.

Das Mittelöl >200°C ist abgesehen von einer Verschiebung der Siedekurve infolge von Polymerisationen vom Ausgangsmaterial nicht verschieden.

Die Gasverluste sind bei der angewandten Fahrweise erheblich. Auf den Gesamtanfall bezogen wurden beim Al-Silikatkontakt zwischen 8,7 und 9,8, beim Mg-Silikatkontakt zwischen 5,1 und 7,4 Gew.% Gas erhalten. Bezogen auf Benzin -150°C + Vergasung ergibt dies beim Al-Silikatkontakt eine Vergasung von 32-34 %, beim Mg-Silikatkontakt eine solche von 24 %.

In der folgenden Tabelle ist die bei der Spaltung von P 189 Gasöl mit dem Al-Silikatkontakt 6752 und dem DHD-Kontakt 7360 unter gleichem H₂-Druck erhaltenen Ergebnisse miteinander verglichen.

Danach ist der Gas + Koks-Verlust bezogen auf Benzin -200°C etwa gleich. Das 6752-Benzin ist stärker isomerisiert als das 7360-Benzin, besitzt mehr γ -100°C, wesentlich mehr Ungesättigte aber wahrscheinlich weniger Aromaten¹⁾. Das 6752-Mittelöl ist wenig, das 7360-Mittelöl stark dehydriert.
gez. Nonnenmacher

1) Der tiefe Anilinpunkt des 6752-Benzins dürfte durch die Ungesättigte bedingt sein.

Tabelle.

Kontakt	Al-Silikat	7360
H ₂ -Druck	10	10
Temp. (Mittel) °C	459	480
Durchsatz kg/lxStd.	0,5	0,5
Zyklusdauer	8	3 (6)
Ausbeute:		
Benzin -200°C	30	37,4
Mittelöl >200°C	59,8	48,0
Gas	8,7	14,1
Koke	(1,5)	(0,5)
Benzin -200°C	(berechnet)	
Spez. Gew.	0,751	0,753
Anilinpunkt I/II	32,4/65,4	35,3/65,3
Siedebeginn	30	39
% - 70°	18,6	9,5
- 100°	33,6	26
- 150°	54,2	62,5
- 180°	84	88,5
Endpunkt	200	198
% Aromaten	-	28,5
Jodzahl	>80	16,8
O.Z.		
Mot. Meth.	ca 72,5 (gesch)	65
+ 0,12 Pb	85	86,5
Mittelöl		
Spez. Gew.	0,841	0,881
Anilinpunkt	61	33,8
Ofen	308 I	703
Datum	9.1.41	10.6.40 13-15 ^H

Gemeinsam mit:
Dr. Donath
Dr. Öttinger
Dr. Reitz
Dr. Hirschberger

gez. Nonnenmacher

Anlage A.

		308 I		703		z. Vergl.	
Ofen		308 I		703			
Datum		1.1.40		31.12.40			
Kontakt	Ausgangs-	6752		7360	techn.		
Temp. °C (Mittel)	material	459		476			
H ₂ -Druck	ca 24			15			
Durchsatz kg/l x Std.	5058/6434	0,5		0,5			
1 x Std.	31						
Gas/kg Einspritzung	Scholven	1,0		0,92			
Betr. Zeit	90-195°	8		8			
Zahl d. Regenerationen		0		98			
Ausbeute							
% C-freier Anf.		96		94,8			
Gas 4°C		9,5		5,0			
Koke 1-C ₄		0,5		0,2			
Rohölans		96		98			
Produkt							
% v. Anfallprod.		Anfallprod. Bi-180°		Anf. Prod. Bi-180°	Restbi.		
Spez. Gew./15°	0,784	100	92,5	100	92	47	
A.P. I/II	43/-	0,769	0,768	0,807	0,807	0,748	
A.P. -150°		34,5/54,5	35,8/54,5	3,5/56	6,6/56,2	54,5/56,6	
Siedebeginn	97	37/58	-	135/-14	-	-	
% - 70°		31	45	85	81	70	
- 100°		6	4	-	-	-	
- 120°		17	15,5	5,5	5	16,5	
- 150°	24,8	38	9,5	36	36	53	
- 180°	61,8	69	74,0	67	74	83	
- 200°	92,2	90	97	89	97	96	
Endpunkt		94	-	95	-	-	
Zusammensetzung	195	225	180/97	240	182/98,2	174/98	
Paraffine	-	-	-	-	27	53	
Naphthene	-	-	-	-	22	44,5	berech.
Aromaten	oa 11	19	19	50	49,5	1,5	Misch-
Ungesättigte	-	-	-	-	1,5	1,0	zahlen
Jodzahl	-	1,4	-	9,7 ?	-	-	d. Arom.
O.Z.							anges.
Res. Meth.	60,5	-	73,3	-	-	60,3	
Mot. "	57,5	-	68	-	74	59,3	
+ 0,12 Pb	80	-	84	-	88	82	89,6
							94,2
% iso C ₄ im C ₄		ca 30		ca 30			

Anlage 2a.

Ofen	308 I	=	303 II	=
Datum	7.1.11-18 ¹	4.1.12-19 ¹	14.1.19-1 ¹	15.1.16-24 ¹
Kontakt	6752		7961	
Bedingungen:				
Druck	50 ca 48	25 ca 24	50 ca 48	10 ca 10
H ₂ -Druck				
Eingangstemp. E ₂ (°C)	476	478	476	476
Mitteltemperatur	476	478	476	476
Temp. d. Kalibrationsofen				
Durchsatz-kg/l x Std.	0,50	0,50	0,50	0,50
cbm Gas/kg Einspritzung	1,0	1,0	1,0	1,0
Zyklusdauer	8	8	8	8
Zahl d. Regen.	4	2	0	1
Ausbeute:				
% C ₄ -freies Produkt	94,4	(93,5)	92,3	93,0
Gas C ₁ -C ₄ , H ₂	4,6	(5,4)	6,7	5,5
Koks	(ca 1,0)	(ca 1,0)	(ca 1,0)	(ca 1,0)
Rohbilanz %	93	86	103	94
Anfallprodukt				
Spez. Gew. /	0,806	0,812	0,814	0,814
Anilinpunkt I/II	-3,5/57,5	-4,5/57	-3,0/57,0	-8,0/57
Anilinpunkt -150/>	13,5/-14	5,0/-22,5	6,0/-20,5	9/-22
Siedebereich	85-240	71-256	72-271	81-241
- 70	2		2,5	
- 100	11,5	10,8	7,8	9,5
- 120	37,0	37,5	33,5	33
- 150	73,0	71	71,0	69
- 180	89	88,2	88,2	90
Aromaten	58	59	52	62,5
Jodzahl	1,0	1,8	1,7	1,75

Anlage 2b

Ofen-Datum	Ausgangsmat. Ofen 703 v. 31.12.40	308 I 7.1.	308 I 4.1.	308 I 5.1.	303 II 14.1.	303 II 15.1.
Kontakt H ₂ -Druck		50 atm	Aluminiumsilikat (K6752) 25 atm		Mg-Silikat (K7961) 50 atm	10 atm
Benzin -180°	Gesamt- prod. 100	Restbi 100	Gesamt- prod. 100	Restbi	Gesamt- prod. 100	Restbi
Gew. %	51	34,8	45,4	47,1	49,7	49,7
Spez. Gew. / 15°	0,807	0,753	0,742	0,742	0,736	0,736
Anilinpunkt I	6,6	55,6	55,7	55,2	55,5	55,5
Anilinpunkt II	56,2	58,0	57,6	57,5	56,6	56,7
Jodzahl	6,75	-	56,1	57,2	56,6	56,7
Siedebeginn	81	108	78	74	62	52
% - 70°	5	16,5	7,5	7,5	0,8	2,0
" - 120°	36	53	41,0	40,0	15	29,5
" - 150°	74	83	83,0	85,0	47,5	64,0
" - 180°	97	96	90	95,0	84,0	91,0
Endpunkt	182/98,2	174/980	175/982	162/985	174/97	165/97,5
Zusammensetzung						
Paraffine	27	53	25,0	26,5	27,0	55,5
Naphthene	22	44,5	19,0	19,0	21,0	43,0
Aromaten	49,5	1,5	55,5	53,5	51,0	1,0
Ungesättigte	1,5	1,0	0,5	1,0	1,0	0,5
Oktanzenahlen						
Res. Meth.	-	60,3	-	89,5	87	60,3
Mot. Meth.	74	59	75,5	73	74	61,0
+ 0,12 Pb	88	82	86,5	88	80	83,5
% iso C ₄ im Gas im gelösten Gas			62	42	54,2	57,8

Anlage 3.

Ofen Datum		308 I		
Kontakt		2.1.41		
Temperatur °C	Ausgangsmaterial	6752		
Druck		459		
Durchsatz kg/lxStd.	OV ₂ B-185°	25		
cbm Gas/kg Einspritzg. v. Ofen	110	0,5		
Betriebszeit	v. 16.-30.12. 1940	1,0		
Zahl d. Regen.		8		
Ausbeute		1		
% C-freies Anfall		95,9		
Gas C ₁ -C ₄		4		
Koks		0,1		
Rohbilanz		90		
Produkt % v. Gesamtprod.		Anfall	B1-180° 1)	Restbil
Spez. Gew./15°	0,802	100	ca 97	36,5
Anilinpunkt I	- 7	0,818	0,821	0,751
Anilinpunkt II	48	-13,4	-16,8	47,8
Siedebeginn	-	50,0	49,2	49,8
% - 70	-	62	70	57
% - 100	ca 30	1,5	-	2,5
% - 120	ca 60	38	28	43,5
% - 150	ca 87	61	64	69
Endpunkt °C	180	87	89	91,5
Zusammensetzung:		208/97	182/98,5	172/98,5
Paraffine	-	-	11,5	30,5
Naphthene	-	-	25,0	66,5
Aromaten	ca 54	60	62,5	2,0
Ungesättigte	-	-	1,0	1,0
Jodzahl	ca 4	1,8	-	-
O.Z. Res. Meth.	89,5	-	92	-
Mot.	75	-	76,5	60
+ 0,12 Pb	87	-	88,5	82,5
O.Z. umgerechn. auf 30% +100°				
54% Aromaten: Mot. Meth. 75			74,5	
Mot. +0,12Pb 87			87,6	
% 100 C ₄ im D ₄		48		

1) Beim Redestillieren sind leichte Anteile verloren gegangen.

Anlage 4.

Ofen Datum	9.1.	308 I	10.1.	11.1.	303 II	16.1.
Kontakt	6752	8.1.			7961	
Temperatur °C						
Druck		25	50	493	459	50
Durchsatz kg/lxStd.					10	50
cbm Gas/kg Einspritzg.					0,5	
Betriebszeit					1,0	
Zahl d. Regen.		5	7	8	3	2
Ausbeute						
% C-freies Benzol-150°	18,0		18,4	17,6	15,2	21,7
Mittelbilanz > 200°C	12,0		11,3	13,2	12,7	12,2
Gas C ₁ -C ₄	59,8		58,7	55,2	62,5	54,2
Koks	8,7		12,1	12,1	5,1	7,4
Rohbilanz	(ca 1,5)		(ca 1,5)	(ca 1,5)	(ca 1,5)	(ca 1,5)
Benzol-150°C (n. Stab.)	94		95	95	95	94
Spez. Gew.	0,711	0,712	0,698	0,721	0,723	0,710
Anilinpunkt I/II	34/63	35,5/63,5	41,8/63	25,5/63,5	39,5/61,5	44,5/63
Siedepunkt	30	29	27	28	40	31
% -100°C	56	56	58	52	48	52
Endpunkt/%	157/93,5	156/93	153/91	157/93,5	163/97,5	154/95
% Verlust	5,5	6	8	5,5	1,0	4
Jodzahl	80	63	40,6	79,6	24,6	22,4
Oktanzenahlen:						
Mot. + 0,12 Pb	77	76	77,3	75,8	39,5	71
Benzol 150-200°C		90	92,5	82,7	25	88
Spez. Gew.	0,810	0,805	0,805	0,812	0,799	0,801
Anilinpunkt I/II	30/69	29,3/69,5	31/69,5	24,5/70	37,5/69,5	32/69
Siedebereich	154	152	148	145	155	151
% - 180°C	69,5	63	74	66	64,8	78
Endpunkt/%	215/98,5	217/98	217/98,5	215/98,5	217/99	208/98,5
Mittelbilanz > 200°C						
Spez. Gew.	0,841	0,844	0,845	0,850	0,844	0,846
Anilinpunkt	61	62,3	59	56,5	57,2	55,5
Siedebereich	220-338	220-340	221-338	224,340	223,334	218-350
%	30	30	28	27,5	32,8	40

Anlage 4a.

Ofen	308 I
Datum	10.1.41 ab 10 ^h -17 ^o
Kontakt	6752
Temperatur	459
Druck atm	50
Benzin - 150°	20,8
150 - 200°	13,0
Rückstand > 200°	66,1
Benzin - 150	
Spez. Gewicht	0,698
Anilinpunkt I	+41,8
Anilinpunkt II	63,0
Jodzahl	40,6
Siedekurve: Beginn	270
- 50	17,0
- 60	25,0
- 70	33,5
- 80	42,0
- 90	50,0
- 100	58,0
- 110	65,0
- 120	73,0
- 130	80,8
- 140	86,0
- 150	89,0
153	91,0
R	1,0
Verlust	8,0
Not.	77,3
+ 0,12 Pb	92,5
Benzin 150-200°	
Spez. Gew.	0,835
Anilinpunkt I	+31,0
Anilinpunkt II	69,5
Siedebeginn:	148°
- 160	16,0
- 170	48,0
- 180	74,0
- 190	88,0
- 200	94,0
S.P.- 211	98,5
R	1,0
Verlust	0,5
Rückstand > 200°	
Spez. Gew.	0,845
Anilinpunkt	+59,0
Siedekurve: Beginn	221
- 250	28,0
- 275	60,0
- 300	83,0
- 325	94,5
S.P. 338	98,0
R	2,0

716 0

Klausurblatt 1

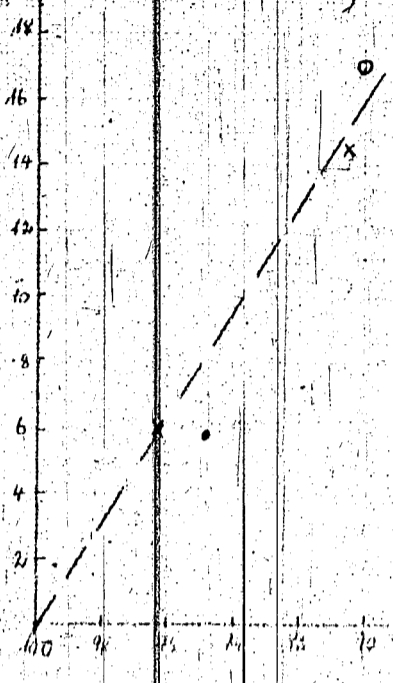
• K 6752 - 11.2.41 - 2.5.41
 • K 7361 - 10.1.41 - 15.1.41

716 D

Massenblatt 1

- K 6752 112.17m 25.1m H₂O-Druck
- K 7363 100.17m 15.1m H₂O-Druck
- x K 7363 127.457-172 112.17m 25.1m H₂O-Druck

Wasserspiegelhöhe in 100 m Höhe



Abstand in m

716 F

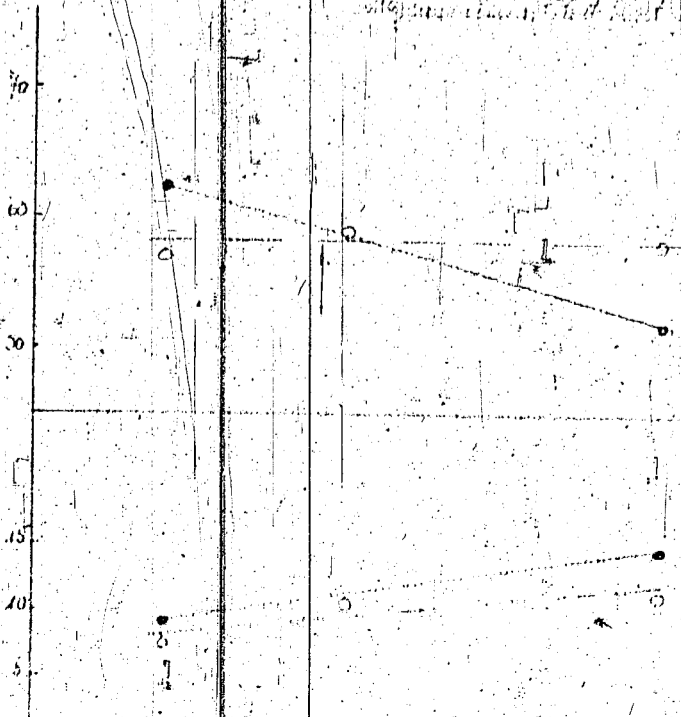
Massenblatt 2

Wasserspiegelhöhe in 100 m Höhe

Massenblatt 2: DHD-Abt. Nr. 5055/6434 - Ba. Schichten 75°-175°
 Seilab. Nr. 85-240 1/2 p. Länge 150

- Wasserspiegelhöhe in 100 m Höhe (K 6752)
- Messungswert in 100 m Höhe (K 7363)

Wasserspiegelhöhe



Abstand

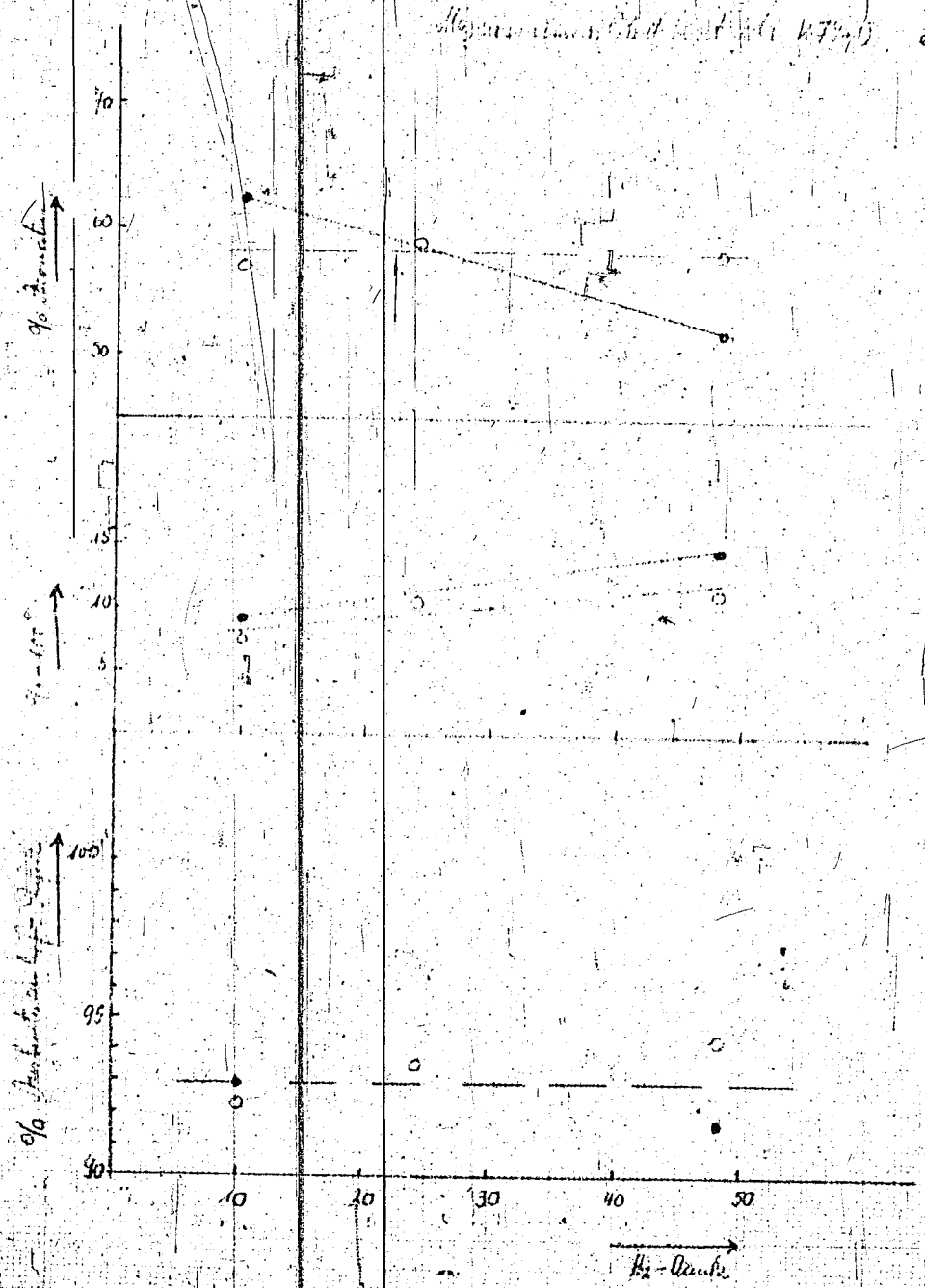
Kurzschalt 2

Fraktion von H_2 -Druck

Ausgangspunkt: DAD-Post. nos 5058/6434 - B. Schöden 18^o 19^o
Schl. nos 85-248 7/9, Temp. 150

Zusatz

Umschichtung mit H_2 (K 75%) ○
Mengenverhältnis H_2 (K 75%) ●

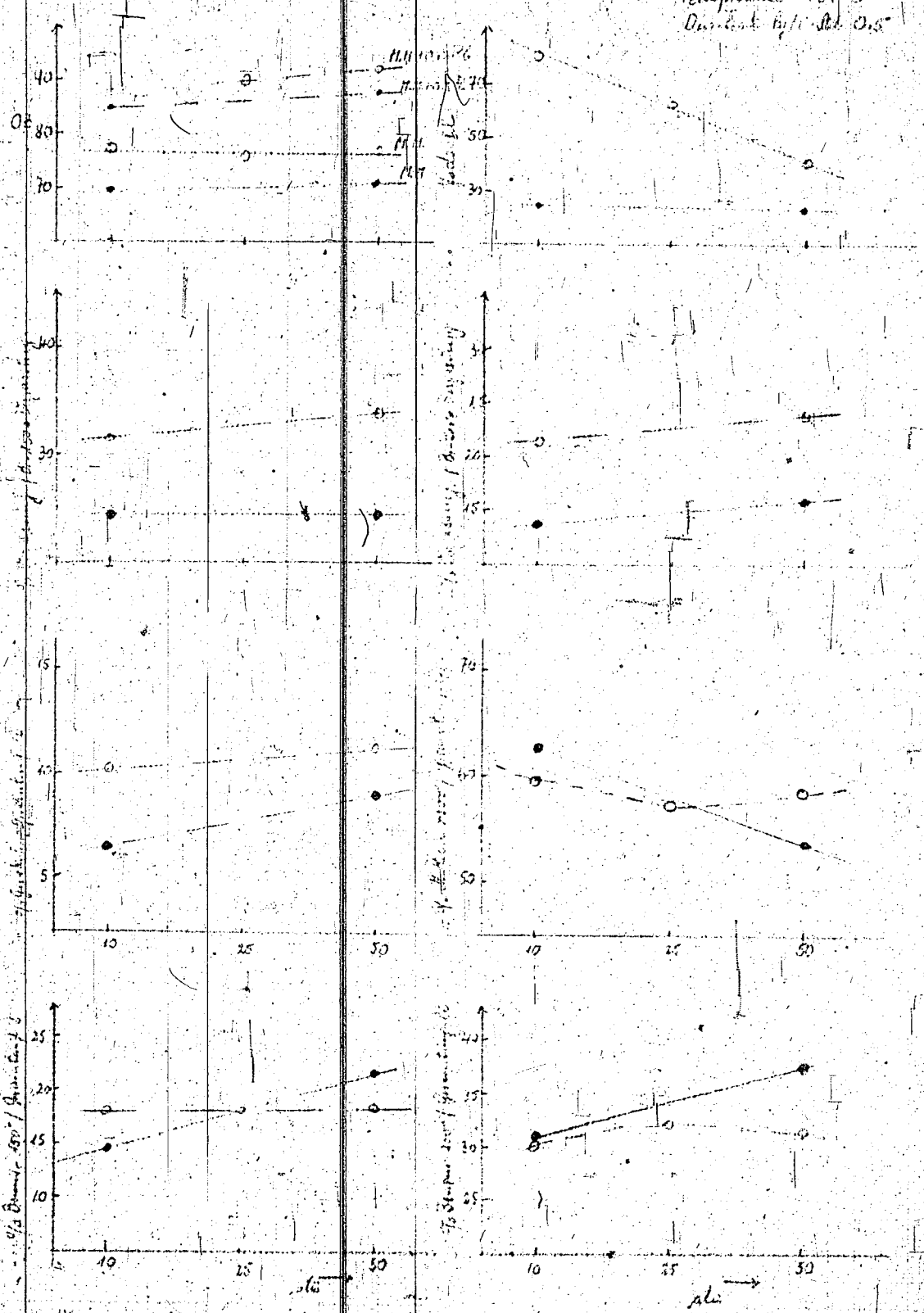


Kurzschalt 3

Fraktion von H_2 -Druck (K 64%) unter H_2 -Druck

mit K 6752 (○) und K 7901 (●)

Umschichtung mit H_2 8
Temperatur 125^o
Druck 10/1 Schl. 0,5



TITLE PAGE

XIV. Hochdruckverfahren Laboratories: Miscellaneous
Office Reports and Papers. Folder No:
S-15/II-D-10.

TITLE PAGE

1. Zur theoretischen Deutung von Überladekurven.
Theoretical meaning of overload curves.

Frame Nos. 717 - 728

Zur theoretischen Deutung von Überladekurven.

Zusammenfassung.

Es wurden für Isooctan und Benzol für ein Kompressionsverhältnis $\epsilon = 8$, einen Ladedruck von 1,4 atm, den Ladelufttemperaturen 80° und 130°C Kompressions- und Verbrennungsendtemperatur und Kompressions- und Verbrennungsenddruck berechnet. Bei beiden Stoffen nimmt die Kompressionsendtemperatur (und entsprechend der Kompressionsdruck) mit wachsendem Luftüberschuss fast gleichmäßig zu. Die Verbrennungsendtemperatur (entsprechend der Verbrennungsenddruck) hat dagegen im Gebiet von $\lambda = 0,8$ bis 1,0 ein Maximum. Die Lage der Maxima ist bei beiden Stoffen verschieden. Bei einer Ladelufttemperatur von 80°C liegt das Maximum beim Benzol bei einer Luftüberschusszahl $\lambda = 0,85$; beim Isooctan dagegen bei $\lambda = 0,93$. Wird die Ladelufttemperatur von 80°C auf 130°C gesteigert, verschiebt sich bei beiden Stoffen das Maximum zu größerem Brennstoffüberschuss. Aus den berechneten Temperaturen und Drucken wurden unter Zugrundelegung der von Jost gemessenen Temperaturabhängigkeit der Selbstzündung die Überladekurven für Benzol und Isooctan für eine Ladelufttemperatur von 80°C und 130°C berechnet. Die Lage der Kurven konnte nur relativ, nicht absolut festgelegt werden. Als Ordinate wurde ein Maß gewählt, das proportional dem angewendeten Ladedruck ist. Für die Berechnung wurde eine Reihe vereinfachender Annahmen gemacht (Vernachlässigung der Wärmeableitung; Gleichsetzung der Flammgeschwindigkeiten und der Reaktionsgeschwindigkeit bei verschiedenen λ in Ermangelung notwendiger experimenteller Daten; nur

- 2 -

- 2 -

ungenäue Kenntnis des Druckeinflusses auf die Reaktion). Trotzdem ergeben sich aus den Kurven eine Reihe von Gesetzmäßigkeiten:

- 1) Beim Benzol verlaufen die Überladungskurven wesentlich steiler als beim Isooctan.
- 2) Bei Erhöhung der Ladelufttemperatur von 80° auf 130°C verschiebt sich beim Benzol die Überladekurve stärker nach unten als beim Isooctan.
- 3) Das Minimum der Kurven liegt (bei einer Ladelufttemperatur von 80°C) zwischen 1,0 und 1,1 und zwar beim Isooctan etwas weiter rechts als beim Benzol. Es verschiebt sich bei Erhöhung der Ladelufttemperatur von 80° auf 130°C beim Isooctan nach rechts, beim Benzol nach links.
- 4) Die Überladekurven verlaufen bei 130°C Ladelufttemperatur steiler als bei 80°C .

- 3 -

710

Die Beurteilung von Kraftstoffen für Flugmotoren erfolgt zur Zeit in der Hauptsache mit Hilfe der Überladungskurven, die bei konstant gehaltenem Kompressionsverhältnis und Ansauglufttemperatur, den beim Einsetzen von Klopfen erreichten Ladedruck bzw. den mittleren Arbeitsdruck im Zylinder in Abhängigkeit vom Mischungsverhältnis λ des Kraftstoffluftgemisches wiedergeben.

Es kann als bekannt vorausgesetzt werden, dass Einsetzen von Klopfen gleichbedeutend ist mit dem Einsetzen von Selbstzündung in dem von der durchlaufenden Flamme noch nicht erreichten Teil der Zylinderfüllung. Dem Einsetzen der Selbstzündung geht eine chemische Reaktion in dem durch die Kompression und weitere Einflüsse erhitzten Brennstoff-Luftgemisch voraus, die den Gesetzen der Reaktionskinetik unterliegt; hat diese Vorreaktion eine bestimmte kritische Grenze erreicht, so tritt eben die Entzündung ein. Aus dem oben gesagten ist ohne weiteres klar, dass das Gemisch bei Erreichen einer bestimmten Temperatur nicht unmittelbar zündet, sondern dass eine, wenn auch unter Umständen sehr kurze, so doch genau zu definierende und zu erfassende Zeit verstreicht bis die Entzündung einsetzt. Diese Zeit bezeichnet man als Zündverzug oder Induktionszeit τ . Wir überlegen uns nun, dass diese Zeit τ umso kürzer sein wird, je höher die Reaktionsgeschwindigkeit w ist, je schneller also der für die Selbstentzündung kritische Punkt erreicht wird also:

$$\tau \sim \frac{1}{w} \quad (1)$$

Die Reaktionsgeschwindigkeit unterliegt den verschiedensten Ein-

720

flüssen, von denen für unsere Betrachtungen die wichtigsten die Temperatur und der Druck sind. Und zwar gilt hier ganz allgemein die Gleichung:

$$w = \text{const.} \cdot p^n \cdot e^{-\frac{E}{RT}} \quad (2)$$

d.h. die Reaktionsgeschwindigkeit wächst exponentiell mit der

flüssen, von denen für unsere Betrachtungen die wichtigsten die Temperatur und der Druck sind. Und zwar gilt hier ganz allgemein die Gleichung:

$$w = \text{const.} \cdot p^n \cdot e^{-\frac{E}{RT}} \quad (2)$$

d.h. die Reaktionsgeschwindigkeit wächst exponentiell mit der Temperatur an und ist einer Potenz des Druckes proportional. Diese Gleichung gilt zunächst nur für ein Reaktionsgemisch ganz bestimmter Zusammensetzung. Bei Änderung der Zusammensetzung wird sich die Konstante und möglicherweise auch n und E ändern. Bei den hier betrachteten Oxydationsreaktion^{en} von höheren Kohlenwasserstoffen mit Luft ist hierüber nichts experimentelles bekannt, sodass wir zunächst näherungsweise mit konstanten Werten für alle Zusammensetzungen rechnen. Da der Zündverzug τ der Reaktionsgeschwindigkeit umgekehrt proportional ist, erhalten wir hierfür die Gleichung

$$\tau = \text{const.} \cdot \frac{e^{\frac{E}{RT}}}{p^n} \quad (3)$$

Beim Einsetzen von Klopfen ist der Zündverzug so kurz, dass vor dem Durchlaufen der von der Zündkerze ausgehenden Flamme bereits das restliche Gemisch zur Selbstzündung kommt. Der Einfachheit halber wird hier vorausgesetzt, dass die Flamme bei allen Gemischzusammensetzungen mit der gleichen Geschwindigkeit läuft, dass also immer die gleiche Zeit für die Selbstzündungsreaktion zur Verfügung steht und daher in allen Fällen bei Einsetzen von Klopfen das τ das gleiche ist. Unter diesen Voraussetzungen erhalten wir also

$$\tau = \text{const.} \cdot \frac{e^{\frac{E}{RT}}}{p^n} = \text{const.} \quad (4)$$

Die Versuchsvariable bei Aufnahme der Überladekurve ist der Ladedruck und damit der Druck p, den das unverbrannte Gemisch beim Einsetzen der Klopfreaktion hat, während die Temperatur durch Konstanthalten der Ladelufttemperatur und des Kompressionsverhältnisses primär unverändert bleibt. Verschieben wir nun das Mischungsverhältnis, so müssen wir, um wieder gleich starkes Klopfen zu erreichen, den Druck verändern, dies bedeutet ja die Überladekurve. Damit Gleichung (4) erfüllt ist, in der als Variable nur noch p und T enthalten sind, müssen wir also annehmen, dass durch die Verschiebung des λ die Temperatur im unverbrannten Gemisch geändert wurde, was durch entsprechende Veränderung des Druckes kompensiert werden musste. Da wir die äusseren Temperaturbedingungen konstant gehalten haben, können nur innere, im Gemisch selbst liegende Einflüsse hierfür in Frage kommen. Und hier fallen gleich zwei derartige Einflüsse auf:

1. Die Verdampfungswärme des flüssig eingespritzten

Die Versuchsvariable bei Aufnahme der Überladekurve ist der Ladedruck und damit der Druck p , den das unverbrannte Gemisch beim Einsetzen der Klopfreaktion hat, während die Temperatur durch Konstanthalten der Ladelufttemperatur und des Kompressionsverhältnisses primär unverändert bleibt. Verschieben wir nun das Mischungsverhältnis, so müssen wir, um wieder gleich starkes Klopfen zu erreichen, den Druck verändern, dies bedeutet ja die Überladekurve. Damit Gleichung (4) erfüllt ist, in der als Variable nur noch p und T enthalten sind, müssen wir also annehmen, dass durch die Verschiebung des λ die Temperatur im unverbrannten Gemisch geändert wurde, was durch entsprechende Veränderung des Druckes kompensiert werden musste. Da wir die äusseren Temperaturbedingungen konstant gehalten haben, können nur innere, im Gemisch selbst liegende Einflüsse hierfür in Frage kommen. Und hier fallen gleich zwei derartige Einflüsse auf:

1. Die Verdampfungswärme des flüssig eingespritzten Kraftstoffes und
2. die spezifische Wärme C_v des Gemisches, die sich in den Exponenten $\kappa = \frac{C_p}{C_v} = 1 + \frac{R}{C_v}$ bei der adiabatischen Kompression bemerkbar macht.

Eine Berechnung zeigt, dass bei Berücksichtigung dieser Einflüsse die Kompressionstemperatur, natürlich abhängig von dem Stoff und dem Kompressionsverhältnis, bei Verschiebung des λ von 1,1 nach 0,8 um etwa 30-40°C abnimmt.

Die Kompressionsendtemperatur ist nun noch keineswegs die höchste Temperatur, die im unverbrannten Teil des Gemisches erreicht wird und daher noch nicht allein massgebend für die

Reaktion im unverbrannten Teil der Ladung. Durch die vorschreitende Flamme und die damit verbundene Druckerhöhung wird das unverbrannte Gemisch noch weiterhin komprimiert und infolgedessen weiter erhitzt. Als Idealprozess des Verbrennungsvorgangs nimmt man ja an, dass das Gemisch zunächst komprimiert wird und dass dann in der obersten Kolbenstellung bei konstantem Volumen die Verbrennung abläuft. Da die Flammgeschwindigkeiten unter den Motorbedingungen stets wesentlich unter der Schallgeschwindigkeit liegen, kann man annehmen, dass stets an allen Stellen des Reaktionsvolumens gleicher Druck herrscht. Der höchste Druck, der im unverbrannten Gemisch erreicht werden kann, ist offenbar daher gleich dem Verbrennungsdruck, nämlich wenn praktisch alles verbrannt ist und nur noch ein verschwindend kleiner Bruchteil unverbrannten Gemisches vorhanden ist. Bezeichnen wir mit P_2 den Druck am Ende der Kompression, mit P_{max} den Verbrennungsdruck, mit T_2 die Kompressionsendtemperatur, mit T_e die höchste im unverbrannten Gemisch erreichte Temperatur, so gilt die Beziehung

$$\left(\frac{P_{max}}{P_2} \right)^{\frac{\kappa-1}{\kappa}} = \frac{T_e}{T_2} \quad (5)$$

Die Temperatur T_e ist dann diejenige, die für das Einsetzen von Selbstzündung massgeblich ist. Für das Beginnen von Klopfen ist es Bedingung, dass bei dieser Temperatur T_e der letzte, verschwindend geringe Rest des unverbrannten Gemisches innerhalb der zur Verfügung stehenden Zeit τ zur Selbstzündung kommt. Zur Berechnung von T_e brauchen wir also Kompressionsdruck

und -temperatur, und den Verbrennungsdruck, der sich aus der Verbrennungstemperatur, der Änderung der Molzahl bei der Verbrennung und der Dissoziation unter den betrachteten Bedingungen ergibt. (Über die Berechnung dieser Daten wird besonders berichtet). Es zeigt sich dann, dass bei Verschiebung des λ das T_e verändert wird. Durch Einsetzen der verschiedenen Werte für T_e in die Gleichung (4) in der Form:

$$\frac{e}{P_1^n} = \frac{e}{P_2^n} \quad (4a)$$

können wir dann die der Temperaturänderung äquivalente Druckänderung berechnen, wenn wir die Werte für E und n kennen. Die Werte für E wurden von Jost und Mitarbeitern bestimmt für Benzol bzw. Isooctan für $\lambda = 1,0$ zu 61 bzw. 32 Kcal. Der Wert für den Exponenten n liegt für derartige Oxydationsreaktionen zwischen 2 und 3 und wird mangels genauerer experimenteller Daten für Benzol und Isooctan gleichgesetzt. Unter diesen Voraussetzungen wurden für Benzol und Isooctan entsprechende Kurven für $\xi = 8$ und Ladelufttemperaturen von 80 und 130°C bei einem Ladedruck von 1,4 ata berechnet. Man erkennt deutlich, dass die Kurve für Benzol wesentlich steiler verläuft als die für Isooctan, was mit der höheren Temperaturempfindlichkeit, d.h. einem höheren Wert für E , zusammenhängt. Im Zusammenhang damit steht auch, dass bei Erhöhung der Anfangstemperatur die Kurve für das Benzol sich wesentlich stärker nach unten verschiebt als bei Isooctan. Man sieht, dass das Minimum bei etwa λ 1,0 bis 1,1 liegt und sich bei Isooctan bei zunehmender Temperatur nach rechts, bei Benzol nach links ver-

schiebt, was in völliger Übereinstimmung mit gemessenen Kurven steht. Es muss darauf hingewiesen werden, dass diese Kurven nur relativen Charakter haben, dass heisst, dass ihre La-

schiebt, was in völliger Übereinstimmung mit gemessenen Kurven steht. Es muss darauf hingewiesen werden, dass diese Kurven nur relativen Charakter haben, das heisst, dass ihre Lage im Koordinatensystem theoretisch nicht absolut festgelegt werden kann. Das liegt daran, dass über const. in Gleichung (3), bzw. über die zur Ausbildung der Selbstzündung zur Verfügung stehende Zeit, die grösser oder höchstens gleich τ sein darf, bisher keine Aussagen gemacht werden können. Zur Festlegung der Kurvenschar im Koordinatensystem ist zur Zeit noch 1 Messpunkt erforderlich.

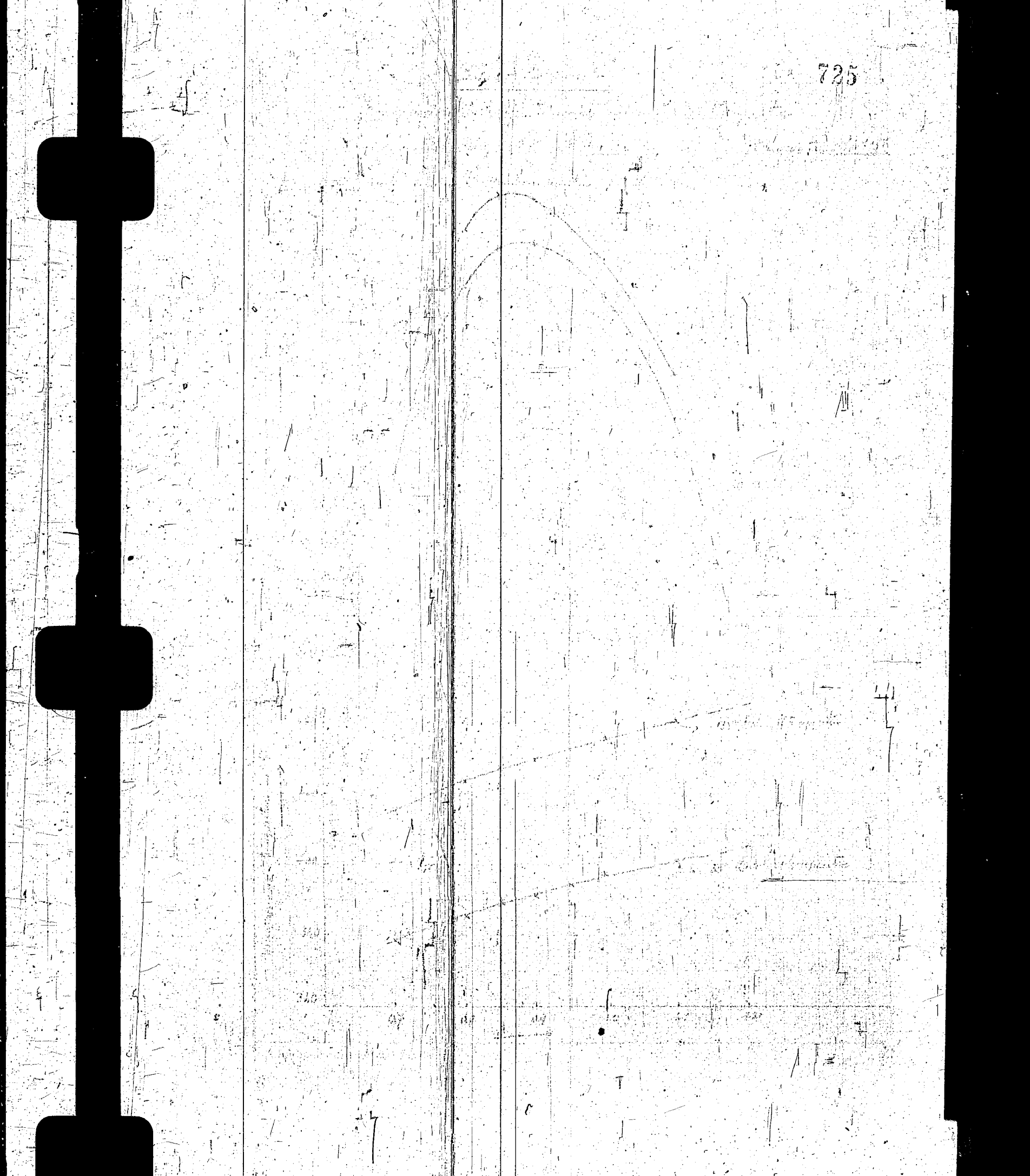
Die hier berechneten Kurven haben der Natur der Sache nach natürlich nur vorläufigen Charakter. Für eine Beurteilung der Kurven ist zu berücksichtigen, dass die ganzen Temperaturberechnungen ohne Berücksichtigung von Wärmeableitung durchgeführt wurden, dass ferner das Verhältnis $\frac{P_{max}}{P_2}$ in Gleichung (5) von der absoluten Höhe des Druckes nicht unabhängig ist, wie wir es hier zunächst angenommen haben, dass ferner die Flammgeschwindigkeiten und die Werte für B als von λ unabhängig angesehen wurden und ^{der Wert} für n in Ermanglung genauer experimenteller Daten nur geschätzt wurden. Alle diese Einflüsse müssten bei einer Verfeinerung der Theorie noch berücksichtigt werden. Immerhin sieht man schon, dass selbst unter den gemachten rohen Annahmen sich Kurven ergeben, die mit Messdaten recht gut übereinstimmen.

gez. v. Müffling

gez. Nonnenmacher.

Anlagen:
4 Kurven.

725



THE UNIVERSITY OF CHICAGO

728

TITLE PAGE

2. Entwicklung der Vorhydrierkontakte. III. Teil¹⁾
Tonerde - Mo-Ni - Kontakte.
Development of dehydrogenation catalysts.
Part III. Alumina, -Mo-Ni-catalysts.

Frame Nos. 729 - 751

Entwicklung der Vorhydrierkontakte.

III. Teil 1) Tonerde - Mo - Ni - Kontakte.

Zusammenfassung.

- 1.) Da mit verdünnten Wolframkontakten und mit Kombinationen aus Tonerde-Mo-Wolfram (-Fe-Ni) kein restlos befriedigender 5058-Ersatz gefunden wurde, wurden Versuche mit Tonerde-Kontakten allein unternommen. Als Tonerde wurde aktive Tonerde von Dr. Stüwener/Oppau verwendet.
- 2.) Bei Tonerde-Mo-Kontakten steigt der A.P. des B-Mittelöls mit steigendem Mo-Gehalt. Auch mit 30 % MoO₃ auf Tonerde wird keine genügende Hydrierwirkung erzielt.
- 3.) Bei Tonerde-Ni-Kontakten (ohne Mo) steigt ebenfalls der A.P. des B-Mittelöls mit steigendem Ni-Gehalt. Die Hydrierwirkung ist schlechter als bei entsprechenden Mo-Kontakten.
- 4.) Bei den Tonerde-Mo-Kontakten tritt durch Zusatz von 3 % Ni₂O₃ eine starke Erhöhung der Hydrieraktivität ein. Die Abhängigkeit des A.P. des B-Mittelöls vom Molybdängehalt der Kontakte bleibt ebenso wie unter 2) erhalten. Ton-Kontakte mit 3% Ni₂O₃ und 10 % MoO₃ haben sehr gute Hydrieraktivität. Kontakte dieses Typs (7846) können den 5058 in der Hydrierwirkung sehr gut ersetzen.

- 1) I. Teil = Zus.-Stellg. No. 17 4531 Gth/12.10.40
über 5058, 6719 und 7745.
II. Teil = Zus.-Stellg. No. 17 5881 Gth/ 4.11.40
über Tonerde-Mo-Kontakte kombiniert mit Wolfram-Kontakten.
IV. Teil folgen produktions- und betriebsbedingte Abänderungen an den Tonerde-Mo-Ni-Kontakten.

+ 2 -

- 5.) Bei Kontakten aktive Tonerde + 10 % MoO₃ + X % Ni₂O₃ liegt das Maximum der Hydrierwirkung unterhalb X = 6 % Ni₂O₃.
- 6.) Bei Kontakten aktive Tonerde + 9 % (MoO₃ + Ni₂O₃) wurde die Abhängigkeit der Hydrierwirkung vom Verhältnis Mo : Ni festgestellt. Mo und Ni aktivieren sich hierbei gegenseitig. Beim Verhältnis 1 Mol Mo auf 0,63 Mol Ni liegt ein scharfes Maximum der Hydrier-Aktivität.
- 7.) Schwefelung bei Tonerde-Mo-Ni-Kontakten bringt nur Anfangserfolge. Bei der Verarbeitung schwefelhaltiger Produkte schwefeln sich die Kontakte im Verlauf einiger Tage selbst. Druckgeschwefelte Kontakte stellen sich scheinbar im Hochdruck auf denselben Schwefelgehalt ein. Nach einigen Tagen ist an der Wirksamkeit nicht mehr zu erkennen, ob ein solcher Kontakt druckgeschwefelt war oder nicht.
- 8.) Der Kontakt 7846 (akt. Tonerde + 10% MoO₃ + 3 % Ni₂O₃) gibt aus Steinkohleverflüssigungsmittelöl mit A.P. - 15° außerordentlich gut raffinierte Mittelöle mit A.P. 38-40, die sich ebensogut wie 5058-B-Mittelöle über 6434 verarbeiten lassen. In der Vorhydrierung fällt etwas weniger Benzin an als über 5058.
Die Qualität der 6434-Benzine ist ebenso wie bei 5058-Vorhydrierung. Das System 7846/6434 leistet ebensoviel Benzin derselben Qualität wie 5058/6434.
- 9.) Ein Dauerversuch mit 7846 läuft jetzt über 50 Tage ohne Abklingen. Die Benzinierung des entsprechenden B-Mittelöls läuft jetzt 26 Tage ohne jegliches Abklingen mit außerordentlich guter Leistung. Hierüber wird später eingehend berichtet werden.

10.) Die Versuche wurden ausgeführt gemeinsam mit Dr. Peters, Dr. Graßl und Trofimow, die Vorhydrierungen teilweise bei Dr. Donath.

Die Kontakte wurden gemeinsam von Dr. Peters und Mitarbeitern, Dr. Donath und Dr. v. Fünser entwickelt.

Die Untersuchungen der Produkte führten Dr. Fürst, Dr. Dehn und Dr. Meier aus.

gez. Günther

Der Kontakt aktive Tonerde + 6 % MoO₃ (7360), der in Großanlagen schon für den Hydroforming-Prozess eingesetzt ist, wurde auch für Vorhydrierung geprüft. Bei ungenügender Aufhydrierung des B-Mittelöls (aus Steinkohleverflüssigungs-Mittelöl wurde B-Mittelöl mit A.P. + 5°C erhalten) wurden ziemlich gut raffinierte Produkte erhalten, die sich allerdings nicht mit genügend guter Leistung über 6434 verarbeiten ließen.

Daraufhin wurde der 7360 noch durch Zusatz von 3 % Nickel aktiviert ¹⁾. Mit diesem Produkt wurde ein ebenfalls gut raffiniertes B-Mittelöl vom A.P. 32 erhalten, das sich recht gut über 6434 verarbeiten ließ (I-B1-Leistung 0,75 bei 38300). Auf diesen Anfangserfolg hin wurden weitere Tonerde-Mo-Ni-Kontakte systematisch untersucht:

- Reihe 1.) 100 Teile Tonerde + x Teile Molybdänsäure; x = 0 bis 30.
" 2.) 100 Teile Tonerde + g Teile Ni₂O₃ ; g = 0 bis 9.
" 3.) 100 Teile Tonerde + 3 Teile Ni₂O₃ +
m Teile Molybdänsäure ; m = 0 bis 30.
" 4.) 100 Teile Tonerde + 10 Teile MoO₃
+ n Teile Ni₂O₃ ; n = 0 bis 6.
" 5.) 100 Teile Tonerde + a Teile MoO₃
+ b Teile Ni₂O₃ ; a + b = 9.

Ferner folgende Einzelversuche:

- " 6.) 100 Teile Tonerde + 6 Teile MoO₃ geschwefelt
" 7.) 100 Teile Tonerde + 10 Teile MoO₃ + 3 Teile Ni₂O₃
geschwefelt.
" 8.) reine Molybdän-Säure.

Als aktive Tonerde bei allen hier beschriebenen Versuche diente die geformte aktive Tonerde von Dr. Stöwener, Oppau.

1) erste Versuche dieser Art von Dr. Donath, Bericht 155641 v. 7.5.40.

Als Ausgangsprodukt für die Versuche diente ein Scholvener B-Mittelöl mit folgenden Eigenschaften:

Spez. Gewicht bei 20°	0,956
Anilinpunkt °C	-12,5
Phenolgehalt (%)	17
Siedebeginn °C	145
% - 180°	6
% - 225°	37
% - 275°	70
% - 300°	86
% - 325°	--
Siedende °C/%	322/98,5
Elementaranalyse	(3330)
% C	86,64
% H	9,53
% O	3,00
% N	0,75
% S	0,08
% H / 100 C	11,00
% H disp./100 C	10,38
A.P./spez. Gew.	180-210° 6 / 864
	210-230° -2 / 892
	240-270° -14 / 938
	280-310° -24 / 982

Dieses Produkt hat etwas höheren Anilinpunkt und besonders in der Fraktion 280 - 310 einen wesentlich höheren Anilinpunkt als das Produkt, mit dem die 6719- und 7745-Kontakte geprüft wurden (Teil I der Vorhydrierungs-Zusammenstellungen Gth). Infolgedessen sind die Ergebnisse der 7745-Versuche (Teil I) nicht streng vergleichbar mit den hier beschriebenen Versuchen.

Die Bedingungen für alle Versuche waren:

Druck	250 atm
Temperatur	22,5 MV = 432°
Durchsatz	0,8 kg/Ltr./h
Gas : Öl	3,0 cbm/kg
Zusatz	1,0 % CS ₂

Die Versuche wurden nur teilweise über längere Zeit (14 und mehr Tage) geführt und die B-Mittelöle dann benziniert. Schon nach den ersten Versuchen zeigte sich, daß die verwendeten (oxydischen) Kontakte alle eine gewisse Anlaufzeit benötigen, d.h. in den ersten Stunden aktiver werden ¹⁾ und nach 48 bis 72 Stunden keine nennenswerten Aktivitätsänderungen mehr zeigen. Eine größere Anzahl von Versuchen wurde deshalb nur als Kurzversuche von ca. 100 Stunden Dauer durchgeführt.

Im einzelnen wurden folgende Ergebnisse erzielt:

1.) aktive Tonerde mit verschiedenen Mengen Molybdän säure.

Kontakt		B - Mittelöl			Benzinierbarkeit	
Teile akt. Ton	Teile MoO ₃	A.P.	% Phenolgehalt	% N - Gehalt	bei Temp. (MV)	Leistung bis 150°
100	0	- 12	ca. 10,00	0,670	--	--
100	3	+ 1	u. 0,02	0,037	--	--
100	6	+ 5	u. 0,02	0,020	--	--
100	10	+ 10	u. 0,02	0,013	--	--
100	20	+ 23	u. 0,02	0,024	20	0,80
100	30	+ 26	u. 0,02	0,014	--	--
Z. Vergl. 5058, 19MV, Du 1,0		+ 44	0,23	0,008	19	0,90

vgl. Kurvenblatt 1.

1) Dies kann auf Schwefelung beruhen.

Der mit steigendem Mo-Gehalt ansteigende Anilinpunkt des B-Mittelöls fällt besonders auf. Ähnlich sinkt mit steigendem Mo-Gehalt des Kontaktes der N-Gehalt der B-Mittelöle. Aber auch bei sehr hohem Mo-Gehalt wird nicht genügende N-Raffination erreicht. Die Phenolreduktion ist schon bei 3 % MoO_3 auf dem Kontakt vorzüglich. 5058 kann durch diese Kontakte nicht ersetzt werden.

2.) Akt. Tonerde mit verschiedenen Mengen Nickeloxyd (als Ni_2O_3).

Kontakt	Teile akt. Ton	Teile Ni_2O_3	B-Mittelöl		
			Anilinpunkt	% Phenolgehalt	% N-Gehalt
100		0	- 12	ca. 10,00	0,67
100		3	- 4	0,04	0,24
100		9	- 1	0,30	---

Im A.P. wird bei weitem nicht dieselbe Aktivität erreicht wie bei den entsprechenden Mo-Kontakten. Die Phenolreduktion ist bei Ni ebenfalls schlechter als bei Mo. In der N-Raffination sind die Ni-Kontakte ebenfalls nicht so gut wie die Mo-Kontakte.

3.) Akt. Tonerde mit 3 % Ni_2O_3 und verschiedene Mengen MoO_3 .

Die Kombination von Mo + Ni auf Tonerde wurde zuerst von Dr. Donath geprüft (vgl. Fußnote Seite 4). Die Ergebnisse unserer Versuche waren (Kontakte = 100 Tonerde + 3 Ni_2O_3 + m MoO_3):

m Teile MoO ₃ auf 100 Teile Al ₂ O ₃ + 3 T. Ni ₂ O ₃	B-Mittelöl			Benzinierung	
	A.P.	% Phenol- Gehalt	% N - Gehalt	Temp. (MV)	Leistung @150°C
m = 0	4	0,04	0,240	---	---
3	15	u. 0,02	0,018	---	---
6	32	u. 0,02	0,015	19,5	0,75
10	37	u. 0,02	0,009	19,0	0,90
20	39	u. 0,02	0,017	19,0	über 0,90
30	43	u. 0,02	0,007	19,2	0,80
Z. Vergl. 5058, 19 MV. Da 1,0	44	0,23	0,008	19,0	0,90

vgl. Kurvenblatt I.

Auch hier ist eine klare Abhängigkeit des A.P. - B-Mittelöls vom Molybdängehalt des Kontaktes festzustellen. Die Kurve liegt bei wesentlich höherem A.P. als die der entsprechenden Ni-freien Kontakte. Bemerkenswert ist, daß der Einfluß des Zusatzes von 3% Ni₂O₃ bei dem Kontakt mit 30 % MoO₃ (26 → 43) nicht viel geringer ist als bei dem Kontakt mit 6 % MoO₃ (5 → 32) und größer als bei dem Kontakt mit 3% MoO₃ (1 → 15). Der Anilinpunkt-steigernde Einfluß von 3 % Ni₂O₃ als Funktion des MoO₃-Gehaltes des Kontaktes ist auf Kurvenblatt II dargestellt. Die Phenolreduktion ist bei allen diesen Tonerde-Mo-Ni-Kontakten vorzüglich. In der Stickstoffraffination werden zahlenmäßig stark schwankende Zahlen erhalten. Nach den Ergebnissen in der Benzinierung muß angenommen werden, daß die N-Raffination gut ist. (Auch bei einem 5058-B-Mittelöl, das sich hervorragend benzinieren ließ, wurde ein N-Wert von 0,027 % gefunden!).

Durch einige der Ton-Mo-Ni-Kontakte ist 5058 vollwertig zu ersetzen. Die Ergebnisse der Versuche führten dazu, daß den Großanlagen von uns der Kontakt 7846 (Akt. Tonerde + 10 % MoO₃ + 3 % Ni₂O₃) heute als geeigneter Vorhydrierkontakt und Ersatz für 5058 empfohlen wird. Im Scholven ist der 7846 schon in Betrieb, allerdings bisher nur als zweiter Ofen in einer Zweifach-Kammer hinter 7745 (6719 Al₂O₃). Die Ergebnisse mit dem Kontakt 7846 werden im Anschluß an die Tabellen eingehend diskutiert.

4.) Akt. Tonerde + 10% MoO₃ + verschiedenen Mengen Ni₂O₃.

Die Ni₂O₃-Menge wurde nur von 0 bis 6 % variiert. Es ergab sich dabei:

Teile Ni ₂ O ₃ auf 100 Al ₂ O ₃ + 10 MoO ₃	B-Mittel81			Benzinierung	
	A.P.	% Phenol- gehalt	% N - Gehalt	Temp. (MV)	Leistung - 150°C
0	10	u. 0,02	0,013	--	--
3	37	u. 0,02	0,009	19,5	0,85
6	30	u. 0,02	0,007	--	--

Es zeigt sich also, daß bei der angegebenen Menge von 10% MoO₃ auf dem Kontakt die Hydrierwirkung (gemessen am A.P.) als Funktion des Nickelgehalts ein Maximum schon unterhalb 6 % durchläuft. Geschätzt nach Kurvenblatt 3 sollte es etwa bei 3,5 % liegen. Auf die geringe Verbesserung der N-Raffination beim Übergang von 3 auf 6 Ni ist bei dem großen Streu-Bereich der analytisch ermittelten N-Werte kein größerer Wert zu legen.

5.) Aktive Tonerde + 9 % (MoO₃ + Ni₂O₃).

In dieser Reihe wurde versucht, bei gegebenem Gehalt an (Mo + Ni) ein Maximum in der Kurve der Hydrierwirkung zu finden in Abhängigkeit vom Verhältnis der beiden aktivierenden Komponenten. Die Ergebnisse waren:

Auf 100 Teile Al ₂ O ₃		B-Mittel81			Benzinierung	
Teile MoO ₃	Teile Ni ₂ O ₃	A.P.	Phenol- gehalt(%)	N-Gehalt (%)	Temp. (MV)	Leistung -150°C
9	0	+ 9	u. 0,02	0,013	--	--
8	1	+ 19	u. 0,02	0,009	--	--
7	2	+ 30	u. 0,02	0,013	--	--
6	3	+ 32	u. 0,02	0,015	19,5	0,75
5	6	+ 16	u. 0,02	0,010	--	--
0	9	- 1	0,30	--	--	--

Vgl. Kurvenblatt III.

Es zeigt sich ein Maximum im A.P. des B-Mittel81s bei ca. 6,6 MoO₃ + 2,4 Ni₂O₃. Dies entspricht einem molaren Verhältnis Mo : Ni von 1,0 : 0,63 oder etwa 3 : 2. Das Mo : Ni - Verhältnis beim Kontakt 7846 (akt. Tonerde + 10 % MoO₃ + 3 % Ni₂O₃) liegt mit 1 : 0,52 nahe bei dem in den vorliegenden Versuchen ermittelten optimalen Verhältnis 1 : 0,63.

6.) - 8.) Einzelversuche.

- 6.) Mit dem Kontakt akt. Tonerde + 6 % MoO_3 geschwefelt wurde nur eine geringfügig verbesserte Hydrierwirkung gegenüber dem ungeschwefelten Kontakt erzielt. Durch die Schwefelung steigt der A.P. von + 5 auf + 10°C. Die N-Raffination wurde nicht verbessert. Die Benzinierung des B-Mittelöls ergab bei der vergleichsweise sehr hohen Temperatur von 22 MV (= 425°C) nur Leistung 0,60 auf L-Benzin.
- 7.) 100 Teile akt. Tonerde + 10% MoO_3 + 3% Ni_2O_3 geschwefelt. Dieser Kontakt zeigt im Vergleich zum ungeschwefelten Kontakt eine höhere Anfangsaktivität, hatte aber eine geringe Hydrier-
spitze. Nach einigen Tagen war die Hydrieraktivität konstant und innerhalb der Fehlergrenzen ebenso wie beim ungeschwefelten Kontakt.
- 8.) Reine Molybdänsäure ohne Träger hatte zu Beginn schon nur mäßige Hydrieraktivität (A.P. + 20°C). Im Verlauf von 50 Stunden sank der A.P. etwa linear bis auf -3°C unter gleichzeitigen Nachlassen von Phenol (0,05 → 0,90) und Stickstoffraffination (? → 0,026). Auf den geplanten Versuch 97 MoO_3 + 3 Ni_2O_3 wurde verzichtet.

Tabellen der wichtigsten Versuche:

- Tabelle I : Bedingungen der Vorhydrierung, Ausbeute und Qualität der Benzine und Mittelöle.
- " II : Weiterverarbeitung der B-Mittelöle über 6434. Ausbeute, Leistung an L-Benzin und Qualität der L-Benzine (alles butanfrei).
- " III : Ausbeute und Leistung des jeweiligen Systems (Vorhydrierung + 6434). Qualität der Mischbenzine aus beiden Stufen.

Zum Vergleich sind in den ersten Spalten angeführt:

- 1.) Vorhydrierung mit 5058 Kleinversuch
- 2.) " " " 5058 Scholven (600 Betr.-Tage)
- 3.) " " " 7745 Kleinversuch
- 4.) " " " 7360/7745 Kleinversuch Du 0,8
- 5.) " " " 7360/5058 " Du 1,0.

Die Tabellen geben damit ein Bild von der gesamten Entwicklung der Vorhydrierkontakte bis zu den Tonerde-Mo-Ni-Kontakten dieses Berichtes.

Diskussion der Ergebnisse.

a) Zu Tabelle I.

Zur Vorhydrierung mit den Tonerde Mo-Ni-Kontakten wird eine bedeutend höhere Temperatur gebraucht als zur Vorhydrierung mit 5058. Der Durchsatz ist derselbe wie mit 5058. Beim 7846 fällt dabei ein B-Mittelöl mit A.P. 39-41 an. Die Vergasung auf eingesetztes Produkt ist innerhalb der Fehlergrenzen ebensogroß wie beim 5058. Ihre Zusammensetzung wurde noch nicht untersucht. Die Phenolreduktion ist um mindestens eine 10er-Potenz besser als beim 5058. Über die N-Raffination kann eine zuverlässige Zahlenangabe nicht gegeben werden wegen starker Streuung der analytisch ermittelten Werte. Jedoch ist anzunehmen, daß die N-Raffination beim 7846 mindestens ebenogut wie beim 5058 ist. Darauf deutet auch die außerordentlich gute Benzinierbarkeit der 7846-B-Mittelöle hin.

Die Spaltung zu Benzinanteilen ist etwas geringer als beim 5058. Verglichen werden müssen hierzu die Spalten I (5058) und VIII (7846). Die Spalte X (7846) ist zum Vergleich nicht heranzuziehen, da hier die Destillation anders ausgeführt wird (Kolonne, schärferes Abschneiden) als bei unseren Versuchen in 200 ocm-Öfen. Demnach wurde beim 5058 19% beim 7846 nur 16,5 % Benzin im Abstreifer erhalten. In der Qualität besteht zwischen 7846- und 5058-Benzin folgender Unterschied: Die 7846-Benzine haben etwa denselben Anilinpunkt wie die 5058-Benzine. Sie enthalten etwas weniger tiefsiedende Anteile (bis 100°C). Die O.Z. Motor dürfte mit 70 etwas tiefer liegen als beim 5058-Benzin mit 72,5. Die Bleiempfindlichkeit ist etwa dieselbe wie beim 5058-Benzin, sodaß auch in den verbleiten Benzinen die O.Z. der 5058-Benzine (87) um ca. 2,5 höher liegt als bei den 7846-Benzinen (ca. 85).

b) Zu Tabelle II.

In Tabelle II sind die Bedingungen und Ergebnisse der 6434-Benzinierung der B-Mittelöle wieder gegeben. Bis auf die Temperatur wurden die Bedingungen durchgehend konstant gehalten. Die Temperatur wurde so eingestellt, daß mindestens 50% Benzin - 150°C im 6434-Abstreifer erhalten wurden, aber nicht unter 19 MV = 374°C gesenkt. Bei 374°C ließ sich das 5058-B-Mittelöl mit einer Leistung von 0,82 benzinieren. Bei den 7846-B-Mittelölen wurden bei 374 bzw. 382°C Leistungen von 0,86 bzw. 0,80 erreicht, also innerhalb der Versuchsfehlergrenzen dieselben Zahlen wie beim 5058-B-Mittelöl. Die Vergasungen liegen bei den 7846-B-Mittelölen mit 21,2 bzw. 25,0 auch etwa ebenso wie beim 5058-B-Mittelöl mit 22,2 %. In den Benzinqualitäten besteht zwischen den aus 5058- bzw. 7846-B-Mittelöl erzeugten Benzinen nirgends ein Unterschied außerhalb der Fehlergrenzen bis auf den Doktor-Test, der bei den beiden Benzinen aus 7846-B-Mittelölen positiv war im Gegensatz zum negativen Test beim 5058-6434-Benzin. Es ist aber anzunehmen, daß dies nicht grundsätzlich so ist, denn die Benzine aus den B-Mittelölen von anderen Tonerde-Mo-Ni-Kontakten (6469, 7827, 7822) haben ebenfalls negative Tests. Bei weiteren Versuchen wird auf diese Erscheinung besonders geachtet werden. Jodzahlen aller Benzine sind kleiner als 1.

Die 6434-Rückfahr-Mittelöle (C-Mittelöle) sind gegenüber den B-Mittelölen bei 7846-Vorhydrierung ebensowenig aufhydriert wie bei 5058-Vorhydrierung.

Zu Tabelle III.

Tabelle III ^{zeigt} die Leistungen der jeweiligen Systeme (Vorhydrierung-6434) sowie die entsprechenden Ausbeuten und Benzinqualitäten:

Hinsichtlich der Vergasungen werden mit Tonerde-Mo-Ni-Kontakten (insbesondere 7846) dieselben Werte wie mit 5058-Vorhydrierung erhalten. Die Leistungen sind bei der hier angewandten Fahrweise (etwa gleicher Durchsatz und Benzinkonzentration beim 6434) im wesentlichen eine Funktion des Durchsatzes in der Vorhydrierung. Außer für den Versuch Spalte II (5058-Vorhydrierung in Scholven) stimmt dies auch annähernd. Bei den prozentual geringen Mengen Vorhydrierbenzin im Gesamtbenzin haben die geringen Unterschiede in der Spaltung der einzelnen Vorhydrierkontakte keinen sichtbaren Einfluß auf die Benzinleistung des Gesamtsystems (Vorhydrierung - 6434).

In der Qualität der Mischbenzine drückt sich die geringere Spaltung des 7846 gegenüber 5058 ebenfalls nicht aus, obgleich die 5058/6434-Benzine etwas mehr Vorhydrierbenzin enthalten als die 7846/6434-Benzine. An Siedekurve, Zusammensetzung und den Oktanzahlen ist jedenfalls nichts charakteristisches festzustellen. Hinsichtlich der Tests gilt das in der Diskussion zu Tabelle II gesagte.

Anhang.

Weitere Versuche mit Kontakt 7846.

Zur Zeit läuft der Vorhydrierungsversuch mit Kontakt 7846 und Scholvener Verflüssigungsmittelöl 52 Tage. Im Verlauf dieses Versuches wurde bisher festgestellt:

- 1.) Der Kontakt zeigt keinerlei Abklingen.
- 2.) Bei Zurücknahme des Druckes von 250 atm auf 210 atm sinkt der A.P. des B-Mittelöls sofort von 39 auf 37. In der Benzinierbarkeit der B-Mittelöle wurde kein wesentlicher Unterschied festgestellt.
- 3.) Zurücknahme des Schwefelzusatzes zum Öl von 0,85 auf 0,35% S hatte sowohl in den Eigenschaften als auch in der Benzinierbarkeit des B-Mittelöls keine sichtbaren Folgen.
- 4.) Der Kontakt läßt sich im Ofen abbrennen (regenerieren) und hat hinterher wieder eine ursprüngliche Aktivität.
- 5.) Die Abhängigkeit der Hydrierwirkung von Durchsatz und Produktpartialdruck soll noch festgestellt werden.
- 6.) Die 6434-Benzinierung von B-Mittelölen aus verschiedenen Perioden des Vorhydrierungsversuches läuft jetzt 25 Tage. Trotz zeitweiligenfahrens bei 210 atm und einer am 22. Tage aufgetretenen Druckdifferenz, die nicht durch das B-Mittelöl bedingt war, hat der 6434 noch nichts an Aktivität eingebüßt.

Betriebstag	3	18	24
Temperatur °C	374	374	374
Benzinleistung	0,91	0,91	0,87

Dies läßt auf eine ausgezeichnete Stickstoffraffination des 7846 schließen.

Benzinleistung 0,91 0,91 0,87
 Dies läßt auf eine ausgezeichnete Stickstoffraffination
 des 7846 schließen.

- 2 -

Der Kontakt 7846 wurde inzwischen schon für die Verarbeitung
 von Leuna-Verflüssigungs-Mittelöl, Verflüssigungs-Mittelöl aus
 rheinischer Braunkohle, a + s-Mittelöl aus Brüxer Teer und
 a-Mittelöle aus Hochtemperaturteer geprüft. Die Versuche laufen
 zur Zeit mit ebenfalls sehr guten Ergebnissen. In der Großappara-
 tur ist der 7846 für die Verarbeitung von Steinkohlenteer -
 a-Mittelöl der Ferrum A.G. eingesetzt. In der Kleinapparatur
 läuft ein Parallelversuch zur Großapparatur seit 61 Tagen absolut
 konstant.

Tabelle I. Vorhydrierung und Benzinier

Vorhydr.-Kontakt No.	5058	5058	7745	7360/7745	7360/5058
Zusammensetzung	WS ₂	WS ₂	Fe-Ni-W+Ton	50 : 50	80 : 20
Ofen / Blatt	17/3504	Scholven	316	329/3498	308/III
Datum (1940)	31.8.-10.9.	--	15.-18.8.	3.-16.9.	24.-27.8.
Betriebstage	15-25	ca. 500		17-30	
Bedingungen: P(at)	250	250	250	250	250
T °C	374	ca. 417	442	442	442
Durchsatz	1,0	ca. 0,75	0,8	0,8	1,0
Gas : Öl	3,0	ca. 3,0	3,0	3,0	3,0
Zusatz (% CS ₂)	1,0	ohne	1,0	1,0	0,5
Anfall: spez. Gewicht	0,844	ca. 0,830	0,862	0,866	0,850
A.P.	40	ca. 39	36	24	30
% Phenolgehalt	0,20	0,05	u. 0,02	u. 0,02	u. 0,02
V/E	1,7	--	1,6	1,7	1,7
Benzin - 150:					
% im Anfall	19	37	14	14,5	24
spez. Gew./A.P.	0,772/28	0,757/38	0,791/25	ca. 780/26	0,767/31
% - 100°	36	31	10	ca. 36	20
O.Z.Mot./Mot.	0,09 Pb/2,5/--	68,5/--	70/84	ca. 71/--	72/87
Mittelöl >150					
% im Anfall	81	63	86	85,5	76
spez. Gewicht	0,856	ca. 0,850	0,874	0,884	0,874
A.P.	44	38,5	36	23,5	30
% Phenolgehalt	0,23	0,13	u. 0,02	u. 0,02	u. 0,02
% N-Gehalt	ca. 0,010	0,012	0,008	0,011	0,011
Siedebeginn	146	155	168	150	178
% - 225	51	ca. 60	--	47	44
Siedeende	305	285	308	312	304
Weiterverarb. über					
6434					
Ofen/Blatt	7/3530	11/3503	7/3506	6/3550	2/3497
Betriebstage	1-22	1-27	1-15	7-24	11-30
Temperatur °C	374	400	378	391	387
% -150 im Anfall	65	56	68	62	55
unstab.					
Leistung unstab.	0,85	0,75	0,83	0,83	0,72
Vergasung unstab.	12,3	17,4	11,7	9,5	14
A.P. des 6434-Bi	51	48	48	46	47,5
% -100 im 6434-Bi	53	63	62	52	55
A.P. d. Rückf.-M'Öls	46	37	37	36	39
Bemerkungen			Vorhydryg. Dr. Donath		Vorhydryg. Dr. Donath

Vorhydrierung und Benzinierung mit Ton-Mo-Ni-Kontakte.

745 1-W+Ton 16 18.8.	7360/7745 50 : 50 329/3498 3.-16.9. 17-30	7360/5058 80 : 20 308/III 24.-27.8.	6469 Tonerdo + 20%MoO ₃ 1/3483 10.-26.8. 1-16	7827 100 Al ₂ O ₃ 6% MoO ₃ 3% Ni ₂ O ₃ 328/3479 10.8.-16.9. 1-38	7846 100 Al ₂ O ₃ 10% MoO ₃ 3% Ni ₂ O ₃ 327/3594 7.-14.10. 3-10 1)	7822 100 Al ₂ O ₃ 30% MoO ₃ 3% Ni ₂ O ₃ 17/3468 4.-16.8. 1-13	7846 100 Al ₂ O ₃ 10% MoO ₃ 3% Ni ₂ O ₃ 315/--- 25.u.26.9. 12-13
250 442 0,8 3,0 1,0	250 442 1,0 3,0 0,5	250 434 0,8 3,0 1,0	250 434 0,8 3,0 1,0	250 434 0,8 3,0 1,0	250 434 0,8 3,0 1,0	250 434 0,8 3,0 1,0	250 434 1,0 3,0 1,0
0,866 24 u. 0,02 1,7	0,850 30 u. 0,02 1,7	0,862 24 u. 0,02 1,9	0,860 31(32) u. 0,02 2,0 (2,5)	0,842 39 u. 0,02 1,0	0,843 41,5 u. 0,02 2,3	0,842 41 u. 0,02 1,7	0,842 41 u. 0,02 1,7
14,5 1/25	24 0,767/31 20 72/87	16,5 0,776/25 32 72/86,5	15 0,776/30 19 72/---	16,5 0,773/31 27 70,5/83,5	15 0,772/31 30 68,5/---	27 0,778/35 5 66,5/82	
0,894 23,5 u. 0,02 0,011 150 47 312	0,874 30 u. 0,02 0,011 178 44 304	83,5 0,888 23,5 u. 0,02 ca. 0,013 147 46 306	85 0,872 32 u. 0,02 0,011 152 46 305	83,5 0,861 39 u. 0,02 0,005 147 59 298	85 0,864 42 0,007 0,011 150 48 310	73 0,878 38 u. 0,02 0,008 179 36 310	
6/3550 7-24 391 62 0,83 9,5 46 52 36	2/3497 11-30 387 55 0,72 14 47,5 55 39	13/3525 1-16 392 59 0,80 13 45,5 46 36	8/3535 1-33 382 58 0,76 16 46 53 35	9/3644 1-20 374 67 0,91 13,7 49 55 42	9/3489 1-20 382 65 0,85 16 47,5 52 42	10/3558a 11-26 382 67 0,85 14,3 49 66 40	
g. th.	Vorhydrierg. Dr. Donath			1) Splitter Bedingungen variiert. Versuch läuft z.Zt. 50 Tage. Vorhydrierg. absolut konstant.		Vorhydrierg. Dr. Donath	

Tabelle II.

Stabilisierte 6434 - Be

Einspritzprodukt: P 1271 B-M'01 u.150 vom Ofen von ... bis ... Vorhydrierkontakt	- 17 - 31.8.-10.9. 5058	aus Schol- ven 5058	316. 15.-18.8. 7745	329 3.-16.9. 7360/7745
Spez. Gewicht	0,856	ca. 0,850	0,874	0,884
Anilinpunkt	44	39	36	23,5
Siedegrenzen	146-305	155-285	168-308	150-312
Phenolgehalt	0,23	0,13	u. 0,02	0,02
N-Gehalt	ca. 0,010	0,012	0,008	0,011
Kontakt	6434	6434	6434	6434

Tabelle II.

Stabilisierte 6434 - Benz

Einspritzprodukt: P 1271 B-M'Öl u.150 vom Ofen von ... bis ... Vorhydrierkontakt		17 31.8.-10.9 5058	aus Schol- ven 5058	316. 15.-18.8. 7745	329 3.-16.9. 7360/7745
Spez. Gewicht		0,856	ca. 0,850	0,874	0,884
Anilinpunkt		44	39	36	23,5
Siedegrenzen		146-305	155-285	168-308	150-312
Phenolgehalt		0,23	0,13	u. 0,02	0,02
N-Gehalt		ca. 0,010	0,012	0,008	0,011
Kontakt		6434	6434	6434	6434
Druck		250	250	250	250
Temperatur ° C		374	400	378	391
Durchsatz		1,5	1,5	1,5	1,5
Gas : Öl		2,7	2,7	2,7	2,7
Spez. Gewicht		0,747	0,763	0,742	0,772
Benzinkonzentration		61	51	67	49
Leistung		0,82	0,68	0,85	0,70
% Vergasung / B + V		22,2	24,7	18,0	19,3
Dampfdruck		0,48	0,52	0,51	0,44
Benzin	Spez. Gewicht	0,730	0,725	0,728	0,738
	Anilinpunkt I	49	47	46	43
	Siedebeginn	49	50	48	53
	% - 70	9	15	14	9
	% - 100	50	59	59	50
	% - 150	95	95	95	97
	Endpunkt	154	155	158	152
	Teste	gut	gut	gut	gut
Zusammensetzung					
	Paraffine	42	41	41	38
	Naphthene	53	52	50	50
	Aromaten	4	6	8	10
	Ungesättigte	1	1	1	2
O.Z.	Motor	76,5	76,5	78	74
	Motor + 0,09 Blei	91,0	91,0	90,5	87,5
	Motor + 0,12 Blei	---	---	---	---
Mittelöl	Spez. Gewicht	0,820	0,844	0,828	0,838
	Anilinpunkt	46	38	38	35
	Ofen / Datum 1940	7/19.9.	11/7.9.	7/30.8.	6/30.9.
	Betriebstagen	17	21	11	14
	Ofenblatt	3530	3503	3506	3550
Bemerkungen					

Stabilisierte 6434 - Benzine.

Schol- ven 58	316. 15.-18.8. 7745	329 3.-16.9. 7360/7745	308/III 24.-27.8. 7360/5058	1 10.-26.8. 6469	328 10.-27.8. 7827	327 7.-14.10. 7846	17 4.-16.8. 7822	315 25.u.26.9. 7846
0,850		0,884	0,874	0,888	0,872	0,861	0,864	0,878
39		23,5	30	23,5	32	39	42	38
155-285		150-312	178-304	147-306	152-305	147-298	150-310	179-310
0,02		0,02	u. 0,02	u. 0,02	u. 0,02	u. 0,02	u. 0,02	u. 0,02
0,008		0,011	0,011	ca. 0,013	0,011	0,005	0,011	0,008
6434		6434	6434	6434	6434	6434	6434	6434
250		250	250	250	250	250	250	250
378		391	388	391	382	374	382	382
1,5		1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
2,7		2,7	2,7	2,7	2,7	2,7	2,7	2,7
0,742		0,772	0,762	0,770	0,767	0,744	0,760	0,745
67		49	54	54	52	64	54	60
0,85		0,70	0,73	0,73	0,70	0,86	0,75	0,80
18,0		19,3	20,5	22	24,5	21,2	24,4	25,0
0,51		0,44	0,53	0,50	0,49	0,52	0,51	0,50
0,728		0,738	0,730	0,737	0,732	0,726	0,726	0,722
46		43	47	43	44	47	47,5	47
48		53	52	50	49	48	50	52
14		9	11	9	12	12	13	16
59		50	52	46	53	51	52	62
95		97	94	95	95	95	94	95
158		152	157	158	159	157	157	156

Stabilisierte 6434 - Benzine.

Schollen- ven	316 15.-18.8. 7745	329 3.-16.9. 7360/7745	308/III 24.-27.8. 7360/5058	1 10.-26.8. 6469	328 10.-27.8. 7827	327 7.-14.10. 7846	17 4.-16.8. 7822	315 25.u.26.9. 7846
	0,850	0,884	0,874	0,888	0,872	0,861	0,864	0,878
	23,5	23,5	30	23,5	32	39	42	38
	150-312	150-312	178-304	147-306	152-305	147-298	150-310	179-310
	u. 0,02	0,02	u. 0,02	u. 0,02	u. 0,02	u. 0,02	u. 0,02	u. 0,02
	0,008	0,011	0,011	0,013	0,011	0,005	0,011	0,008
	6434 250 578 1,5 2,7	6434 250 391 1,5 2,7	6434 250 388 1,5 2,7	6434 250 391 1,5 2,7	6434 250 382 1,5 2,7	6434 250 374 1,5 2,7	6434 250 382 1,5 2,7	6434 250 382 1,5 2,7
	0,742 67 0,85 18,0 0,51	0,772 49 0,70 19,3 0,44	0,762 54 0,73 20,5 0,53	0,770 54 0,73 22 0,50	0,767 52 0,70 24,5 0,49	0,744 64 0,86 21,2 0,52	0,760 54 0,75 24,4 0,51	0,745 60 0,80 25,0 0,50
	0,728 46	0,738 43	0,730 47	0,737 43	0,732 44	0,726 47	0,726 47,5	0,722 47
	48 14 59 95 158	53 9 50 97 152 gut	52 11 52 94 157 gut	50 9 46 95 158 gut	49 12 53 95 159 gut	48 12 51 95 157 Dr. Test +	50 13 52 94 157 gut	52 16 62 95 156 Dr. Test + 1)
	38 50 8 1	38 50 10 2	43 49 7 1	38 52 9 1	39 51 9 1	41 52 6 1	41 53 5 1	42 51 6 1
	78 90,5	74 87,5	77,5 91,0	77,5 92,0	76,5 89,5	75,5 90,0	77 ca. 90,5	75 90 91,5
	0,828 38 /30.8. 11 3506	0,838 35 6/30.9. 14 3550	0,832 40 2/4.9. 22 3497	0,844 34 13/6.9. 8 3225	0,848 35 8/14.9. 8 3535	0,830 41 9/17.11. 15 3644	0,838 42 9/20.8. 9 3489	0,834 40 10/8.10. 18 3558a
								1) bei 2 von 3 Analy- sen Dr. Test positiv.

Tabelle III.

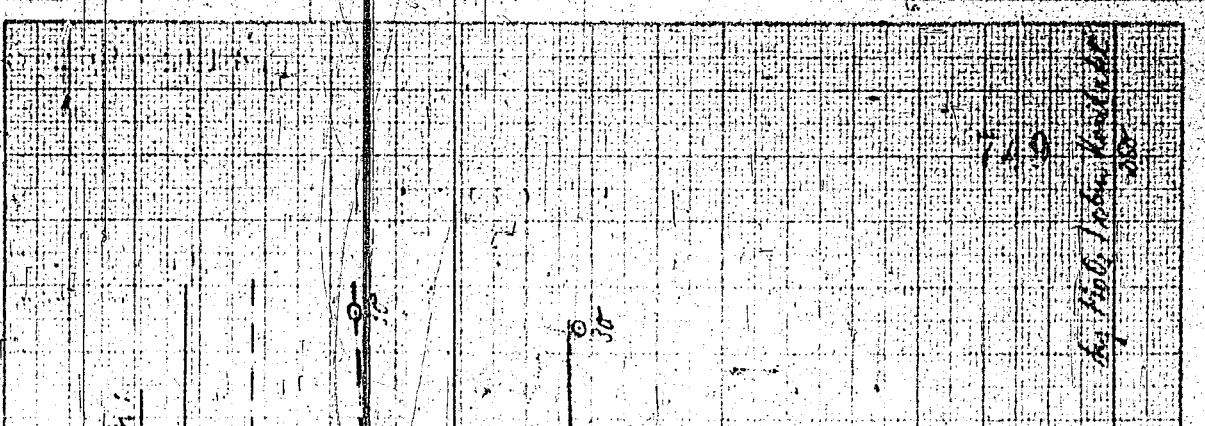
Mischbenzine aus Vorhydri

Vorhydrierkontakt	5058	5058 Schol- ven	7360/7745	7360/50
Mischungsverhältnis 6434-Bi : Vorhydrier-Bi.	75 : 25	68 : 32	83 : 17	73 : 27
In 6434-Stufe: Benzinkonzentration	61	51	49	54
Leistung	0,82	0,68	0,70	0,73
Vergasung	22,2	24,7	19,3	20,5
Durchsatz Vorhydrierung	1,0	0,75	0,8	1,0
Gesamtprozeß: Leistung	0,46	0,40	0,37	0,46
% Vergasung / B. + V	19,3	20,8	18,2	16,9
Benzin Spez. Gewicht	0,742	0,735	0,744	0,740
Anilinpunkt	45	44	40	43
Dampfdruck	0,40	0,45	ca. 0,40	ca. 0,45
Siedebeginn	58	51	57	54
% - 70	5	10	7	7
% - 100	47	50	48	47
% - 150	95	95	97	94
Endpunkt	154	155	153	157
Zusammensetzung				
% Paraffine	33	38	34	33
% Naphthene	60	53	53	56
% Aromaten	6	8	11	10
% Ungesättigte	1	2	2	1
O.Z. Motor	73	75	73,5	75,5
Mot. + 0,09 Blei	90	90	87,0	90,0
Mot. + 0,12 Blei	91,5	--	--	--
Teste	gut	gut	gut	gut
6434-Ofen / Datum Betriebsstunden Ofenblatt	7/19,9 17 3530	11/7,9 21 3503	6/30.9. 14 3550	2/4.9. 22 3497
Bemerkungen				1) Benzin- qualität nach der Mischreg- el errechne

Mischbenzine aus Vorhydrier- + 6434-Stufe.

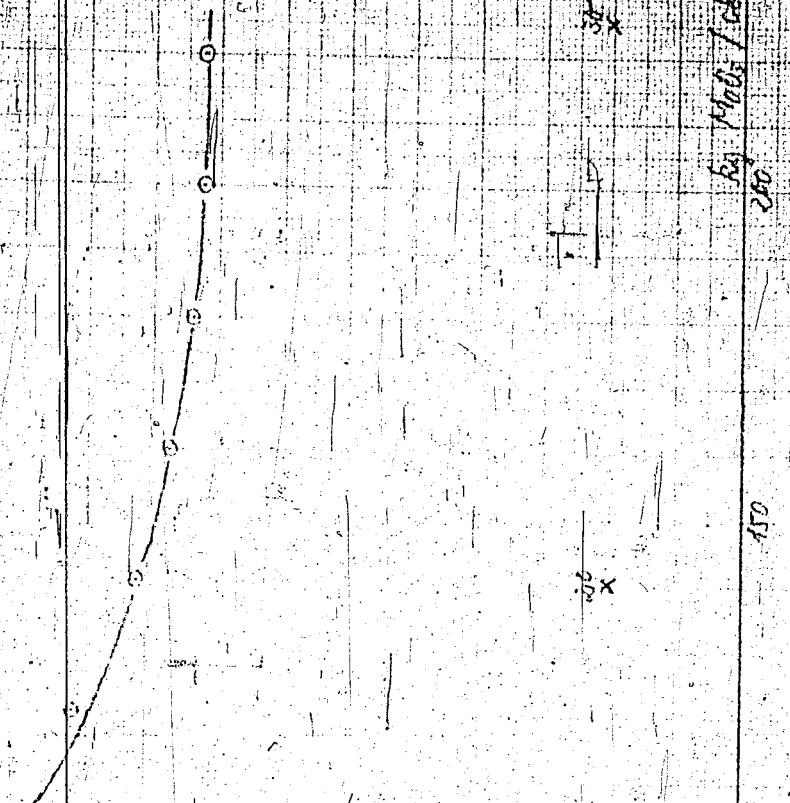
748

Schollen	7360/7745	7360/5058	6469	7827	7846	7822	7846
	83 : 17	73 : 27 1)	80 : 20	82 : 18	80 : 20	82 : 18	67 : 33 1)
	49 0,70 19,3	54 0,73 20,5	54 0,73 22	52 0,70 24,5	64 0,86 21,2	64 0,75 24,4	60 0,80 25,0
5	0,8	1,0	0,8	0,8	0,8	0,8	1,0
	0,37 18,2	0,46 16,9	0,38 19,7	0,36 22,2	0,41 18,5	0,37 22,4	0,48 19,5
		0,740 43 ca. 0,45	0,745 39 ca. 0,40	0,740 42 0,42	0,736 44 0,44	0,733 45 0,45	ca. 0,740 ca. 43 ca. 0,40
	57 7 48 97 153	54 7 47 94 157	50 4 44 95 159	57 6 48 94 159	57 6 46 94 159	52 9 50 94 160	ca. 58 ca. 10 ca. 43 ca. 95 ca. 160
	34 53 11 2	33 56 10 1	30 59 10 1	31 59 9 1	33 59 7 1	35 57 7 1	ca. 35 ca. 57 ca. 7 ca. 1
	73,5 87,0 --	75,5 90,0 --	76,5 91,0 --	75 88 --	75 88,5 90,5	75 89 --	ca. 74 ca. 88 ca. 90
	gut	gut	gut	gut	Dr. Test positiv	gut	Dr. Test positiv 2)
	6/30.9. 14 3550	2/4.9. 22 3497	13/6.9. 8 3525	8/14.9. 8 3535	9/17.11. 15 3644	9/20.8. 9 3489	10/8.10. 18 3558a
		1) Benzinqualitäten nach der Mischregel errechnet					1) Benzinqualitäten nach der Mischregel berechnet. 2) Bei 2 von 3 Analysen wurde positiv Dr. Test gefunden.



durch Anmischung von 3% MgO
wurde + m% MgO

Kurvenblatt I

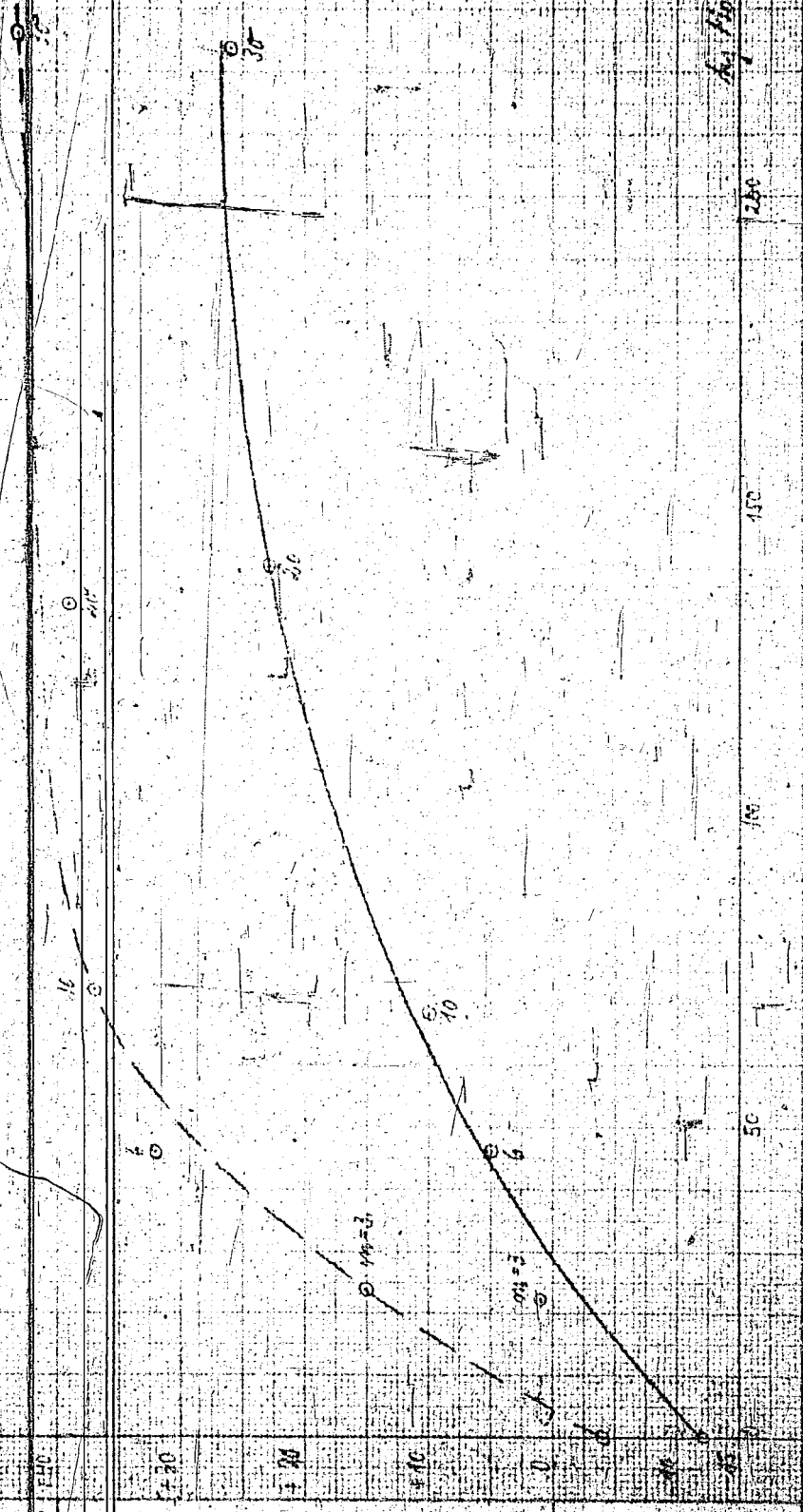


3% MgO / chem. Kurvenblatt
250

G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
Ludwigshafen a. Rh. a.

Kurvenblatt II

AP-8-1102 als Fabrikat des Pulvermischapparats auf den Kontaktscheiben:
a. Ausgetrocknete + m% MgO
b. Strich-Kurve: mit Tenax + m% MgO



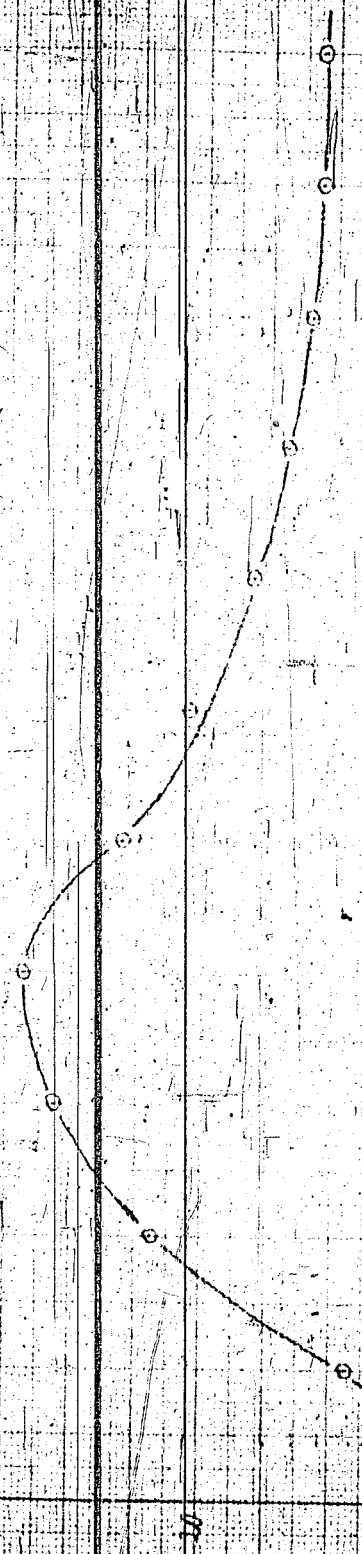
3% MgO / chem. Kurvenblatt
250

ZAP-BADL = Erweichung des AP-Bittal durch Anringeln von 3% Mn_2O_3
 zum Kontakt, abt. Tonerde + m% MnO_2

Kurvenblatt II

G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
 Ludwigshafen a. Rhein.

DIN-Format A 4 (210 x 297 mm)



T
 40
 30
 20
 10
 0

200
 X

10
 X

6
 X

3
 X

0
 X

300
 250
 200
 150
 100
 50
 0

150

100

50

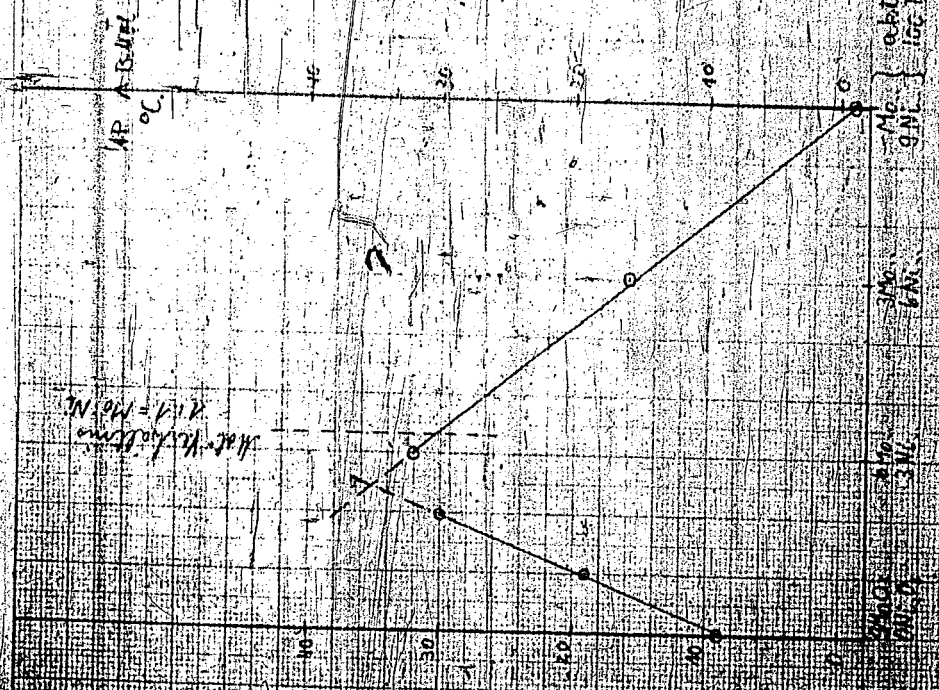
0

300
 250
 200
 150
 100
 50
 0

Spektroskopische III

*Abhängigkeit des AP B-Wert von Mischungsverhältnis
 des Fein- und grobkörnigen Kalks*

Konstante abt. Temperatur = 600 (1000) mm



*G. Farbenindustrie Aktiengesellschaft
 Ludwigshafen a. Rhein*

© 1927, Farben A. G. T. (210 x 297 mm)

TITLE PAGE

XV. Hochdruckverfahren Laboratories: Miscellaneous
Office Reports and Papers. Folder No:
S-15/III-B-11.

TITLE PAGE

1. Der Einfluss von Kontakt, Druck- und
Produktpartialdruck beim Cracken und Hydrieren
von Eruchsalergas⁶¹.
The influence of catalyst pressure
and product partial pressure during
cracking and hydrogenation of Eruchsal
gas oil.

Frame Nos. 752 - 760

Der Einfluß von Kontakt-, Druck- und Produktpartialdruck
beim Cracken und Hydrieren von Bruchsaler Gasöl.

(12. Mitteilung)

I. Der Einfluß von Kontakt.

Synthetisches Aluminiumsilikat - Kat. 6752 - zeigt im Gegensatz zu natürlicher HF-behandelter Terrana - Kat. 6109 - auch über 100 atü hinaus bei niedrigem Produktpartialdruck mit steigendem Druck steigender Spaltung. Bei hohem Produktpartialdruck ist die Spaltung der beiden Kontakte in allen Druckgebieten etwa gleich, sie zeigt bis 100 at einen Anstieg, darüber hinaus wieder einen schwachen Abfall. Besonders auffallend ist, daß beim Kontakt 6752 bei hohem Produktpartialdruck die Koksabscheidung über 100 at Arbeitsdruck wieder zunimmt, während sie bei 6109 konstant bleibt. Im allgemeinen bildet 6752 bei allen Bedingungen mehr Koks als 6109. 6752 gibt in allen Druckgebieten mehr Aromaten als 6109 und zwar um so mehr je höher der Druck ist.

Die Oktanzahlen von 6752-Benzinen und insbesondere die Oktanzahlen der oberen Fraktionen dieser Benzine sind besser als die der 6109-Benzine. 6109-Benzine zeigen bei steigendem Arbeitsdruck sogar eine Abnahme der Klopfestigkeit, während sie bei 6752 in allen untersuchten Fällen zunimmt. Die Bleiempfindlichkeit ist bei den 6752-Benzinen im allgemeinen größer als bei 6109-Benzinen.

Die bis 100° siedenden Anteile zeigen keine charakteristischen Unterschiede. Die Spaltung nimmt bei 6752 mit steigendem Druck stärker zu als beim 6109, wobei zu berücksichtigen ist, daß 6109 bei wiederholter Regeneration viel von seiner Aktivität einbüßt, während 6752 seine Aktivität behält.

II. Einfluß des Drucks.

Bei allen Versuchen nimmt die Spaltung bis 100 at stark zu; ein weiterer Anstieg ist dann nur bei synthetischem Aluminiumsilikat beim Mahren mit 2 cbm Gas/kg Einfüllprodukt festzustellen.

Die Koksabscheidung nimmt bis zu 100 at stark, dann weiter weniger ab; nur beim Kontakt 6752 und hohem Produktpartialdruck steigt die Koksabscheidung mit steigendem Druck wieder an.

Der Anteil an Niedersiedenden im Benzin zeigt im allgemeinen einen Anstieg bis zum Druck von 150 at.

Das Verhältnis von Paraffinen zu Naphthenen zu Aromaten ist wenig druckabhängig. Die Aromaten in der Fraktion 140-160 sind bei 6109 vom Arbeitsdruck wenig abhängig und steigen beim Kontakt 6752 mit wachsendem Druck stark an und zwar beim niedrigen Produktpartialdruck wesentlich stärker als beim hohem Produktpartialdruck.

Entsprechend dem Gehalt an Niedersiedenden und Aromaten zeigen die Oktanzahlen nach Motor-Methode bei steigendem Wasserstoffdruck entsprechende Zunahme, und zwar steigt die Oktanzahl im Benzin bei Verwendung des synthetischen Aluminiumsilikats bei steigendem Arbeitsdruck wesentlich stärker an als bei 6109. Dieser Unterschied ist noch ausgeprägter bei der Oktanzahl der Benzinfraction 140-160°. Während bei Verwendung des synthetischen Aluminiumsilikats die Oktanzahlen mit steigendem Arbeitsdruck außerordentlich stark ansteigen, zeigt die Oktanzahl der gleichen Fraktion beim 6109-Benzin sogar einen Abfall.

III. Einfluß des Produktpartialdrucks

Der auffälligste Einfluß des Produktpartialdrucks zeigt sich in der Zusammensetzung der Vergasung. Sowohl beim synthetischen Aluminiumsilikat wie auch bei der HF-behandelten Terraña wird bei niedrigem Produktpartialdruck das Verhältnis von Methan + Äthan zu Propan + Butan sehr stark zu ungunsten des Flüssiggases verschoben. Die Koksabscheidung dagegen ist bei niedrigem Wasserstoffpartialdruck wesentlich kleiner als beim hohen.

Die Versuche wurden bei 21,0 MV in 3000ccm-Öfen in Halbstunden Perioden mit Bruchsalzer Gasöl durchgeführt. In jeder zweiten Periode eines Versuchsabschnittes wurde die bei der Reaktion entstandene Gasmenge bestimmt. Bei anschließender Regeneration des Kontaktes durch Abbrennen mit Luft wurde aus dem gebildeten CO₂ die beim Erhitzen entstandene Koks menge bestimmt.

Von dem Sammelprodukt ~~...~~ jeden Versuchsabschnittes wurde eine eingehende Untersuchung durchgeführt.

Die wichtigsten Versuchsergebnisse sind in Tabellen zusammengestellt und zum Teil graphisch in Kurven dargestellt.

gez. Trofimow

Gemeinsam mit
 Dr. Peters
 Dr. Günther
 Dr. Graßl
 Dr. v. Fünfer
 Dr. Furst
 Dr. Meier
 Dr. Dehn

Tabelle 1

Kontakt 6109 Gas x 0,2 Temperatur: 21 MV Ofen: 21 Produkt: P 1203, Bruchsalzer Gasöl. Ofenblatt: 4433.

	0	9,5	19,0	28,5	38,4	57,5	96,5
Produktpartialdruck atü	0	25	50	75	100	150	250
Gesamtdruck atü	0	114	228	342	456	684	1140
Verweilzeit in Sekunden	4,5	0,780	0,775	0,767	0,765	0,760	0,764
Spez. Gewicht des Anfalls	0,806	25,7	33,1	29	38,4	37,8	36,1
BI-Konzentration	0,05	0,125	0,157	0,142	0,175	0,175	0,161
Leistung	-	15,0	16,3	21,5	29,0	19,3	26,3
\$ V/V + B1	-	-	-	-	-	-	-
Benzin:Spez. Gewicht	0,732	0,720	0,723	0,716	0,720	0,715	0,720
AP I/II	47/66	52,5/65	52,7/65,4	52/64	51/65	51/64	53/64,2
% - 100°C	0,9	3,2	1,7	1,5	4,4	0,4	1,2
Siedende	36	41	36,5	38	43	44	52
	168	157	171	162	160	158	157
Paraffine	62	7,0	71	66	70	66,5	69
Naphthene	9	14	13	17	13	16,5	16,5
Aromaten	22	15	15	14,5	16,5	15,5	13,5
Ungesättigte	7	1	1	2,5	0,5	1,5	1,0
OZ GPR Motor + 0,12 Pb	64,2	65,8	67,2	66	67,2	67,4	69,5
	82,4	85,8	87,6	88	87,6	86,2	89,5
Fraktion 140-160° Vol.-%		7,5		7	9	7	9
Spez. Gewicht		0,768		0,772	0,776	0,775	0,774
AP I/II		47/67		45/66	41,5/68,5	42/67	44/67
Aromaten		22,5		24	30	27,5	26
Par-Naphthene		68,5/7,5		66/9	64,5/3,5	64,5/7	66,5/7
Bromzahl		1,6		1,0	1,1	1,5	0,8
OZ Motor		49		44,5	53,2	52	52
Fraktion 75-100° Vol.-%		5		5	8,5	7	9
Spez. Gewicht		0,712		0,710	0,710	0,712	0,716
AP I/II		54/61,5		53/60	54/62	53/60	53,8/-
Aromaten		9		9	9	8,5	-
Par-Naphthene		64,5/25		60/29	66/24	60,5/30	-
Bromzahl		-		-	2,0	1,6	-
OZ Motor		-		-	-	73,5	70,2

ler Gasöl
 lattr: 4433.

12	15
200	250
144	180
0,762	0,762
37,3	37,3
0,165	0,165
26,8	26,8
0,720	0,720
51/63,5	51/63,5
1,0	1,0
41	41
159	159
66	66
18	18
15	15
1	1
67,4	67,4
8	8
0,772	0,772
44/65,5	44/65,5
24,5	24,5
63,5/11	63,5/11
0,9	0,9
46,7	46,7
8	8
0,706	0,706
53,5/51,8	53,5/51,8
8	8
60,5/30,5	60,5/30,5
2,0	2,0
64,6	64,6

Tabelle 2

Kontakt: 6109 Gas z 2,0 Temp.ratur: 21,0 MW Ofen: 21 P.-dukt: P 1203, Bruchsaaler Gas61
Ofenblatt: 4433.

	0	1,5	3,0	4,5	6	9	12	15
Produktpartialdruck atü	0	1,5	3,0	4,5	6	9	12	15
Gesamtdruck atü	0	25	50	75	100	150	200	250
Verweilzeit in Sekunden	0,7	18	36	54	72	108	144	180
Spez.Gewicht des Anfalls: Bi-Konzentration	0,809	0,792	0,780	0,780	0,776	0,776	0,776	0,762
Leistung	0	21,2	28,9	27	33,1	36,6	37,3	37,3
% V/V + Bi	V/E 8,4	0,102	0,130	0,128	0,156	0,163	0,165	0,165
		30,0	26,0	-	38,4	17,7	17,7	26,8
<u>Benzin: Spez.Gewicht</u>		0,722	0,722	0,718	0,720	0,722	0,722	0,720
AP I/II		50,5/63,5	52,5/64,5	53/64	52,5/64,8	51,5/64,5	51,5/64,5	51,5/64,5
Bromsahl		41	39	47	38	25	25	1,0
% 100°C		157	162	158	42	47	41	41
Siedende					157	155	159	159
Paraffine		64,5	69,5	68	70	68,5	66	66
Naphthene		17,5	15,5	17	14,5	15,0	18	18
Aromaten		15,5	14,0	13,5	14,5	15,0	15	15
Ungesättigte		2,5	1,0	1,5	1,0	1,5	1	1
O2 OPR		67,4	66	67	68	68,6	67,4	67,4
Motor + 0,12 Pb		-	87	88,5	88	88,0	-	-
<u>Fraktion 140-160°: Vol.%</u>		4	8,5	9	9	9,7	8	8
Spez.Gewicht		0,768	0,770	0,774	0,776	0,774	0,772	0,772
AP I/II		46/66	47/67	48/66	44,5/67,2	43/67	44/65,5	44/65,5
Aromaten		23	22,5	20	25,5	26,5	24,5	24,5
Par./Naphthene		65,5/10	69,5/7,5	68/10	66,5/7	66/7	63,5/11	63,5/11
Bromsahl		-	1,8	2,0	1,3	1,0	0,9	0,9
O2 Motor		49,5	48,7	48,3	-	-	46,7	46,7
<u>Fraktion 75-100°: Vol.%</u>		4,5	4,5	7	8,5	9	8	8
Spez.Gewicht		0,712	0,710	0,716	0,714	0,708	0,706	0,706
AP I/II		51/60,5	54/62	53/60	54/63	55/61,5	53,5/51,8	53,5/51,8
Aromaten		11,5	10	8	11	8	8	8
Par./Naphthene		58,5/27	65,5/23,5	62/28	67,5/20,5	65,5/25,5	60,5/30,5	60,5/30,5
Bromsahl		-	6	5,5	4,6	3,1	2,0	2,0
O2 Motor		-	-	-	-	70,8	64,6	64,6

Tabelle 3

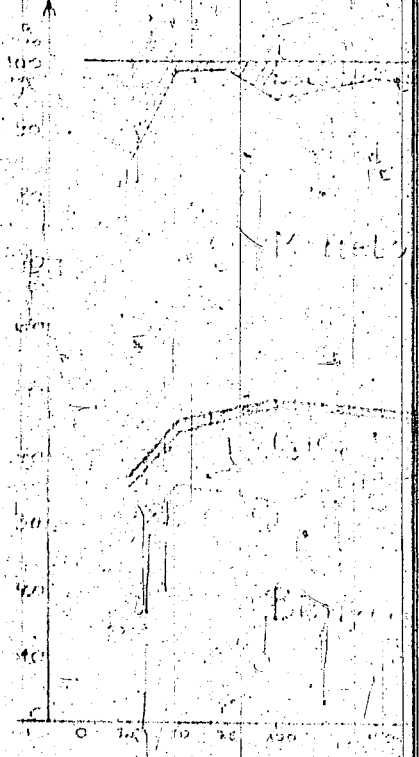
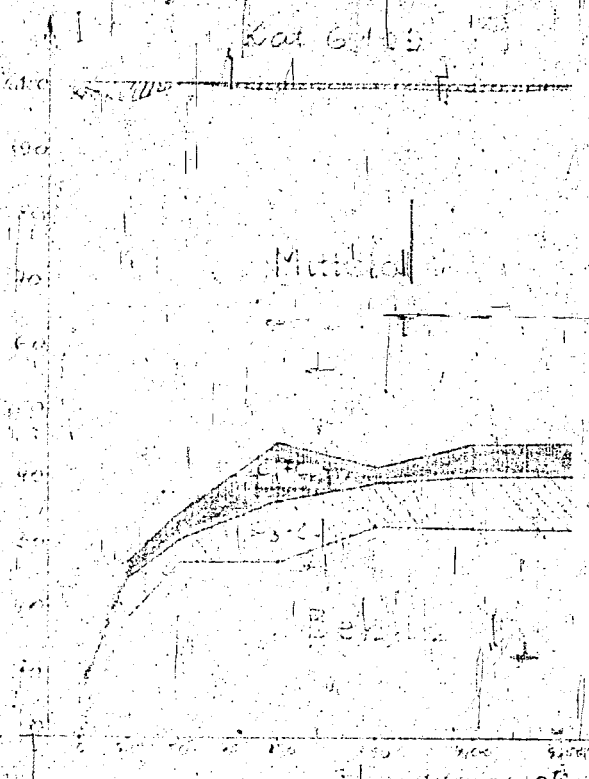
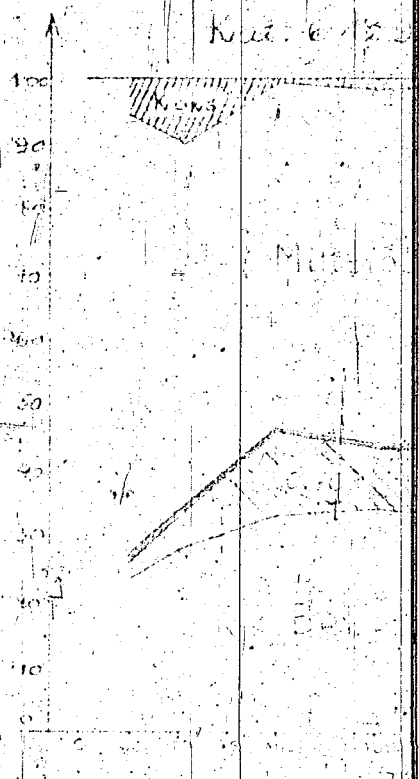
Kontakt: 6752 Gas x 0,1 Temperatur: 21,0 MV Ofen: 22
 Produkt: P 1203 Bruchsaler Gasöl Ofenblatt 4410.

Gesamtdruck atll	25	50	100	250
Spez.Gewicht des Anfalls	0,768	0,768	0,764	0,746
Bi-Konzentration	29,1	33,5	32	49,9
Leistung } O ₄ -frei	0,136	0,155	0,142	0,142
% V/V + Bi	30,7	-	25,6	-
<u>Benzin:</u> Spez.Gewicht	0,706	0,719	0,714	0,712
AP I/II	52/65	50/65	50/65	48/65
Bromzahl	2,5	1,7	1,3	0,6
% - 100°	48	46	52	56
Siedende	156	158	157	158
Paraffine	70	68	68	66,5
Naphthene	13	13	13	13
Aromaten	16	18	17	19
Ungesättigte	1	1	2	1,5
OZ CFR Motor	69,2	69,7	70,8	72
Motor + 0,12 Pb	-	90,1	-	92,3
<u>Fraktion 140-160°</u> Vol.%	8	9	8	9
Spez.Gewicht	0,776	0,778	0,780	0,788
AP I/II	42/66	38/67	36/67	25/67
Aromaten	26	32	34	43
Par./Naphthene	64/8	62/6	60/5	52/4
Bromzahl	1,0	0,5	1,3	0,4
OZ Motor	49,4	53,2	58,1	63,1
<u>Fraktion 75-100°</u> Vol.%	6	8	7	10
Spez.Gewicht	0,712	0,710	0,716	0,718
AP I/II	54/61	53/62	52/61	51/61
Aromaten	9	12	12	12
Par./Naphthene	63/26	65/22	62/24	61/26
Bromzahl	4,0	2,2	1,4	-
OZ Motor	-	-	-	-

Handwritten title: *Handwritten text, possibly 'Zusammenfassung der ...'*

Geus x 0.2

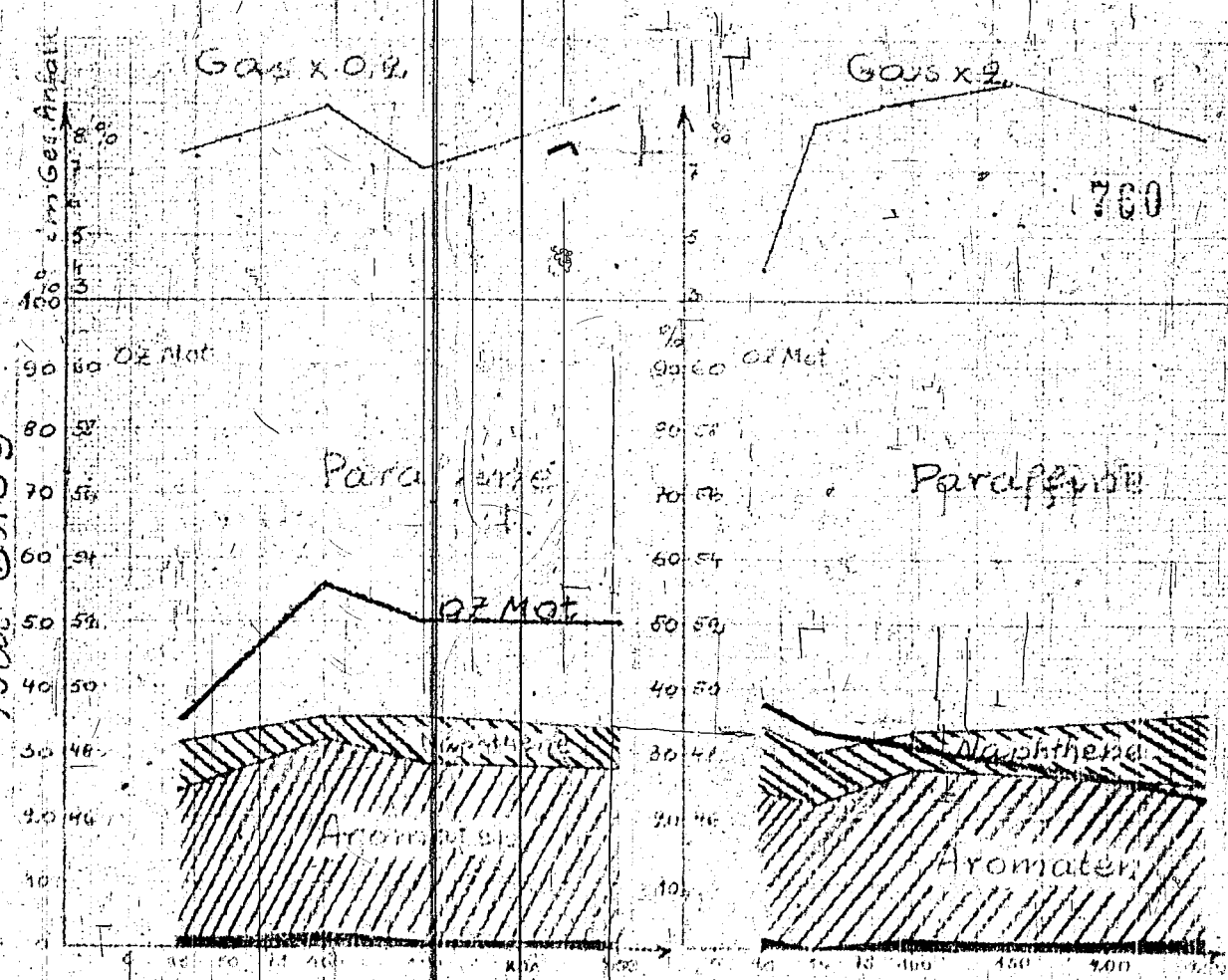
Geus x 2



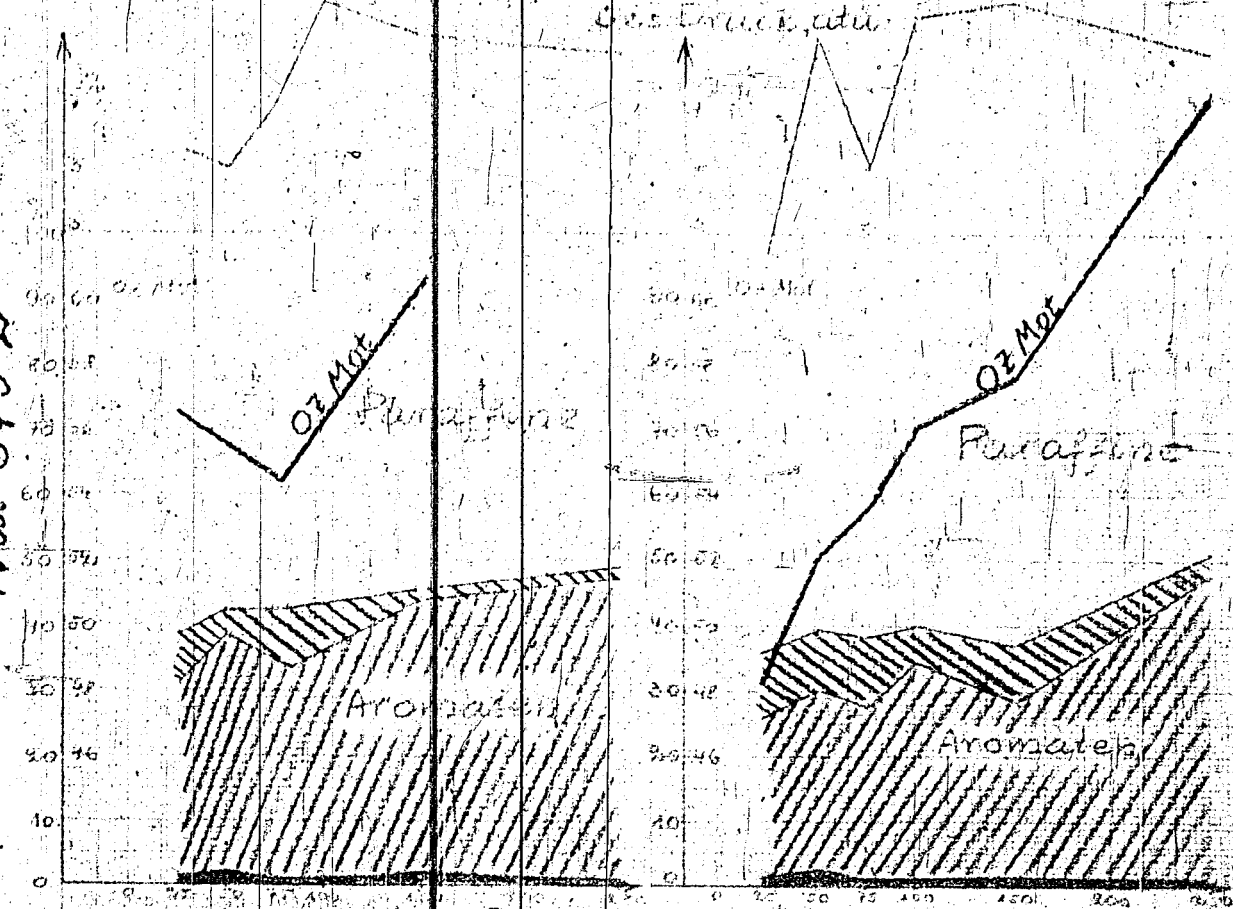
Geometrische Linie

Geometrische Linie

Mat 6109



Mat 6752



Bezeichnung 10-100 Abb. 30

Erhöhung der Schwelbeute durch Schwefelzugabe
Vorbereitung der Schwelbeute durch Schwefelzugabe
Vorbereitung der Schwelbeute durch Schwefelzugabe
Vorbereitung der Schwelbeute durch Schwefelzugabe
Vorbereitung der Schwelbeute durch Schwefelzugabe
Vorbereitung der Schwelbeute durch Schwefelzugabe
Vorbereitung der Schwelbeute durch Schwefelzugabe
Vorbereitung der Schwelbeute durch Schwefelzugabe
Vorbereitung der Schwelbeute durch Schwefelzugabe
Vorbereitung der Schwelbeute durch Schwefelzugabe

Dr. Horn Dr. Hinz

Abschrift

Gelsenberg Benzol
Aktiengesellschaft

Herrn
Direktor Dr. Dr. h.c. P i e r
Ludwigshafen a. Rhein
I.G. Farbenindustrie A.G.

Ihre Zeichen
Rechdruck-
versuche
P/Im 558

Ihre Nachr
richt vom
23.2.43
Be/Fu

In der Antwort
angeben:
Unsere Zeichen
DS

Unser Hausruf
8260
Gelsenkirchen
17.3.43

Betreff.

Erfahrungsaustausch.
Erhöhung der Schwelbeute durch Schwefelzugabe.

Anlässlich meines Besuches am 6. bzw. 8. d. M. unterhielten wir uns
bereits über die Versuche von Pölitz, in der Rückstandsaufarbeitung
bessere Schwelbeuten durch Zugabe von Kontakt zu erhalten.

Wir geben Ihnen in dem beiliegenden Bericht unsere Stellungnahme
hierzu, aus dem hervorgeht, daß wir die Beobachtungen und Feststel-
lungen von Pölitz in unseren Versuchen nicht finden können.

Heil Hitler !

Gelsenberg Benzol
Aktiengesellschaft

ges. Pres

ges. Unterschr.

20.3.43
91 223

Abschrift.

Abschrift.

Gelsenberg Benzin A.G.
Abt. Hydrierung/Dr.Hu.

Gelsenkirchen-Horst, den 3.3.1943 Wa

Bemerkungen zu dem Bericht

„Versuche im Laboratorium und Betrieb zur Erhöhung der Ausbeute an Schwelöl bei der Verschwelung von asphalthaltigen Rückständen vom 12.5.1943; Dr. Horn/Dr. Hinz“.

Auf die Mitteilungen der Hydrierwerke Pölitz, daß sich durch Zugabe von Kontakten ihr Schlenderrückstand leichter und mit besseren Schwel- ausbeuten verarbeiten läßt, wurden vor längerer Zeit in unserem Hauptlaboratorium systematische Versuche in derselben Richtung unternommen, die zu negativen Ergebnissen führten. Dementsprechend wurden von uns kleine Großversuche im Betrieb durchgeführt. Von Herrn Dr. Horn wurde immer betont, daß eine merkliche Verbesserung der Ölausbeute nur bei ihren Produkten, nicht aber bei den Produkten von Gelsenberg bzw. Scholven zu erzielen sei. Er sagte, daß sich ihre Produkte ohne Kontaktsugabe im Großbetrieb nicht, bzw. nur sehr schwer aufarbeiten lassen, eine Erscheinung, die bei uns nie beobachtet wurde. Es lag deshalb nahe, daß bessere Arbeiten der Ofen auf die Verschiedenheit der Ausgangsprodukte und technische Unterschiede bei den Ofen zurückzuführen, z.B. Berippung der Ofenwandungen und Fahren mit größeren Mahlkörperfüllungen. Pölitz fuhr nämlich anfangs infolge eines Missverständnisses zwischen Gewichts- und Stückangabe nur mit ungefähr halber Mahlkörperfüllung. Diese Annahme wird übrigens auch durch den neuen Bericht verestärkt, da auf Seite 4 angegeben wird, daß anfangs bei den Betriebsversuchen die Ausbeute gegenüber den Laborversuchen stark abfiel, was neuerdings durch häufigeres Anfahren von Ofen und Fahren mit niedriger Belastung erklärt wird. Eine Tatsache, die selbstverständlich und längst bekannt ist. Zudem ist zu berücksichtigen, daß entsprechend einer Kontaktsugabe von 1,2 % von vornherein mindestens eine Erhöhung der Schwelöl ausbeute um 1,5 % eintreten muß, um den erhöhten Aufwand zu rechtfertigen.

Zu den Pölitzer Laborversuchen ist im einzelnen folgendes festzustellen:

Die Fischer-Schwel-Analyse wurde für Stein- und Braunkohle entwickelt. Die Schwel-Bedingungen und der apparative Aufbau sind demgemäß ursprünglich nur für Kohle bestimmt gewesen. Von uns wurde vom Durchsatz abgesehen, die Fischer-Analyse mit allen Bedingungen auf Schlenderrückstand als Schwelprodukt übertragen. Wir erhielten bei dieser Analyse unter strikter Einhaltung der von Fischer angegebenen Bedingungen stets reproduzierbare Ergebnisse. Bei den Pölitzer Versuchen fällt zunächst auf, daß von Anfang an die Fischer-Schwel-Analyse willkürlich abgeändert wurde, z.B. wichen Anheizzeit, Schweltemperatur und Schwelzeit beträchtlich von den Normalbedingungen der Fischer-Schwel-Analyse ab. Weiterhin wird bei der Schwelung mit überhitztem Wasserdampf von Pölitz die Menge durchgesetzten Wasserdampfes nicht angegeben. Die Pölitzer Ergebnisse sind daher mit unseren nicht direkt vergleichbar. Die im Bericht beschriebene weitere Abänderung ergibt, daß die Schwelung kontinuierlich vorgenommen wird, gestattet überhaupt keinen Vergleich mehr. Auf Grund der Angaben des Pölitzer Berichtes gelangt man zu der Auffassung, daß in Pölitz kein restloses Ausschwelen stattfindet. Gestützt wird diese Annahme durch die Tatsache, daß bei den an und für sich spärlichen Doppelbestimmungen, die angegeben werden, Schwankungen in den Analysen bis zu 7,5 %

(siehe Tabelle 3) auftreten.

Bei derartig großen Analysentoleranzen ist es gewagt, von Steigerungen der Ölausbeute von 2-3 % zu sprechen, wie das auf Seite 2 geschieht. Ein weiterer Grund zu der Annahme, daß in Pölitze nicht zu Ende geschwelt wird, ist die Tatsache, daß die Ölausbeuten bei der Wasserdampf-Schwel-Analyse ohne Kontaktzugabe sich zwischen 72 und 75 % bewegen, während wir bei der Wasserdampfschwelung in der Fischer-Retorte auch bei Produkten von Pölitze 90 % Ausbeute und darüber erhalten, und sogar bei Schwelung ohne Wasserdampf eine Ölausbeute von ca. 80 % erreichen.

Was die Zusätze von Kontaktstoffen zur Schwelanalyse betrifft, so wurde von uns eine große Versuchsserie durchgeführt und es konnte keinerlei Ölausbeuteverbesserung oder -Verslechterung festgestellt werden bei Anwendung von Kalk, Natriumacetat, Soda, Kieselsäure, Eisenoxyd, Pottasche, Bleicherde, Alkaidlauge und Schwefel, die nicht innerhalb der Analysenfehlergrenze von $\pm 0,5$ % lag. Von uns kann also weder die Ölausbeute verschlechternde Wirkung von Kalk, Soda, Lauge, usw. noch die Ölausbeute verbessernde Wirkung von Schwefel und Sulfigran bestätigt werden. (Siehe dazu die Schwelberichte vom 10.1.42, 24.12.42 und 28.12.42).

Die bei uns durchgeführten Versuche wurden mit Gelsenberg Produkten ausgeführt. Da nun nach Angabe von Pölitze sich bei Gelsenberg Produkt (im übrigen auch bei Scholvener Rückstand) keine oder nur sehr geringe Kontaktwirkung feststellen läßt, wurde von uns Schleuderrückstand aus Pölitze besorgt und untersucht. Dabei wurde festgestellt, daß ohne Kontaktzugabe sowohl die Schwelung mit als auch ohne Wasserdampf ungefähr die gleichen Ölausbeuten ergeben wie mit Gelsenberg Produkt. Bezüglich der Kontaktzugabe ergeben sich folgende Werte:

Bei Schwelung von Schleuderrückstand aus Pölitze ohne Wasserdampf und ohne Kontakt wurde eine Ölausbeute von 78,5 % erzielt. Bei Schwelung desselben Rückstandes ohne Wasserdampf mit Kontakt wurde 78,5 % Ölausbeute erreicht. Die Schwelung des Pölitzer Rückstandes mit Wasserdampf ohne Kontaktzusatz ergab eine Ölausbeute von 95,1%. Die Schwelung mit Wasserdampf und mit Kontakt ergab eine solche von 95,3 %. Als Kontakt wurde 1 % fein verteilter und emulgierter Schwefel angewandt. Diese Zahlen sind durch mehrere Versuche eindeutig bestätigt. Es ist daraus ersichtlich, daß zumindest beim labormässigen Schwelen auch beim Pölitzer Rückstand durch Kontaktzugabe keine über die Versuchsfehler hinausgehende Steigerung der Ölausbeute erreicht wird. Interessant ist die Feststellung, dass ein Ölausbeute von 95 %, wie sie bei uns ohne Kontakt erreicht wurde, im Pölitzer Bericht nie auftritt. Eine Ölausbeute von 92,7 % (siehe Tabelle 10) stellt den Pölitzer Höchstwert dar.

Im Bericht aus Pölitze sind mehrere Widersprüche enthalten. Als Beispiel sei herausgegriffen, daß sich über die angeführte Tabelle 10 überhaupt nicht diskutieren läßt, da die angewandten Mengen Kontakt (Schwefel als verbessernderer, Soda als verschlechternderer Kontakt) in keinem Verhältnis zu den angegebenen Ölausbeuten stehen.

Abschliessend wird nochmals betont, daß die Ölausbeute in Pölitze im Großbetrieb trotz aller Kontaktzugabe im wesentlichen nicht die Ölausbeute der Gelsenberg Benzin A.G. übersteigt.

gez. Preß gez. Unterschriften

TIENE AGE

Aufstellung eines neuen Öltanks.
Installation of a new oil tank.

Lu 554

L. G. Ludwigshafen

Schätzungsaufforderung

62847 A

17. März 1943

Stickstoff

Hochdruckversuche

Lu 554

Betreff. Aufstellung eines neuen Öltanks.

Von den in Lu 554 vorhandenen großen Tanks müssen 2 bis 3 laufend für die Produktion der DHD-Anlage eingesetzt werden, so daß der Tankraum für die Lagerung von Produkten für Hydrierversuche nicht mehr ausreicht. Es soll daher in Lu 554 ein weiterer Tank von 250 m³ Inhalt aufgestellt werden.

Wir bitten um Genehmigung und Einräumung des hierfür erforderlichen Kredits in Höhe von

RM. 25000.-

gek. Raichle
Simon
rier

Bestell-Nr.	Gegenstand	App.-Nr.	Betrag
62847/0005	1 Tank mit Splitterschutz-ummantelung	554 092	18 000.-
/0006	1 Kreiselpumpe für 50m ³ /h	093	1 800.-
/0007	1 Antriebsmotor hierzu ca. 8KW	094	
/0008	Die erforderlichen Rohrleitungen	095	3 500.-
	Unvorhergesehenes		1 700.-
			RM. 25 000.-

Feuerpolizeiliche Frage

Sind andere Personen, die den Brand zu verursachen könnten, in der Nähe des Objektes verborgen?

Lu 554

TITEL SEITE

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.

Ergebnis Nos. 765 - 768.

Hochdruckversuche
 Zu 558

17. März 1943 Tro/Ed

Der Einfluss des Produktpartialdruckes bei der Aromatisierung von Steinkohleverflüssigungsmittelöl Scholven über Tonerde-Terrana Kontakt 8688.

In einem 45-tägigen Versuch wurde Steinkohleverflüssigungsmittelöl Scholven bei 250 atm Gesamtdruck, jedoch verschiedenem Produktpartialdruck aromatisiert. Hierbei wurden im wesentlichen folgende Ergebnisse erzielt:

Produktpartialdruck atm	60	30	15	10	6	3
Gas : Öl	0,5	1,0	2,0	3	5	10
165° Benzinkonzentration im Anfall	32	39	37	33	22	24
Leistung	0.29	0.34	0.32	0.29	0.28	0.22

Der Einfluß des Produktpartialdruckes bei der Aromatisierung von
Steinkohleverflüssigungsmittelöl Scholven über Tonerde-Terrana
Kontakt 8688.

In einem 45-tägigen Versuch wurde Steinkohleverflüssigungsmittelöl Scholven bei 250 atm Gesamtdruck, jedoch verschiedenem Produktpartialdruck aromatisiert. Hierbei wurden im wesentlichen folgende Ergebnisse erzielt:

Produktpartialdruck atm	60	30	15	10	6	3
Gas : Öl	0,5	1,0	2,0	3	5	10
165° Benzinkonzentration im Anfall	32	39	37	33	22	24
Leistung	0,29	0,34	0,32	0,29	0,28	0,22
V/V+Bi	29	24	26	28	25	32
% - 100 im Bi	29	39	41	40	36	25
Gew.% Aromaten	51	50	51	49	47	48
OZ Motor	78	77	77	77,5	77	77,5
AP-B-Mittelöl	-30	-18	-17	-16	-15	-14

Wie aus den Versuchszahlen zu ersehen ist, steigt mit Erhöhung des Produktpartialdruckes von 3 auf 30 atm die Benzinkonzentration im Abstreifer von 24 auf 39 % an, bei weiterer Erhöhung des Produktpartialdruckes auf 60 atm wird wieder eine Abnahme des Benzingehaltes im Anfallprodukt beobachtet, die Benzinmenge beträgt 32%. Die bis 100° siedenden Anteile im Benzin erreichen bei einem Produktpartialdruck von ca 20 atm ein Maximum von 41 %, bei weiterer Erhöhung des Produktpartialdruckes fällt die Kurve und erreicht bei 60 atm den Wert von 29 %. Die Aromatenkonzentration im Benzin zeigt mit steigendem Produktpartialdruck nur einen geringen Anstieg - von 47 % bei 3 atm auf 51 % bei 60 atm. Bei den Klopfzahlen werden im untersuchten Versuchsgebiet nur geringe Differenzen bis zu 1/2 Oktanzahl beobachtet - auffallend sind der sehr tiefe B-Mittelölanilinpunkt -30° und der hohe Siedepunkt des B-Mittelöls 345° bei hohem Produktpartialdruck. Bei der Vergasung wird zunächst mit steigendem Produktpartialdruck eine Abnahme von 32 % bei 3 atm auf 24 % bei 30 atm festgestellt, sie steigt dann wieder an und beträgt bei 60 atm 29 %.

Die Anilinpunktkurve der Fraktionen liegt bei dem bei 60 atm erhaltenen Abstreifer bis zu 25° tiefer als die Kurve des Abstreifers aus der 3 atm Periode. Bis 120° haben die Kurven einen gleichen Verlauf.

Sowohl beim Fahren bei niedrigem Produktpartialdruck von 3 atm als auch beim Fahren bei hohem Produktpartialdruck von 60 atm zeigt der Kontakt nach einer Betriebszeit von 20 Tagen ein deutliches Abklingen, jedoch werden nach Umstellen auf die üblichen Fahrbedingungen - $P_{\text{Prod}} = 15 \text{ atm}$, die ursprünglichen Ergebnisse erhalten.

Demnach ist hinsichtlich der Benzinsbildung Vergasung und Aromatenbildung bei der Aromatisierung mit Kat. 8688 das günstigste Produktpartialgebiet zwischen 15 und 30 atm.

Der Versuch wurde in einem 200 ccm Ofen mit Steinkohleverflüssigungsmittelöl Scholven (Fl271) bei 250 atm Gesamtdruck, 26,5 MV und Durchsatz 1,0 durchgeführt. Nach je 6-10 Tagen wurde der Produktpartialdruck geändert, wobei die Verweilzeit bei 60 atm Produktpartialdruck ca 300 sek, bei 3 atm Produktpartialdruck ca 15 sek. betrug.

gez. Trofimow

Gemeinsam mit:

Dr. Peters, Dr. v. Fünser,
" Günther, " Fürst,
" Messé, " Meier.

Einspritz-Produkt		P 1271-Steinkohleverflüssigungsmittelöl Scholven vom 28.6.42					
Spez.Gewicht		0,978					
Anilinpunkt		-23					
Siedegrenzen		212/331					
Phenolgehalt		17					
Kontakt No.		8688					
Druck atm		250					
Produktpartialdruck atm		60	30	15	10	6	3
Temperatur MV		26,5					
Durchsatz		1,0					
Gas : Öl		0,5	1,0	2,0	3	5	10
spez.Gewicht		0,885	0,860	0,860	0,866	0,870	0,882
Benzinkonzentration		32	39	37	33	32	24
Leistung		0,29	0,34	0,32	0,29	0,28	0,22
%Vergasung/B + V		29	24,3	26,5	28,1	25	32
Gew.% C ₄ in Gas		20	-	27	-	-	-
% i C ₄ in Gesamt-C ₄		14	-	16	-	-	-
Benzin spez.Gewicht		0,792	0,788	0,790	0,788	0,788	0,800
Anilinpkt. I/II		4/48	4/49	2/48	1/49	3/49	2/50
Jodzahl		10	7		8	5	6
Siedebeginn °C		50	54	61	50	50	70
% - 70		3	4	1	6	3	7
% - 100		29	39	41	40	36	23
% - 150		97	92	92	94	93	91
% - 160		96	96	95	97	98	95
Endpunkt		163	166	165	161	160	165
Zusammensetzung							
Paraffine		14	15	14	15	15	17
Naphthene		34	34	34	35	37	34
Aromaten		51	50	51	49	47	48
Ungesättigte		1	1	1	1	1	1
O.Z. Mot.		78	77	77	77,5	77	77,5
Mot. + 0,12 Blei		90	89	89	91	89	86,0
Mittelöl spez.Gewicht		0,935	0,910	0,908	0,909	0,906	0,910
Anilinpunkt		-30	-18	-17	-16	-15	-14
Phenole		0,04	0,02	0,01	0,02	0,02	0,03
Endpunkt		345	340	325	318	325	331
Ofen/Datum		22					
Ofenblatt		4574 b					

1113

18.4/1.8

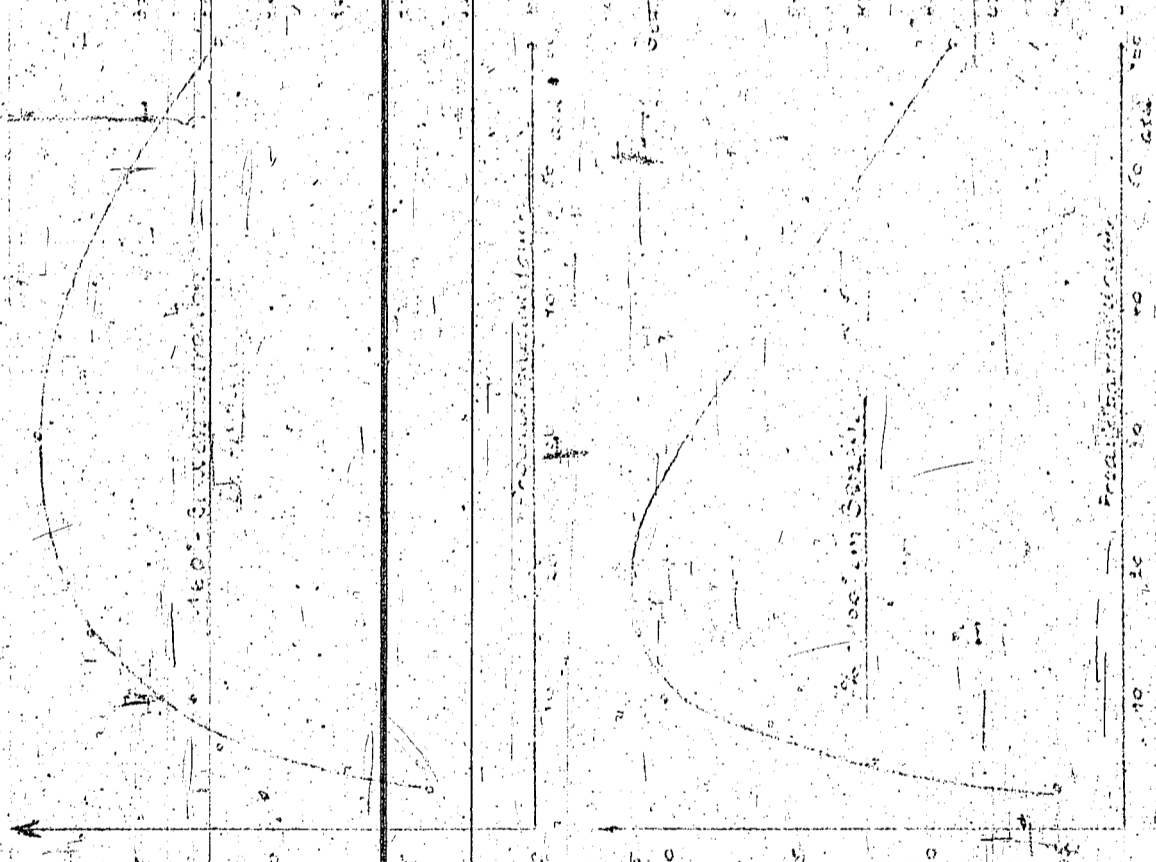
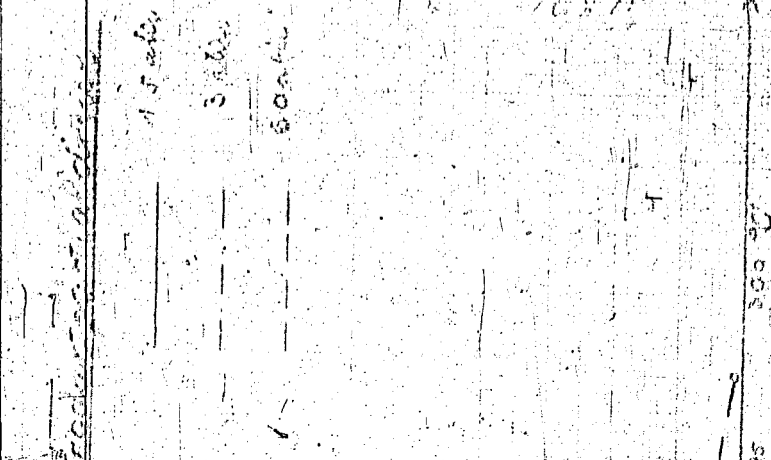


Abb. 1

7687A



7687A

768

Gen. Aromatizier. St.

Produktionshöhe
Produktionsbreite

SAEETY

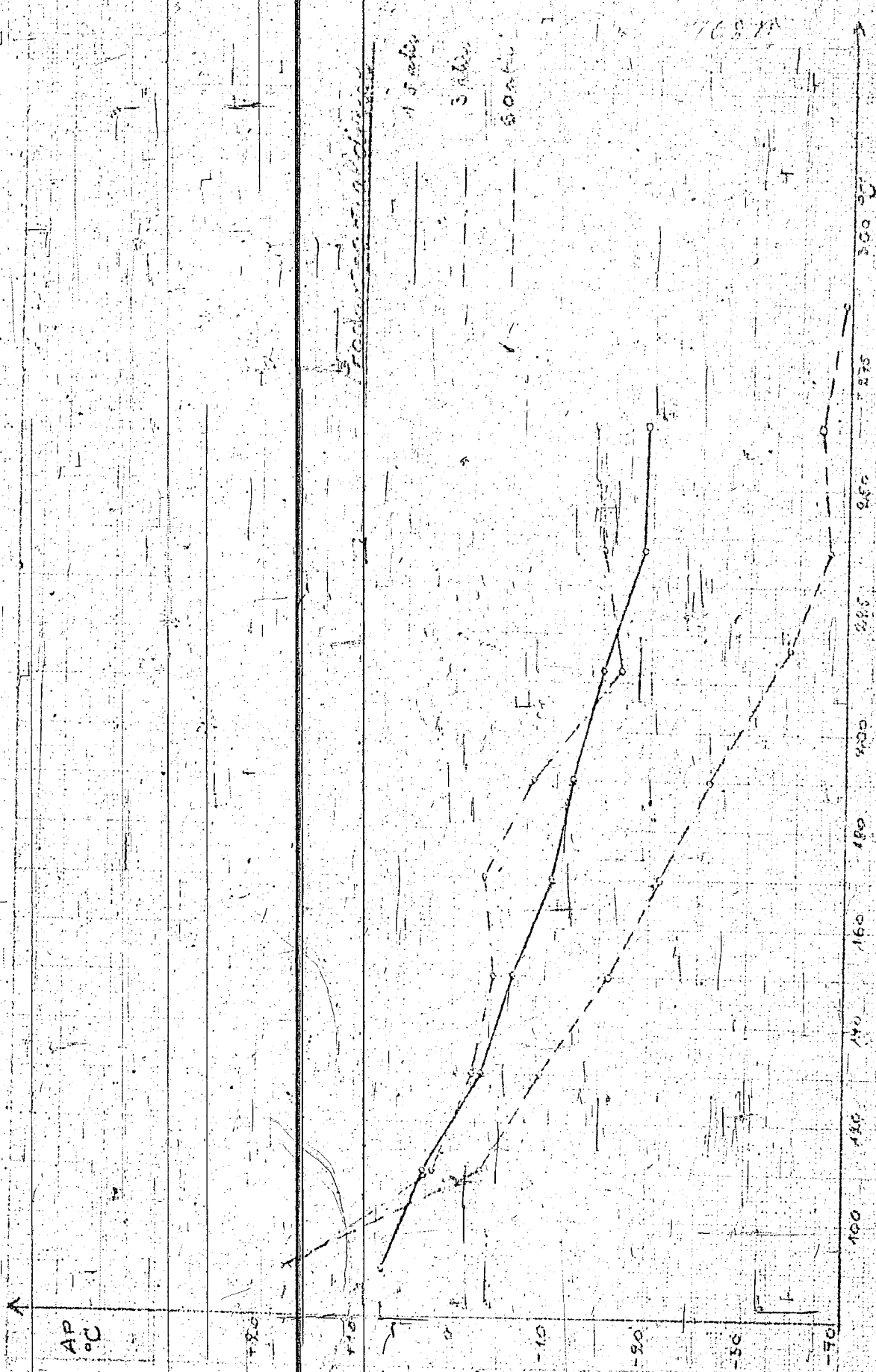
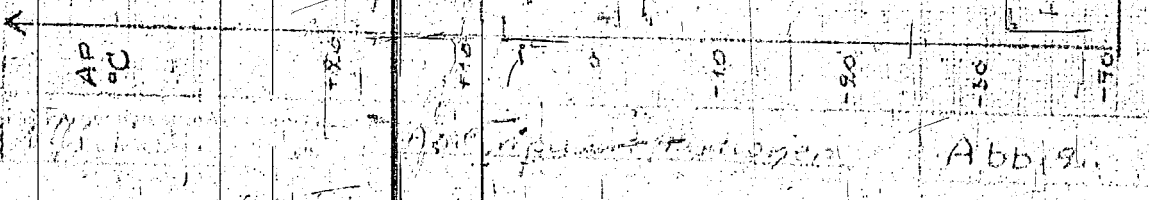


Abb. 1.



TITELSEITE

5. Hydrierergebnisse mit oberschlesischen Kohleproben der Radzionkaugrube in Drehautoklaven.
 Hydrogenation results in the rotary autoclave with (coal) samples from the Radzionka mine in Upper Silesia.

Frame nos. 769 - 772

HOCHDRUCKVERSUCHE 18.3.43.Hz/Le.
 P/Lu 558.

Unter Bezugnahme auf Ihr Schreiben vom 4.3.43 senden wir Ihnen Durchschlag unseres Schreibens an das Oberschlesische Steinkohlen-Syndikat vom 14.10.42, in dem wir unser Urteil über die Hydrierfähigkeit der Kohleproben aus der Radzionkaugrube zusammengefasst haben. Weiterhin führen wir zu Ihrer persönlichen Unterrichtung unseren internen Bericht über die Hydrierergebnisse mit diesen Kohlen im Drehautoklaven bei.

Hoch Hitler!

I. G. FARBEWINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Anlagen.

Oberschlesische Hydrierwerke
 Aktiengesellschaft

Blechhammer / Kra. Gossel, O.S.

Hydrierergebnisse mit oberschlesischen Kohleproben
der Radzionkaugrube im Drehautoklaven.

Wir erhielten vom Steinkohlebergwerk Radzionkaugrube am 29.6.42 eine ca. 50 kg Durchschnittsprobe 0-80 mm der Radzionkaugrube und am 31.7.42 von der Materialverwaltung Preußengrube:

- a) ca. 17 kg Feinkohle 0,5 - 10 mm der Radzionkaugrube
- b) ca. 33 kg Grobkohle 10 - 88 mm der Radzionkaugrube.

Die Durchschnittsprobe 0-80 mm hatte im Anlieferungszustand 16,4 % Asche in Trockenkohle und wurde mit Schwerelösung im Laboratorium auf ca. 7 % Asche entascht. Dabei wurden 81 % entaschte Kohle erhalten.

Die beiden anderen Proben (Feinkohle und Grobkohle) hatten im Anlieferungszustand 4,2 bzw. 4,9 % Asche und wurden ohne weitere Behandlung hydriert.

Die analytischen Untersuchungen dieser Kohlen enthält Tab. 1 im Vergleich zur Durchschnittsprobe aus Beuthen- und Heinitzgrube.

Die entaschte Radzionkalkohle gleicht in der Elementaranalyse sehr der Vergleichskohle. Lediglich der dispon. Wasserstoff ist zum Teil durch den geringeren Stickstoffgehalt dieser Kohle höher. Die beiden von der Materialverwaltung Preußengrube erhaltenen Kohlen liegen im C-Gehalt wesentlich niedriger und im Sauerstoffgehalt deutlich höher als die Durchschnittsprobe.

Die Hydrierergebnisse sind in Tabelle 2 enthalten und haben folgendes ergeben:

Sowohl die Durchschnittsprobe als auch die Grob- und Feinkohle sind nach den im Autoklaven erhaltenen Daten für die Hydrierung geeignet. Die auf 7 % entaschte Durchschnittsprobe gibt in Abbau, Spaltung und Asphaltgehalt fast gleichen, in Vergasung etwas höheren Wert als die Vergleichskohle aus Beuthen- und Heinitzgrube. Zwischen Fein- und Grobkohle sind nur geringe Unterschiede gefunden worden. Die Feinkohle gab etwas günstigeren Abbau, andererseits etwas höheren Asphalt und auch höhere Vergasung als die Grobkohle. Die Mittelwerte der Fein- und Grobkohle liegen etwa wie bei der Durchschnittsprobe der Radzionkaugrube. Ein Hydrierversuch mit einem technisch in Betracht kommenden Mischungsverhältnis feinsgrob (17 : 33) gab Zahlen, die näher bei den mit der Feinkohle erhaltenen liegen.

2 Anlagen.

Analytische Daten von Kohleproben der Radzionkaugrube.

Tabelle 1.

Radzionkaugrube

Zum Vergleich

Analytische Daten von Kohlenproben der Radzionkaugrube.

Tabelle 1.

Kohle	Radzionkaugrube					Zum Vergleich Beuthen + Heinitz- grube Durchschn. Probe v. 28.4.41
	v. 29.6.42 original	lab. ent- ascht.	v. 31.7. 42 fein	v. 31.7. 42 grob	v. 31.7. 42 fein grob 17 + 33 gemischt	
% Asche i.T.K.	16,40	6,99	4,23	4,89	4,81	4,88
<u>Elementaranalyse</u>						
<u>.R.Kohle:</u>						
% C	80,15	81,40	78,94	79,06	79,19	81,96
H	4,70	5,24	4,90	4,70	4,56	5,04
O	12,60	12,08	14,35	14,41	14,54	11,03
N	1,15	0,66	1,29	1,36	1,38	1,67
S fl.	1,39	0,56	0,41	0,34	0,30	0,29
S ges.	1,32	0,60	0,55	0,65	0,60	0,66
Cl	0,038	0,059	0,11	0,14	-	0,014
% Fluchtiges	36,65	37,49	37,02	37,41	-	37,09
H disponibel	3,75	4,38	3,48	3,26	3,12	3,97
<u>Schwefelanalyse a.R.K.</u>						
% Koks	77,65	75,38	75,64	75,72	-	77,59
% Urteer	8,01	12,46	8,41	9,62	-	13,76 ?
<u>Analyse d. Asche:</u>						
SiO ₂	40,55	46,93	29,89	24,10		32,65
Fe ₂ O ₃	10,20	2,96	7,99	11,76		10,36
Al ₂ O ₃	26,73	37,99	31,31	24,97		28,11
CaO	6,37	2,71	10,34	13,11		9,47
MgO	3,90	1,29	4,47	5,32		4,94
K ₂ O)		0,88)				
Na ₂ O)	3,05	1,50)	1,75)	1,13		1,71
SO ₃	7,55	2,99	1,02	16,67		10,25
P ₂ O ₅	0,21	2,05	1,38	1,38		0,89
TiO ₂	1,10	-	-	0,74		1,27

Hydrierergebnisse mit den Kohlenproben der Radzionkaugrube im
Drehautoklaven bei 600 atm.

Versuchsbedingungen.

Anheizzeit : 3 Stunden
 Reaktionszeit: 3 "
 Temperatur : 23,5 mV
 Höchstdruck : ca. 600 atm
 Kontakt : wie üblich bei Steinkohle.
 Anreibesl : Steinkohlenteerschweröl + Steinkohlenteerpech (9:1)
 Anreibung: 1 : 1.

Tabelle 2.

Kohle	v. 29.6.42 lab. ent- ascht	Radzionkaugrube		fein + grob 17 + 33 gemischt	Zum Ver- gleich Beuthen + Heinitz- Durchschn. Probe v. 28.4.41
		v. 31.7.42 fein 0,5-10 mm	v. 31.7.42 grob 10-88 mm		
Abbau	96,5	98,2	95	97,5	96
Spez. Gew. v. 01/ 20	1,080	1,068	1,058	1,066	1,060
% Asphalt 1.01	4,9	5,0	4,3	4,9	5,0
% Asphalt 1. Schweröl	7,4	7,3	6,6	7,3	7,8
Neubildung bis 325°	90	93,3	86,4	82	94
% Vergasung a. Neubildung + Vergasung	ca. 21,5	22	20	22	20,5

Hydrierversuche mit deutschen Kohlen im
Drehautoklaven.
Hydrogenation experiments with Spanish coals in
the rotary autoclave.

Exempl. nos. 773 - 775

Hydrierversuche mit spanischen Kohlen im Drehautoklaven.

(Vorläufige Ergebnisse, Stand vom 18.3.1943)

Von den bei uns eingegangenen spanischen Kohlen interessieren hauptsächlich eine Kohle aus dem Utrillagebiet (K 1256) und Puertolanokohle (K 1253).

Die Utrillaskohle hat 32,5 % Asche und gleicht nach der Elementaranalyse eher einer Braunkohle, nach ihrem Aussehen, dem Schliffbild und der Aschezusammensetzung hat sie jedoch eher Steinkohlecharakter. Dies zeigt sich auch darin, daß sie sich wie Steinkohle nach dem Schwimmsinkverfahren entaschen läßt. Bei einem Entaschungsversuch im Labor wurden 42,5 % entaschte Kohle mit 5,9 % Asche erhalten, was bei dem hohen Aschegehalt dieser Kohle nicht ungünstig erscheint. Weitere Entaschungsversuche werden von Herrn Dr. Lemme ausgeführt.

Die nichtentaschte Kohle gab bei einem Hydrierversuch bei 350 atm im Vergleich zu rhein. Braunkohle etwas ungünstigere Werte in Abbau, Asphalt und Vergasung, (s. Tab. I). Im Vergleich zu oberschlesischer Kohle K 1242 liegt sie vermutlich infolge des hohen Asche- und Schwefelgehaltes besonders im Asphalt und Spaltung wesentlich besser. Hydrierergebnisse mit entaschter Kohle, die besser vergleichbar sind, liegen noch nicht vor.

Um mit einer ähnlich aschereichen Substanz zu vergleichen, wurde ein Vergleichsversuch zu Schieferkonzentrat ausgeführt. Darnach verhält sich die spanische Kohle in Abbau, Asphalt und Vergasung wesentlich ungünstiger, was auf Grund der großen Unterschiede in der elementaren Zusammensetzung nicht überrascht.

Die Puertolanokohle K 1253 mit 26,5 % Asche hat nach der Analyse große Ähnlichkeit mit oberschlesischer Kohle K 1220 vom 9.6.42 (Andreas II). Bei der Entaschung verhält sich jedoch die spanische Kohle ungünstiger, es wurde eine deutlich geringere Ausbeute erzielt, ca. 30 % gegen 50 % bei der ähnlichen oberschlesischen Kohle.

Die auf ca. 9 % entaschte Kohle wurde bei 300 und 600 atm Höchstdruck hydriert. Das bei 300 atm anfallende Produkt ist homogen, bei 600 atm trat Ascheabsitzen, ähnlich wie bei der oben erwähnten oberschlesischen Kohle der Grube Andreas 2 ein. Nähere Daten stehen noch aus.

Da sich die Kohle nur müßig entaschen läßt, wurde mit der Originalkohle bei 600 atm mit wenig Wasserstoff und hohem Füllungsgrad bei 22,5 mV und Mitteldruck eine Extraktionsversuch gemacht. Das Anfallprodukt dürfte nach Filtrierergebnissen im Labor schlechter filtrierbar sein als ein analoges Produkt aus Beuthen und Heinitzgrube. Erst nach Verdünnung mit der gleichen Menge Anreibemittel kommt man auf Filtrierzeiten, die etwa im technischen Bereich liegen dürften.

gez. Graßl

Gemeinsam mit
Dr. Schiffmann
Dr. Lemme
Dr. Heilmann

Tabelle I

a) Vergleich mit rheinl. Braunkohle und oberschlesischer Kohle.

Versuchsbedingungen:		Anheizzeit: 3 Stunden	Reaktionszeit: 3 "	Temperatur: 23,5 mV (450°)	Anreibung: 1:1 mit Steinkohlenteerschweröl + Pech (9:1)	Füllungsgrad: ca. 10 %	Höchstdruck: ca. 350 atü
Kohle	K 1256 v. 3.9.42 Utrillas (Spanien)	K 229 v. 21.9.42 Rheinbraun	K 1242 v. 28.4.41 Beuthen + Hainitzgrube Oberschlesien				
% Asche i. Trockenkohle	32,5	6,22	4,9				
<u>Elementaranalyse a. Rk.</u>							
% C	72,96 +)	69,41	81,96				
% H	4,95	4,78	5,04				
% O	14,48	24,32	11,03				
% N	0,81	1,42	1,67				
% S fl.	6,77	0,07	0,29				
% S ges.	7,36	0,36	0,66				
% Flüchtiges a. Reink.	44,26	55,95	37,09				
H dispon.	3,49	2,0	3,97				
% Urteer a. Reink.	9,37	ca. 11	ca. 12,0				
<u>Hydrierversuche</u>							
<u>Kontakt:</u>		3% Bayermasse	3% Bayermasse + 2% elem. Schwefel	1,2% FeSO ₄ · 7H ₂ O	1,5% Bayermasse	0,3% Na ₂ S	
% Abbau	92,7	100	93,5				
Spez. Gew. v. Öl/2	1,062	1,042	1,078				
% Neubildg. - 325°	127,5	97,5	57,3				
% Asphalt i. Öl	2,1	1,5	6,8				
% Vergasung a. Neubildg. + Vergasung	19,7	17,8	20,5				

+) Elementaranalyse wegen des hohen Schwefelgehaltes (Pyrit) höchstwahrscheinlich falsch

Tabelle II

b) Vergleich zu Schieferextrakt

Versuchsbedingungen:		Anheizzeit: 3 Stunden	Reaktionszeit: 2 "	Temperatur: 22,5 mV (435°)	Katalysator: 3% Bayermasse + Schieferterückstand > 350°	Anreiböl: aus eutr. Schieferöl	Füllungsgrad: ca. 20 %	Höchstdruck: ca. 350
Kohle	K 1256 v. 3.9.42 Utrillaskohle	S 26 v. 12.5.42 Schieferkonzentrat						
% Asche i. T. Substanz	32,5	20,9						
<u>Elementaranalyse a. RS.</u>								
% C	72,96 +)	78,6						
% H	4,95	9,5						
% O	14,48	8,7 ?						
% N	0,81							
% S fl.	6,77							
% S ges.	7,36	1,2						
H dispon.	3,49	10,49						
<u>Hydrierergebnisse</u>								
% Abbau	93,4	95,9						
Spez. Gew. v. Öl	1,012/20°	0,966						
% Neubildg. - 325	76,7	79,5						
% Asphalt i. Öl	8,6	4,3						
% Vergasung a. Neubildg. + Vergasung	13,4	11,9						

+) Elementaranalyse wegen des hohen S-Gehaltes höchstwahrscheinlich falsch

MTS 3

Hochdruckversuche
Lu 558.

19. März 1943. Hg/Le.

Verarbeitung von Primärbitumen auf Schweröl.

Nachdem sich gezeigt hatte¹⁾, dass die zweistufige Verarbeitung von Steinkohle über Primärbitumen auf Benzol und Mittelöl vor allem bezüglich der Vergasung ungünstigere Ergebnisse liefert als die direkte Kohlehydrierung, wurde das Bitumen aus schlesischer Steinkohle versuchsweise im geraden Durchgang gefahren. Diese Fahr-

Verarbeitung von Primärbitumen auf Schweröl.

Nachdem sich gezeigt hatte¹⁾, dass die zweistufige Verarbeitung von Steinkohle über Primärbitumen auf Bensen und Mittelöl vor allem bezüglich der Vergasung ungünstigere Ergebnisse liefert als die direkte Kohlehydrirung, wurde das Bitumen aus schlesischer Steinkohle versuchsweise im geraden Durchgang gefahren. Diese Fahrweise liess etwas günstigere Ergebnisse erwarten, da es möglich erschien, hierbei höhere Temperaturen anzuwenden, ohne mit der Vergasung die Wirtschaftlichkeitsgrenze zu überschreiten.

Um die Einspritzung pumpfähig zu machen, musste mit Abschlagsrückführung 1:0,5 und ausserdem mit Rückführung von Mittelöl 1:0,4 gearbeitet werden. Da der Ofen ruhig lag, konnte die ausserordentlich hohe Reaktionstemperatur von 492° eingestellt werden. Vermutlich ist die Reaktionsträgheit u. a. darauf zurückzuführen, dass die Zühigkeit des Ofeninhaltes keine hohe Kontaktkonzentration entstehen lässt. Deshalb wurden auch verhältnismässig hohe Kontaktmengen (2,0 % Eisen-Grüdealkal. + 0,2 % Sulfigran) angewendet.

Der Versuch verlief im wesentlichen störungsfrei. Es wurde die Leistung 0,8 bei 15,9 % Vergasung erzielt (s. anliegende Tabelle), wobei der Ölgewinn zu 47 % aus Schweröl bestand. Das Abstreifer-schweröl ist wesentlich weniger viskos als das aus Steinkohle (s. Tabelle 2), in den übrigen Heizöleigenschaften sind beide Produkte identisch.

Nachstehend wird die zweistufige Arbeitsweise mit der direkten Kohlehydrirung auf Schwerölüberschuss (alles bei 600 atm) verglichen.

	Stufe I Extrakt.Hy- drirung	Stufe II Hydr.v.Primär- bitumen	Stufe I + II	Direkte Kohlehydrirung auf 95% Schwer- öl u. Ölgen.
Es entstehen aus	1000 kg HK	637 kg Primärbit.	1000 kg HK	1000 kg HK
Bensen	53	80	133	134
Mittelöl	108	182	290	301
Schweröl	-	233	233	235
Primärbitumen	637	-	-	-
Ölgewinn gesamt	161	495	656	670
Ölgewinn-Leistung	0,155	0,811	0,473	0,40
Vergasung a. Ölgew.+Verg. %	34,5	15,9	20,1	20,0

1) Zusammenstellung 207161 Hh v. 27.10.42.

Durch die zweistufige Verarbeitung der Steinkohle auf Heizöl stellen sich also bestenfalls praktisch dieselben Ergebnisse ein wie bei der direkten Kohlehydrierung auf 35 % Schweröl. Die direkte Hydrierung, die bessere Möglichkeiten zur Änderung der Ölgewinntverteilung bietet, dürfte daher auch bei der Schwerölfahrweise vorzuziehen sein.

gez. Hupfer.

Tabelle 1.

Primärbittumen aus schlesischer Steinkohle
gefahren auf Schwerölüberschuss.

Druck		atm	600
Kontakte	8802 (Eisen-Grade alkal.) a. Frischöl	%	2,0
	6703 (Sulfigran)	"	0,2
Rückführung	Frischöl: Mittelöl		1 : 0,4
	Frischöl: Abschläm		1 : 0,5
Temperatur	Schlange	°C	460
	Ofen	°C	492
	Abscheider	°C	475
Durchsatz	kg Frischöl / Str. Ofenvolumen / Std.		1,04
Gas	cbm / kg Frischöl		3,1
Ofenrührerdrehzahl	/ Min.		40
Rohbilanz	aus/ein		99,7
Ausbeute	aschefrei auf Reinfischöl + H ₂ -Verbrauch	%	99,0
Prakt. Ölgewinnt	auf Reinfischöl	%	77,8
darin	Benzin -200°	%	16,2
	Mittelöl 200-325°	%	36,8
	Schweröl	%	47,0
Prakt. Ölgewinnt - Leistung			0,811
Vergasung	a. prakt. Ölgewinnt + Vergasung	%	15,9
Vergastes	C i. C des Frischöls	%	3,8
davon als	CO	%	0
	CO ₂	%	0
Festeabbau	(Benzol)	%	90,4
	(Tetralin-Kressol)	%	80,6
Asphaltabbau		%	93,0
Neuabschlamm	a. Frischöl	%	17,7
Wasserneubildung	a. Frischöl	%	2,9
Ofen			451
Tag			11., 14. u. 15. 12. 42

Tabelle 2.

Heizöleigenschaften.

Schweröl über 225° aus Abstreifer + Schwelöl.

		aus Primärbitumen	aus schlesischer Steinkohle ¹⁾
spez. Gewicht/50°		1,048	1,047
Stockpunkt	°C	+ 5	+ 5
Flammpunkt	°C	185	182
Brennpunkt	°C	225	226
Kokstest	%	2,0	1,4
n-Asphalt	%	0,9	2,3
Asche		Spuren	Spuren
Viskosität °E/50°		9,10	18,3

1) K 1197.

FIFTH PAGE

Vorläufige Stellungnahme zum Bericht von Harig-
werke: Bitte über Versuche zur Erhöhung der
Schweißgeschwindigkeit durch Zugabe von Schwefel.

Present title on the report of the hydrogen-
ation work. Write about desired result in
increasing the low temperature carbonization
yield in terms of sulfur addition.

Erz. No. 774 - 783

20.3.1943.

Herrn Betr. Dir. Dr. U r b a n

Betr.: Yarläufige Stellungnahme zum Bericht der Hydrierwerke Pölitz über Versuche zur Erhöhung der Schwelausbeute durch Zugabe von Schwefel.

Im April 1942 wurden auf Grund von Angaben der Hydrierke Pölitz von unserem Hauptlaboratorium Versuche gemacht, die Ölausbeute beim Schwelen von Schleuderrückständen bei 500°C mit und ohne Zugabe von Schwefel zu erhöhen. Es wurden 5 verschiedene Schleuderrückstände bei 500°C mit und ohne Zugabe von 0,6% Schwefel in der abgedichteten Fischerretorte (Einstropfen des Schwelgutes in die 500°C heiße Retorte) geschwelt. Die Ölausbeuten waren folgende:

Schleuderrückstand	Ohne S	Mit S
I	79,8%	76,0%
II	82,8%	79,0%
III	71,6%	71,0%
IV	73,5%	73,3%
V	81,5%	82,0%

Diese Ergebnisse, die eine Schwelölausbeuteerhöhung durch Schwefelzugabe für unseren Schleuderrückstand keineswegs bestätigen, wurden von uns in einem Schreiben vom 23.4.42 an die Hydrierwerke Pölitz mitgeteilt. Als Antwort erhielten wir am 22.5.42 ein Schreiben von Pölitz, aus welchem wir entnehmen, daß zur Verschmelzung des Schleuderrückstandes ein Gemisch von Schwefel, Sulfigran und Soda, und zwar je Komponente 0,3%, zugegeben wird.

Eine von uns daraufhin mit den angegebenen Zusätzen durchgeführte Versuchsserie mit 10 verschiedenen Schleuderrückständen ergab die folgenden Ölausbeuten:

Schleuderrückstand	ohne Kontakt	mit Kontakt
I	78,5%	79,5%
II	79,8%	82,8%
III	79,6%	80,4%
IV	80,6%	80,6%
V	82,0%	83,6%
VI	82,4%	83,0%
VII	83,3%	83,3%
VIII	81,1%	81,9%
IX	84,0%	84,8%
X	78,3%	78,3%

-275

Im Mittel

80,92%

81,92%

-2-

- 2 -

Es konnten also auch bei Verwendung des Schwefel-Sulfigran-Soda-Kontaktes keine nennenswerte Ausbeuteerhöhung festgestellt werden.

Auf Grund des uns von der I.G.Lu. zugeleiteten zusammenfassenden Berichts über die Schwelversuche in Pölitz vom 14.12.42 wurden bei uns neuerdings nochmals eine Reihe von Versuchen durchgeführt (vgl. Aktennotiz unseres Hauptlaboratoriums vom 15.3.43). Die von Pölitz festgestellte Beobachtung, daß H_2S eine noch etwas bessere Wirkung auf die Ölausbeuteerhöhung haben soll, als Schwefel, und die Wahrscheinlichkeit, daß der als Kontakt zugesetzte Schwefel bei der Schwelung ebenfalls als H_2S wirksam wird, veranlassten uns, den Einfluss der Zugabe von H_2S bei der Schwelung in der Fischerretorte festzustellen. Es wurde derselbe Schleuderrückstand unter Zusatz von steigenden Mengen H_2S -Gas in der Fischerretorte verschwelt und dabei die folgenden Ölausbeuten gefunden:

Normalschwelung:	72,2% Ölausbeute
Schwelung unter Zugabe von 0,15 Gew.% H_2S	73,0% "
Schwelung unter Zugabe von 0,35 Gew.% H_2S	73,0% "
Schwelung unter Zugabe von 1,4 Gew.% H_2S	73,2% "

Die Ergebnisse zeigen, daß auch durch Zugabe von H_2S -Gas zu unserem Schleuderrückstand keine nennenswerte Erhöhung der Schwelölausbeuten eintritt.

Die Tatsache, daß Pölitz bei den Versuchen gleichzeitig unter Zugabe von H_2O -Dampf arbeitete, die zugesetzten Dampfmenge aber, wie aus dem Bericht hervorgeht, nicht genau erfasst hat, gaben uns Veranlassung, einmal die Einwirkung von steigenden Mengen auf 400°C überhitzten Wasserdampf auf die Ölausbeuten festzulegen. Wie zu erwarten war, ergibt sich eine sehr beachtliche Zunahme der Schwelölausbeuten bei erhöhtem Durchsatz von Wasserdampf (vgl. Figur I):

Normalschwelung:	72,2% Ölausbeuten
Schwelung unter Zugabe von 7 Gew.% H_2O -Dampf	74,9% "
Schwelung unter Zugabe von 25 Gew.% H_2O -Dampf	79,5% "
Schwelung unter Zugabe von 70 Gew.% Wasserdampf	82,8% "

Es läßt sich also durch bloße Steigerung der Dampfmenge eine Ausbeuteerhöhung beim Schwelen erreichen, die der von Pölitz durch Schwefel

- 3 -

- 3 -

bzw. H_2S -Zugabe unter gleichzeitiger Einwirkung von H_2O -Dampf gleichkommt.

782

bzw. H_2S -Zugabe unter gleichzeitiger Einwirkung von H_2O -Dampf gleichkommt.

Wie die folgenden Untersuchungsergebnisse zeigen, besteht allerdings die Möglichkeit, daß man bei gleichzeitiger Zugabe von Kontakt und überhitztem H_2O -Dampf die Ölausbeuten beim Schwelen gegenüber denjenigen bei alleiniger Zugabe derselben überhitzten Wasserdampfmenge noch erhöhen kann (vgl. Figur II):

- 1) Schwelung unter Zugabe von 5 Gew.-% H_2O -Dampf: 74% Ölausbeute
- 2) Schwelung unter Zugabe von 5 Gew.-% H_2O -Dampf + 1,4% H_2S -Gas : 77,0% "
- 3) Schwelung unter Zugabe von 5 Gew.-% H_2O -Dampf + 0,3 Gew.-% S + 0,3 Gew.-% Sulfigran + 0,27 Gew.-% Na_2CO_3 : 78,5% "
- 4) Schwelung unter Zugabe von 7 Gew.-% H_2O -Dampf: 74,9% "
- 5) Schwelung unter Zugabe von 7 Gew.-% H_2O -Dampf + 0,35 Gew.-% H_2S -Gas : 79,5% "
- 6) Schwelung unter Zugabe von 37 Gew.-% H_2O - " : 81,0% "
- 7) Schwelung unter Zugabe von 37 Gew.-% H_2O - " + 0,35 Gew.-% H_2S -Gas : 84,0% "

Es ist aber, wie aus Figur II ersichtlich ist, möglich, diesen durch die Zugabe der Kontakte bedingten Mehrgewinn von Öl durch bloße Erhöhung der Wasserdampfmenge ebenfalls zu erreichen. So braucht man beispielsweise anstelle der unter 2) zugegebenen Menge von 1,4 Gew.-% H_2S -Gas den Wasserdampf von 5 auf 18% zu steigern, oder anstelle der unter 3) angeführten Zugabe von 0,3 Gew.-% Schwefel + 0,3 Gew.-% Sulfigran + 0,27 Gew.-% Soda die Wasserdampfmenge von 5 auf 20% zu erhöhen, um die gleichen Ölausbeuten zu erreichen.

Zusammenfassend läßt sich sagen, daß die mit Schelvenner Schleuderrückstand durchgeführten Versuche folgende Ergebnisse gezeigt haben:

- 1) Eine nennenswerte Erhöhung der Schwelölusbeuten trifft bei Zugabe von Schwefel oder von Schwefel + Sulfigran + Soda oder von Schwefelwasserstoffgas zum Schleuderrückstand nicht zu.
- 2) Die Erhöhung der beim Schwelprozess zugegebenen Wasserdampfmenge bringt eine beachtliche Steigerung der Ölausbeuten.
- 3) Die bei gleichzeitiger Zugabe von H_2O -Dampf und Schwefelkontakten noch zusätzlich erzielte Mehrausbeute kann auf einfacherem und billigerem Wege durch Erhöhung der Wasserdampfmenge erreicht werden. Hierzu sei erlæuternd noch bemerkt, daß für die Schelvenner Verhältnisse bei einem Anfall von ca. 500 tates Schleuderrückstand nach den Pöhlitzer Angaben an Kontakt folgende Mengen

gebraucht wurden:

0,3 Gew.-% Schwefel	= 1,5 t/Tag,	entsprechend	112,50 RM
0,3 " Sulfigran	= 1,5 t/Tag,	"	45,-- "
0,27 " Soda	= 1,35t/Tag,	"	111,37 "
	Sa =		269,87 RM/Tag

Demgegenüber beträgt der Mehraufwand für die äquivalente Menge H_2O -Dampf 20% - 5% = 15% H_2O -Dampf = 75 Tonnen/Tag, entsprechend 206,25 RM

Es ist beabsichtigt, diese Versuchsergebnisse demnächst durch Betriebsgroßversuche, bei denen die seither übliche Zugabe von 150 kg Dampf/Schmelofen und Stunde (= ca. 5 Gew.-%) wesentlich erhöht werden wird, zu überprüfen und zu gegebener Zeit darüber zu berichten.

gebraucht wurden:

0,3 Gew. % Schwefel	= 1,5 t/Tag, entsprechend	112,50 RM
0,3 " Sulfuran	= 1,5 t/Tag, "	45,-- "
0,27 " Soda	= 1,35t/Tag, "	<u>111,37 "</u>
	Sa =	269,87 RM/Tag

Demgegenüber beträgt der Mehraufwand für die äquivalente Menge H_2O -Dampf 20% - 5% = 15% H_2O -Dampf = 75 Tonnen/Tag, entsprechend 206,25 RM

Es ist beabsichtigt, diese Versuchsergebnisse demnächst durch Betriebsgroßversuche, bei denen die seither übliche Zugabe von 160 kg Dampf/Schmelofen und Stunde (= ca. 5 Gew.%) wesentlich erhöht werden wird, zu überprüfen und zu gegebener Zeit darüber zu berichten.

Buer-Scholven, den 20.3.1943 Pa.-

gez. Unterschrift

Dr. Jost
Ex Dr. Urban
Dr. Schmidt
Dr. Salzer

TITLE PAGE

9. Isolierung und Bestimmung von Coronen in Hydrier-
Rückständen.
Isolation and determination of coronen in
hydrogenation residues.

page nos. 784

(9)

Isolierung und Bestimmung von Coronen
in Hydrier-Rückständen.

Die Identifizierung geringer Mengen Coronen in Hydrier-Rückständen ist deshalb erschwert, weil sich im Siedebereich des Coronens Harze und Asphalte befinden.

Aus diesem Grunde ist die Isolierung des Coronens als Molekülverbindung mit, als Pikrat, das in reinem Zustand sehr schwer löslich ist, fast ergebnislos, weil Harze und Asphalte die Kristallisation verhindern.

Am besten kommt man bei der Bestimmung des Coronens weiter, wenn man feststofffreie Hydrierrückstände (X_{700} u. ca. $>400^\circ$) im Vakuum bei ca. 1 mm fraktioniert destilliert. Nach einem Verlauf von rötlichem Harz (X_{700} u. ca. $230-250^\circ$) fällt bei X_{710} u. ca. 320° bei Vorhandensein von Coronen eine Fraktion an, die s. Teil kristallin erscheint. Durch Anreiben dieser Fraktion mit Benzol oder Aceton fällt das Coronen hieraus fast quantitativ an.

Man kommt auch zuweilen ohne Destillation aus, wenn man die Hydrierrückstände bei ca. 400° raffinierend hydriert. Hierbei werden die das Coronen begleitenden hochmolekularen Kohlenwasserstoffe hydriert. Das Coronen, das in dehydrierter Form verbleibt, fällt dann in dem wasserstoffreichen Reaktionsprodukt fast quantitativ an, besonders nach Verdünnen mit der ca. 7-fachen Menge Cyclohexan.

Bei Hydrierrückständen, die Coronen und keine "Asphalte" enthalten, fällt das Coronen bereits durch einfaches Verdünnen mit Benzol aus.

gez. Boente.

21.2.43

TITLE PAGE

10. Natriumsulfidherstellung.
Sodium sulfide production.

Frame Nos. 785 - 786

(10)

Das in der Sumpfphasehydrierung eingesetzte Sulfigran ist ein wasserfreies Natriumsulfid in einer Körnung unter 3-mm und wird bisher nur in I.G. Leverkusen und Wolfen in einer Menge von ca. 6 000 Jato erzeugt. Alles übrige Natriumsulfid wird als Natriumsulfid, kristallisiert mit 30 - 32 % Na₂S oder als Natriumsulfid, geschmolzen mit 60 - 62 % Na₂S erzeugt. Die nach dem Brief des Gebechem viel höher angegebenen Produktionsmengen an Natriumsulfid der einzelnen Erzeugerstätten im Vergleich zu den im Schreiben Dr. Wurster vom 11.3.43 an Gebechem und unserer Zusammenstellung vom 6.3.43, 212031, erklären sich dadurch, daß hier die Menge Handelsware Telquel angegeben ist.

gez. Gieg

Wurster

22.3.1943 Gg/Pu

lung 2031	n/Brief Gebechem vom 11.3.43 Jato	Na ₂ S Telquel
Gesamt Na ₂ S 100%ig		
10 000	22 000 = 4 000 Sulfigran 18 000 30%iges	
1 380	4 000 = vorw. 30%iges	
2 880	12 400 ?	
1 040		
-	8 400 = Mischg. 30 & 60%iges	
-	3 900 ?	
-	4 200 ?	
840	6 000 ?	
-	2 400 = Mischg. 30 & 60%iges	
-	900 = 30%iges	
-	1 200 =	
-	2 200 ?	
16 340	67 600	

Hochdruckversuche
zu 558

22.3.1943 Gg/Pu

Na₂S-Produktion

	n/Schreiben Dr. Wprster v. 11.3.43 an Gebechen		n/Zusammensetzung vom 6.3.43, 212031		n/Brief Gebechen vom 11.3.43	
	Prod.	Kap.	Sulfigran	Na ₂ S 100%ig	Gesamt Na ₂ S 100%ig	Na ₂ S Teilquel
I.G.-Leverkusen	6 000	9 000	4 000	6 000	10 000	22 000 = 4 000 Sulfigran 18 000 30%iges
I.G.-Hüchst	-	-	-	1 580	1 580	4 000 = vorw. 30%iges
I.G.-Wolfen	900	3 600	1 920	960	2 880	12 400 ?
I.G.-Lu	-	-	-	1 040	1 040	-
Kali-Chemie Berlin	4 260	4 560	-	-	-	8 400 = Mischg. 30 & 60%iges
Zschimmer & Schwarz, Chemnitz	900	1 800	-	-	-	3 900 ?
Goldschmidt, Mannheim-Rheinlan	960	2 160	-	-	-	4 200 ?
Titan-Ges., Leverkusen	1 200	3 600	-	840	840	6 000 ?
Anhalter Salzwerte, Leopoldshall	1 200	1 500	-	-	-	2 400 = Mischg. 30 & 60%iges
Chem. Werke, Schönebeck	300	720	-	-	-	900 = 30%iges
Pommerensdorf, Stettin	360	1 500	-	-	-	1 200 = "
Moosbierbaum	-	-	-	-	-	2 200 ?
	<u>16 080</u>	<u>28 440</u>			<u>16 340</u>	<u>67 600</u>

TITLE PAGE

II. Über die chemische Zusammensetzung der Vorheiz-
erverkrustungen.
The chemical composition of the crusts forming
on the preheaters.

Frank. Nos. 787 - 789

Hochdruckversuche
Lu 558

22. März 1943 Rk/Fu

Über die chemische Zusammensetzung der Vorheizerverkrustungen.

(Referat auf der Erfahrungsaustauschbesprechung am 22. III. 1943
in Ludwigshafen)

An den Verkrustungen der Vorheizerrohre ließ sich eine deutliche
Schichtenstruktur unterscheiden, wobei die verschiedenen Schichten
aus verschiedenen Fahrperioden stammen mögen. Die Gelsenberg-Kruste
wurde in 3 Schichten unterteilt, wobei mit Äußerer Schicht die der
Rohrwand direkt benachbarte gemeint ist.

Beschreibung des Befundes:

- 1) Äußere Schicht: 1 mm starke schwärzlich graue Masse vom
spez. Gewicht 5,2 (Eisenkies bzw. FeS hexagonal
spez. Gewicht 4,8), praktisch homogen
- 2) Mittlere Schicht: 3,5 mm starke graue, sehr harte Masse,
die mit wohl ausgebildeten, messingfarbenen Kristallen
durchsetzt war. Spez. Gewicht 4,8.
- 3) Innenschicht: 8 mm starke schwarze inhomogene Masse, weniger
hart wie die anderen beiden Schichten. Gemisch von Koks
mit kristallinen Bestandteilen. Spez. Gewicht 3,9 weist
auf Gemisch mit Koksanteilen hin.

Die Metallwand erwies sich in $\frac{1}{2}$ - 1 mm Dicke als brüchig und macht
einen stark korrodierten Eindruck.

Die chemische Analyse der Schichten der Gelsenbergkruste (siehe
Tabelle) zeigt, daß der Hauptteil der Krusten Fe und S ist, welche
Stoffe im Falle der mittleren und inneren Schicht etwa im Gewichts-
verhältnis der Verbindung FeS auftreten.

Eine auffallende Erscheinung ist ein Gehalt der Krusten an W, Mo,
V, Cr, welche Metalle aus dem Rohrmaterial stammen. Ihre Menge
nimmt von außen nach innen ab.

Im Gegensatz dazu nehmen die aus der Kohle und den Katalysatoren
stammenden Bestandteile Ti, Al, Ca und natürlich C von außen nach
innen zu. Die Anwesenheit der Metalle W, Mo, V, Cr weist darauf hin,
daß von der angegriffenen Metalloberfläche her vielleicht eine
Diffusion in fester Phase stattgefunden hat.

Die Untersuchung der Kruste Pölitze neben FeS zeigt im Gegensatz dazu
nur Spuren der genannten Metalle, sodaß hier etwas andere Verhält-
nisse vorzuliegen scheinen. Auch der Titangehalt ist bei Pölitze
wesentlich kleiner als bei Gelsenberg. Herr Dr. Wissel weist darauf
hin, daß bei einer Schichtunterteilung der Pölitzer Kruste die bei
Gelsenberg gefundenen Verhältnisse bezüglich Auftreten der genannten
Metalle nicht gefunden wurden.

Für die Klärung der Frage, ob das Eisen der Kruste aus dem Rohr-
material, der Kohle oder den Katalysatoren stammt, scheidet infolge
zu geringer Wandstärkeabnahme das Rohrwandmaterial von vornherein
als wesentlich aus. Das Verhältnis von Fe zu Titan in der Kruste

und der einzelnen eisenhaltigen Substanzen könnte unter Umständen einen Hinweis geben.

		Fe : Ti
Ruhrkohlenasche	:	51 : 1
FeSO ₄ · 7 H ₂ O	:	90 : 1
Bayermasse	:	8,1 : 1

Bei Annahme von 4 % Asche in der Kohle und Zusatz von 1,2 % FeSO₄ · 7 H₂O und 1,5 % Bayermasse verhalten sich in der genannten

Reihenfolge die eingebrachten Eisenmengen wie 0,61 : 0,23 : 0,42. Falls es sich um Absätzen und nachheriges Sulfidieren der Bayermasse handeln würde, müßte ein verhältnismäßig hoher Ti-Gehalt in der Kruste auftreten. Jedoch weist die innere Schicht der Gelsenbergkruste das Fe:Ti-Verhältnis von 56:1 auf. Nach der Meinung des Referierenden stammt deshalb das FeS der Kruste am wahrscheinlichsten aus dem Eisensulfat oder der Kohle, deren Fe:Ti-Verhältnis dem Fe:Ti-Verhältnis der Kruste sehr nahe kommen. Da bei 300 atm-Steinkohlhydrierung (Snox und Chlor) in Scholven solche Absetzungen nicht auftreten, andererseits weder in Leuna noch in Wesseling Absetzungen bei Raseneisenerz bzw. Bayermasse als Katalysator beobachtet wurden und außerdem beim Extraktionsversuch Lu mit FeSO₄ · 7 H₂O allein ähnliche Absetzungen auftraten, besteht die Möglichkeit, das FeSO₄ als Ursache anzusprechen.

Pölitz hat bereits bei Umlaufschlammung des Katalysatorgemisches FeS-Bildung beobachtet.

gez. Rank

Verkrustung	Gelsenberg			Pölitze	z. Vergl. N 10 Material
	Äußere Schicht	Mittlere Schicht	Innere Schicht		
% Gos. Schwefel	-	-	-	33,8	0,011
" Sulfid S	11,2	31,0	22,8	33,8	-
" Fe	73,8	60,2	44,3	59,4	-
" W	0,01	0,001	0	0	0,40
" Mo	0,49	0,09	0,13	0,01	0,41
" V	0,97	0,01	0,01	0,01	0,71
" Ti	0,16	0,16	0,67	0,05	-
" Cr	4,36	0,40	0,11	0,004	2,70
" Al	0,18	0,30	3,37	0,33	-
" Ca	0,06	0,17	0,86	0,27	-
" Mg	-	-	-	0,08	-
" Na ₂ SO ₄ + K ₂ SO ₄	-	-	4,6	0,54	-
" Gesamt C	0,87	0,61	5,12	3,49	0,18
" SiO ₂	1,70	0,46	1,63	0,38	0,43
" CO ₂	-	-	-	0,30	-

SECRET

...bericht ...
...nach ...
...hier ...
...erhalten ...

...ent ...
...1943 ...
...er ...
...of ...

... 700 - 703

Kursbericht Schapart anlässlich Erfahrungsaustausch-
besprechung am 22. März 1943.

An Hand der Tabelle 1 wurden die Vorheizer-Verhältnisse in den einzelnen Anlagen erörtert.

Man kann 3 Gruppen unterscheiden:

1. Gruppe: Welheim und Wesseling.

Hier wird das Gesamtprodukt über Wärmeaustauscher gefahren. Von der in den ersten Ofen eingehenden Wärme werden rund 70 % in der Regeneration gewonnen. Wenn dieser Prozentsatz in Leuna bei 200 at Betriebsdruck höher liegt (80-90 %), so hänge dies einerseits damit zusammen, daß bei 200 at die Abschlam-Regeneration (Doppelschlange) einen weiteren Wärme-gewinn bringt; für 700 at müßte zuerst noch ein geeigneter Regenerator geschaffen werden. Andererseits liegen in Leuna die K-Werte der Regeneratoren höher (Geschwindigkeit!).

2. Gruppe: Scholten und Nordstern.

Der Steinkohlebrei bereitet im Gegensatz zum Braunkohlebrei beim Regenerieren Schwierigkeiten, was durch die Eigenschaft des Quellens bedingt ist. Ferner war bei der Projektierung dieser Werke der Wärmepreis im Ruhrgebiet so gering, daß man von dem damals noch fragwürdigen Steinkohlebrei-Regeneration absehen konnte. Man begnügte sich damit, das Eingangsgas allein zu regenerieren, sodaß also nur rund 33 % der gewinnbaren Wärme zurückgewonnen werden.

3. Gruppe: Pölitz und Oberschlesien.

Hier wird Dünnbrei zusammen mit dem Eingangsgas regeneriert. Dickbrei wird getrennt aufgeheizt, die restliche gemeinsame Aufheizung auf die Reaktionstemperatur erfolgt im sogenannten Gemischteil. Etwa über 50 % können nach diesem Verfahren regeneriert werden.

- 2 -

- 2 -

In dieser Gruppe müssen also rund 50 % der Wärme in einem gasbeheizten Vorheizer zugeführt werden. Für Oberschlesien sind dies 13 000 000 kcal/h bei einem Wirkungsgrad von 70 %. Es ist daher immer unser Bestreben gewesen, den Vorheizer zu entlasten, bedeutend 13 000 000 kcal den Heizwert von fast 1,5 to Öl. Bei Beginn der Projektierung der Anlage Oberschlesien betrug der Durchsatz nur 25 t/h. Im Laufe der Zeit stieg der Durchsatz auf 70 t/h an, in erster Linie bedingt durch die Umstellung der Anlage von Bensen auf Bensen + Heizöl.

Ein weiterer Grund zwingt uns die Entlastung des Vorheizers zu betreiben: Die hohe Beanspruchung des NiO-Materials. Die Tabelle zeigt die Wandtemperatur der Werke Nordstern, Pölitz und Oberschlesien in neuem und verkrusteten Zustand. Während für Nordstern effektive Verkrustungen von 8-10 mm Stärke an Grunde liegen, wurde für Oberschlesien mit einer Krustenstärke von 5 mm gerechnet, wobei eine Durchsatzsenkung von rund 25 %, wenn man die Wälgaseintrittstemperatur nicht steigert, vorgenommen werden muß. Es kann natürlich nicht gesagt werden, in welcher Zeit eine solche Kruste sich bildet. Es ist daher eine Überprüfung des Vorheizers Oberschlesien dringend notwendig.

Fall 1 zeigt den Vorheizer Oberschlesien, wie er nach dem derzeitigen Stand erstellt wird.

Fall 2 zeigt die Wirkung der Konzentrationserhöhung von Dünn- und Dickbrei. Es dürfte dies in geringem Maße möglich sein, nachdem der Turbomischer sich in Pölitz gut bewährt hat. Es tritt zwar eine starke Belastung der Regeneration ein: 52 to/h gegenüber 43,7 to/h, die Regenerationsaustrittstemperatur fällt aber stark ab, sodaß im Gemischteil infolge der kleineren Temperaturdifferenz mehr Haarnädeln benötigt werden, was eine starke Erhöhung der Druckdifferenz bedingt. Diese Maßnahme ist daher nur in Verbindung mit einem Gasregenerator möglich. Siehe den Fall 4.

- 3 -

Fall 3 zeigt die Wirkung der Fahrweise mit Kaltbrei, die sich in Nordstern bewährte. Man wird den Kaltbrei nicht, wie im Schema gezeigt, aus dem Vorheizer wegnehmen, sondern mit einer Pumpe direkt dem Ofen II zuführen, evtl. in einer Haarnadel leicht aufheizen. Bei etwas erhöhter Temperatur ist vielleicht eine höhere Einspritzung möglich.

Fall 4 zeigt die günstige Wirkung eines Gasregenerators. Es tritt ein beträchtlicher Wärmegewinn ein, die Breieintrittstemperatur in der Regeneration liegt mit 141° höher als im Fall 1 (100°), was unter Umständen aus Viskositätsgründen wichtig sein kann. Aus Gründen der Einfachheit wurde der Kaltbrei beibehalten. Die Gashaarnadeln kommen in Wegfall, wodurch das Schema einfacher wird.

Fall 5 ist in der Tabelle 2 wiedergegeben. Vor die 4 Betriebsöfen wird ein "Vorheizofen" eingebaut. Der Vorheizer heizt nicht mehr auf 425° sondern nur noch auf 400° auf. Es ist auf Grund der Nordstern-Ergebnisse (siehe Tabelle 1) anzunehmen, daß der Ofen bei noch tieferer Temperatur anspringt (390°). Der Vorheizer wird nun durch das Abschneiden der Temperaturspitze $400 \rightarrow 425^{\circ}$ stark entlastet. Der Vergleich ist direkt mit dem Fall 1 durchgeführt, sodaß also die Wirkung des Vorheizofens sich nur in der Absenkung der Wälgastemperatur zeigt; sie beträgt 60° und zwar von 600 auf 540°C .

Der Einführung eines solchen Ofens stand bisher die Verknappung der Hochdruckhohlkörper entgegen; es war früher auch nicht hinreichend bekannt, bei welcher tiefer Temperatur der Ofen I noch anspringt. So glaubte man mit 425° die tiefste mögliche Temperatur gewählt zu haben, bis die Nordstern-Fahrweise bekannt wurde. Wenn man nur den direkt ersichtlichen geldlichen Gewinn betrachtet, den dieser Vorheizer bringt, so sind es rund 1 400 000 kcal/h, entsprechend 50 000 RM/Jahr bei einem Wärmewert von 0,5 Pfennig/1000 kcal. Wollte man die hohe Wälgaseintrittstemperatur von 600° beibehalten, so könnte man etwa 8 Haarnadeln einsparen, sodaß also auch einsparmäßig

betrachtet die Einführung des Vorheizofens nicht schwerwiegend ist, zumal ja auch die Ersparnis der Wärmemenge irgendeiner Eisenmenge für die Kraftgaserzeugung entspricht.

In der weiteren Spalte der Tabelle ist der Fall durchgerechnet, der alle bisherigen Verbesserungsmöglichkeiten enthält, also

- 1.) eine geringe Konzentrationserhöhung
- 2.) Kaltbrei
- 3.) Gasregenerator
- 4.) Vorheizofen.

Außerdem wurden einige andere Verbesserungsmöglichkeiten wahrgenommen, die in ihrer Auswirkung natürlich nicht die des Vorheizofens erreichen:

- 5.) Verringerung der Gasmenge
- 6.) Schaltung des heißen Teils des Vorheizers statt im Gleichstrom (aus Gründen der Wandtemperatur).

In Bild 5 ist nun das Schema nach dem jetzigen Stand dem Schema gegenübergestellt, das sämtliche Verbesserungsmöglichkeiten enthält. Die eingekreisten Zahlen beziehen sich auf die Nummern der einzelnen Maßnahmen.

Bild 6 zeigt die dazu gehörigen Temperaturbilder. Man kann also sowohl mit der Wälzgaseintrittstemperatur stark herunter gehen, als auch etwa 10 Haarnadeln sparen. Macht man von der Einsparung der Haarnadeln keinen Gebrauch, so würden die Haarnadeln nochmals entlastet werden.

Bemerkenswert ist die Einsparung an Wärme im Betrag von etwa 7 000 000 kcal/h (bei $\eta = 70 \%$); auch der Widerstand der Kammer geht zurück. Eine genaue Untersuchung zusammen mit Oberschlesien kann erst ergeben, welche der vorgeschlagenen Maßnahmen zweckmäßig durchgeführt werden sollen.

gez. Schappert

NAVY

TITLE PAGE

13. Entlactun/ for ...-Vorheizer.
Reducing the steam of the ... phase pre-
heaters.

... ..

I. Man verstärkt die Regenerationsleistung

- 1.) durch Einbau eines Gasregenerators; man kann das gesamte Eingangsgas auf 200° aufheizen, wodurch die Gashaarnadeln in Wegfall kommen. Wärmegewinn: 3 000 000 kcal/h oder 150 000 kWh/Jahr und Kammer, sodass der zusätzliche Regenerator in kürzerer Zeit als 1 Jahr amortisiert ist.
- 2.) Erhöhung der Konzentrationen von Dünn- und Dickbrei, wodurch bei gleichem Kohledurchsatz die Dickbreimenge zurückgeht. Herr Dr. Wissel glaubt, dass es auf Grund der Pöhlitzer Erfahrung möglich ist, 41-%igen Dünnbrei zu fahren; gegen das Fahren von Dickbrei mit 53% Konzentration wurden keine Einwände gemacht.
- 3.) Man müsste versuchen, auch für 700 at eine Abschlam-Regeneration einzuführen, wie sie seit Jahren in Leuna (200 atm) in Betrieb ist, wo in Doppelschlangen ein Teil des Eingangsgases gegen den Abschlam regeneriert wird. Da die Abschlamregeneration, insbesondere Brei gegen Abschlam (Vorschlag Josenhans), noch nicht technisch entwickelt ist, sollte man zunächst die im Destillatgasgemisch enthaltene Wärme soweit als möglich ausnützen.

Der in Blechhammer für die Kühlung des Abschlams bereits vorgesehene Wasserdampfkühler stellt eine Umgehung des vorläufig technisch noch nicht gelösten Problems dar. Da in einem solchen Kühler 3 000 000 kcal/h in Form von Dampf gewonnen werden, so wird tatsächlich jener Wirkungsgrad für den Blechhammer-Vorheizser von 52% auf 68% erhöht.

II. Man baut einen fünften Ofen in die Kammer ein.

Bei den Gelsenberg-Kammern zeigte es sich, dass die Vorheizeraustrittstemperatur, die bisher meist bei 425° gehalten wurde, auf 390° gesenkt werden kann, ohne dass die Reaktion „ausgelöscht“ wird. Dabei wird durch die im Ofen sich ausbildende Rückströmung des am Ende des Ofens bereits um z.B. 40° heisseren Produktes das Erreichen der Reaktionstemperatur ausserordentlich beschleunigt. So zeigte sich in Gelsenberg und Pöhlitz, dass von der Gesamtwärmenutzung etwa 50% - 60% entsprechend rd. 3 000 000 kcal/h im ersten Ofen auftreten und dass die max. Reaktionstemperatur von 478° C durchweg bis zum Ende des ersten Ofens erreicht wird. Man wird jedoch aus Sicherheitsgründen die Ofeneintrittstemperatur nicht auf 390°, sondern auf 400° legen. Für den Vorheizser bringt diese Wegnahme der Temperaturspitze von 400° → 425° natürlich eine bedeutende Entlastung. Bei gleicher Haarnadelanzahl lässt sich die Wälzgaseintrittstemperatur z.B. im Falle Blechhammer von 600° auf 540° heruntersetzen, wobei die Rohrwandtemperaturen entsprechend gesenkt werden.

Auch rein wärmenässig betrachtet bringt der fünfte Ofen einen Gewinn:

- 1.) in Gelsenberg (Gasregeneration).
Hier wirkt sich die geringere Kaltgasmenge, die durch die niedrigere Ofeneingangstemperatur benötigt wird, auf die Gasregeneration kaum aus, sodass die der Temperaturdifferenz von 25° entsprechende Wärmemenge voll als

Gewinn zu betrachten ist:

Bei 16 t/h Brei und
30.000 m³/h Eingangs gas und
70 % Vorheizerwirkungsgrad
650.000 kcal/h Wärmegewinn.

2.) in Blechhammer und Pölitz (Dünnbreiregeneration).

Hier wird durch das fehlende Kaltgas die Regenerationsleistung geringfügig kleiner, sodass die der Temperaturdifferenz von 25° entsprechende Wärme nur zu 80 % gewonnen wird. Der Wärmegewinn beträgt für Blechhammer mit dem hohen Durchsatz: 1.600.000 kcal/h.

Es sei noch vermerkt, dass sich unsere Schlussfolgerungen auf die Gelsenberg-Fahrweise auf Fe + Ni stützen, dass jedoch in Blechhammer bei den höheren Durchsätzen der Verarbeitung auf Ni + Ni die Verhältnisse etwas anders liegen können.

III. Kaltbreifahrweise.

Man fährt einen Teil des Breis nicht über den Vorheizer, sondern direkt den Reaktionsraum zu, wobei dieser Kaltbrei ebenso durch die Rücklaufströmung im Ofen auf Temperatur gebracht wird. Diese Kaltbrei-Fahrweise wurde erstmalig in Scholven ausprobiert und hat sich in Gelsenberg seit über einem Jahr gut bewährt. Die früher gehegten Befürchtungen, dass das zu rasche Auf-Temperatur-Bringen des Breis schädlich sei, haben sich in Gelsenberg nicht bestätigt. Es ist allerdings zu bemerken, dass in Gelsenberg ein leichtes Ansteigen des Schwefelüberschusses (Asphalts) zu beobachten war. Für die Heizölfahrweise liegen bis jetzt noch keine Erfahrungen vor, wie die zu erwartende Asphaltvermehrung sich auf die Rückstandsaufarbeitung auswirken wird. Man kann den Kaltbrei auch leicht vorwärmen, z.B. auf 200°, wodurch evtl. die zu fahrende Menge grösser wird. Auch fahrtechnisch bringt diese Fahrweise keine Schwierigkeiten, da bei den grossen Durchsätzen ohnedies eine Aufteilung der Breipressen notwendig ist.

Der verringerten Kaltgasmenge entsprechend wird sowohl Umlaufpumpenenergie als auch Kühlwasser im Gemischkühler eingespart.

In Anlage II ist nun das Schema nach dem jetzigen Stand (oberes Bild) dem Schema gegenübergestellt, das die oben ange-deuteten Verbesserungsmöglichkeiten enthält (unteres Bild). Die eingekreisten Zahlen beziehen sich auf die einzelnen Massnahmen.

Anlage III zeigt die dazugehörigen Temperaturbilder. Man kann also die Wälzlagentemperatur stark absenken und dabei noch 10 Haarnadeln einsparen. Würde man den Vorheizer voll bestücken, also auf die mögliche Einsparung verzichten, dann würden Wälzlagentemperatur und damit auch die Haarnadeltemperaturen nochmals stark zurückgehen. Bemerkenswert ist die Verringerung des Wärmebedarfs um 7.000.000 kcal/h (bei 70 %); auch der Widerstand der Kammer geht bei Einsparung der Haarnadeln zurück.

Es soll zusammen mit Blechhammer eine genaue Untersuchung durchgeführt werden, welche der vorgeschlagenen Massnahmen noch möglich sind.

Eine Überprüfung hat ergeben, dass im Laufe von etwa 15 Monaten die für die Werke Gelsenberg, Pölitz und Blechhammer in Frage kommenden rd. 20 Grenzmittel beschafft werden könnten. Zzt. wird ein Fernplan ausgearbeitet (Dernbach). Auch die Beschaffung der Einätze macht keine Schwierigkeiten, wobei man sogar daran denken könnte, von Sonderstahl abzusehen und für die Zwischenzeit S₂-Material zu verwenden, wie das in Leuna und Weiheim heute schon gemacht wird.

B.) Chemische Massnahmen.

Im weiteren Verlauf wurden chemische Massnahmen besprochen, welche von Seiten des Betriebes her getroffen werden könnten, um die Krustenbildung zu verhindern bzw. zu vermindern. Die Zusammensetzung der Gelsenberger Krusten (siehe Anlage IV) zeigt neben Fe als Hauptbestandteil geringe Gehalte an W, Mo, V und Cr, welche aus dem Rohmaterial stammen und deren Mengen mit grösserer Entfernung von der Rohrwand her abnehmen. Bei den Pölitzer Krusten treten diese Metalle in viel geringeren Mengen auf. Die innere Rohrwand zeigte sich bei Gelsenberg in Dicke von 1/2 bis 1 mm stark zerstört und brüchig. Möglicherweise hat eine Diffusion in fester Phase stattgefunden. Die Bestandteile Ti, Al, Ca und C, welche aus der Kohle bzw. den Kontakten stammen, nehmen in der Kruste von aussen nach innen zu. Unter Umständen kann das Fe:Ti-Verhältnis in den Krusten in Beziehung zu dem Fe:Ti-Verhältnis der Kohlasche und den Katalysatoren Anhaltspunkte dafür geben, welche dieser Substanzen für die Krustenbildung in erster Linie verantwortlich zu machen ist. Es scheinen die Fe-Kontakte dabei die Hauptrolle zu spielen. Bei der 300 atm Steinkohlhydrierung mit SnO₂ und Chlor traten bisher solche Krusten nicht auf bzw. bewegten sich in der Grössenordnung von 1 mm Dicke. Weder Leuna noch Wesseling (Raseneisenerz bzw. Bayermasse) haben bisher solche Absetzungen beobachtet. Dagegen beobachtete Ludwigshafen selbst bei Verwendung von FeSO₄ allein (Extraktionsversuch) Krustenbildung von FeS.

Möglicherweise ist Eisen, besonders FeSO₄ bzw. das Zusammenwirken von FeSO₄ und Fe₂S₃, die Hauptursache der Vorheizerverkrustungen. Als Massnahme käme eine Änderung der Art der Kontaktzugabe in Frage, wobei einerseits die Aufgabe der Kontakte auf die Kohle überprüft werden müsste und andererseits die Kontaktzugabe erst hinter den Vorheizer am Ofeneingang in Frage käme. Pölitz will die Möglichkeit prüfen, Fe₂S₃ bzw. die Fe-Kontakte selbst erst im Ofen zuzugeben. Die chemische Auswirkung einer solchen Massnahme ist vorerst nicht voraussehen. Ein weiterer Weg wäre die Verwendung z.B. von Fe-Grude als Ersatz für die bisherigen Katalysatoren. In Ludwigshafen werden Versuche zur Klärung dieser Fragen gemacht werden.

Eine andere Maßnahme, den Vorheizler zu entlasten, wäre die Senkung der Gasmenge in der Vorheizung. Zum Beispiel wurde beim Extraktionsversuch Ludwigshafen die Gasmenge bis auf 0,55 m³/kg Brel gesenkt. Zu prüfen wäre, wie weitgehend eine Senkung der Gasmenge ohne Beeinträchtigung der ruhigen Lage der Ofen und des Reaktorablaufes möglich ist, bzw. ob und auf welche Art ein Teil des Gases erst hinter den Vorheizler zugegeben werden könnte. Von Seite Wesseling wird darauf hingewiesen, dass bei Verminderung der Gasmenge die Kamertemperatur erhöht werden müsse. Die Herabsetzung der Gasmenge verursacht bei gleicher Abscheidertemperatur eine Verschlechterung der Destillationswirkung.

Eine Senkung der Vorheizlerangangstemperatur wäre dann möglich, wenn Stoffe mit starker Wärmetönung wie z.B. SO₂ dem 1. Ofen zugeführt werden könnten. So liefert 1 kg SO₂ 820 WH und verbraucht dabei 1,1 cbm Wasserstoff, käme also wohl nur für die Aufbringung der Spitzenwärme in Frage, wenn man nicht gleichzeitig die katalytische Wirkung des entstehenden Schwefelwasserstoffs nutzbar machte.

Eine Drucksenkung als Maßnahme zur Entlastung des Vorheizlers bringt in chemischer Hinsicht Nachteile mit sich. Für eine Druckerniedrigung von 50 atm wird eine Asphalterhöhung von etwa 1,5 geschätzt. Stärkere Ausweichung (Aufrechterhaltung des H₂-Partialdruckes) würde grössere H₂-Verluste bedeuten. Die entsprechenden Drucke betragen zur Zeit in den Werken:

	Umlaufpumpe Druckseite	Kammer Eingang
Gelsenberg	700 atm	670 atm
Politz	650 atm	630 atm
Welheim	700 atm	660 atm

G.) Materialtechnisches.

Zwei Schadensfälle im Hydrierwerk Gelsenberg, wo Hasznadelrohre aus N 10-Werkstoff nach etwa 2-jährigen Betrieb gerissen sind, haben Befürchtungen hinsichtlich der betrieblichen Sicherheit dieser Hasznadelvorheizler hervorgerufen.

Schadensfälle an N 10-Teilen sind in den zurückliegenden Jahren mehrfach aufgetreten, sie konnten bisher immer in Zusammenhang gebracht werden mit Mängeln des Materials hinsichtlich der Zusammensetzung des Gefüges oder den durch die Vergütung bestimmten Festigkeitsdaten. Die neuerlichen Fälle unter-

scheiden sich dadurch von den früheren, dass solche Fehler nicht gefunden wurden. Man muss vielmehr feststellen, dass die ursprünglichen guten Eigenschaften durch die Einwirkung des Betriebes allmählich verschlechtert worden sind. Der Werkstoff hat also den Beanspruchungen des Betriebes in diesen Fällen nicht dauernd standgehalten. Es wurde offenbar ohne die sonst üblichen Reserven gefahren. Die Untersuchung ergab, dass der Werkstoff nicht zerstört ist, sondern nur verändert und dass diese Veränderung durch eine Nachvergütung wieder rückgängig gemacht werden kann. Es handelt sich vermutlich um Ausscheidungen in den Korngrenzen, die unter dem Dauereinfluss hoher Temperatur, hoher Beanspruchung und des Druckwasserstoffes zustande kommen. Wenn schliesslich die Festigkeit und die Formänderungsfähigkeit der Korngrenzsubstanz unter ein gewisses Mass gesunken ist, dann reiss die Wand in sprödem Bruch durch, wozu die zuerst in einer Zone von Bruchteilen eines Millimeters an der Innenfaser entstandenen Korntrennungen durch Kerbwirkung den Anstoss geben. Diese Zone ist auch in bestimmten Teilen der Rohre von höchster Temperatur durch Aufnahme von Stickstoff gehärtet.

Es ist nicht gesagt, dass die beiden gerissenen Rohre zuvor in einem optimalen Gütezustand vorgelegen haben und das deshalb auch mit einem Reissen der anderen Rohre unmittelbar zu rechnen ist. Es kann sehr wohl sein, dass die anderen Rohre eine wesentlich längere Lebensdauer aufweisen werden. Nach den vorliegenden Untersuchungsergebnissen an Proberohren bedingen geringe Unterschiede in der Temperatur und im Druck schon erhebliche Unterschiede in der Lebensdauer. So verlängert z.B. eine Senkung der Temperatur um 10°C und eine solche des Druckes um 10% die Lebensdauer je etwa auf das Doppelte. Wenn also die Situation bezüglich der Betriebssicherheit zwar bedrohlich erscheint, so ist sie doch nicht etwa katastrophal. Wir müssen die nötigen Sicherheitsreserven schaffen. Dies ist bis zu einem gewissen Grade durch Änderungen der Betriebsbedingungen möglich, sodann aber auch hinsichtlich des Materials. Wir können damit rechnen, dass, wenn eine Temperatur von etwa 520° (an der Innenwand) nicht überschritten wird und die Rohre auf die oberen Härtegrade vergütet sind (etwa 260 + 300 Brinell), die Lebensdauer in ausreichendem Masse erhöht wird. Bei den Rohren, die durch die Betriebseinwirkung schon gelitten haben können, ist eine Nachvergütung erforderlich. Durch regelmässiges Entfernen etwa gebildeter Krusten (vorerst etwa nach einem Jahr) ist eine unzulässig hohe Temperatur zu vermeiden.

An einer Änderung der Zusammensetzung des Werkstoffes, die ihn unempfindlicher gegen die Dauereinwirkung des Betriebes machen soll, durch Erhöhung der Wasserstoff-Zeitstandfestigkeit gegenüber der Dauerstandfestigkeit, wird gearbeitet. Die höhere Lebensdauer würde dann trotz einer geringeren rechnerischen Sicherheit erzielt. Hochlegierte austenitische Chrom-Manganstähle oder Chrom-Vanadiumstähle würden voraussichtlich eine absolute Haltbarkeit bringen, sie sind aber bei der augenblicklichen Rohstofflage nicht beizubringen.

Tabelle I.

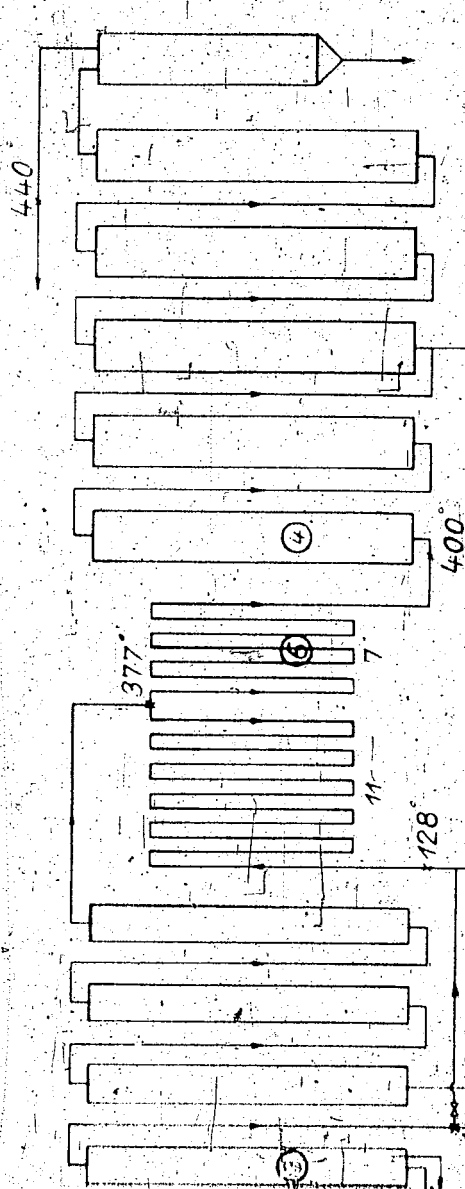
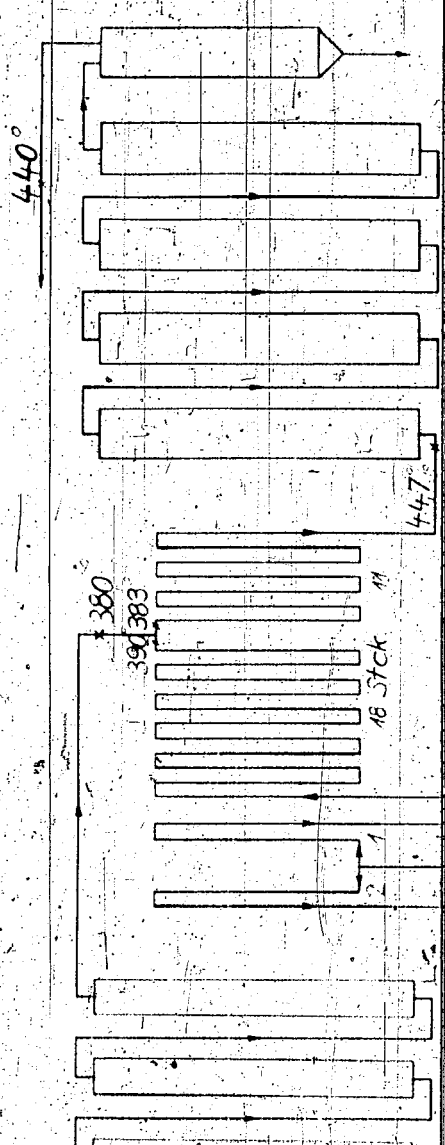
Aufheiss- temp. °C	Wärme- leistung 105 kg cal/h	max. Walz- temp. °C	Gesamt- Wärme 105 kg cal/h	in Reg. Anzahl	davon in Vorh. Anzahl	Anzahl an Härtestab Härtestab
430	3,7	580	8,0	45	55	24
430	6,0	560	9,8	35	65	30
390	3,2	595	-	1	-	-
425	6,6	595	10,6	55	45	21
425	12,0	600	19,4	52	48	33
418	6,5	560	11,5	65	35	18
447	4,5	570	8,0	70	30	25
420	3,8	550	8,4	84	16	872

2) 22000 über Abschluss-Regeneration (270°C)

Tabelle I.

Gruppe und Kennzeichnung	Werk	Druck at	Durch- satz to/h	Durch- fluss gas m ³ /h	Aufheis- temp. °C	Wärme- leistung 10 ⁵ kg- cal/h	max. Walz- temp. °C	Gesamt aufzu- bringende Wärme 10 ⁵ kgal/h	in Reg. Anzahl	davon in Vorh. %	Anzahl des Hearnades
I. Gas - Regeneration	Scholven	300	24	30000	430	3,7	590	8,0	45	55	24
	Gelsenberg	700	36	31000	430	6,0	560	9,8	35	65	30
	alt	700	20	31000	390	7,5	595				
II. Dünndrei-Regeneration	Pöhlitz	650	40	33000	425	6,6	595	10,6	55	45	21
	Bleichhammer	700	70	62000	425	12,0	600	19,4	52	48	33
III. Gesamtprodukt-Regeneration	Rheinbraun	580	46	30000	418	6,5	560	11,5	65	35	18
	Velheim	630	33	20000	447	4,5	570	8,0	70	30	25
IV. wie III, dazu Abschluss-Regeneration	Leuna	250	38	26000 ^{x)}	420	3,8	550	8,4	84	16	8 72

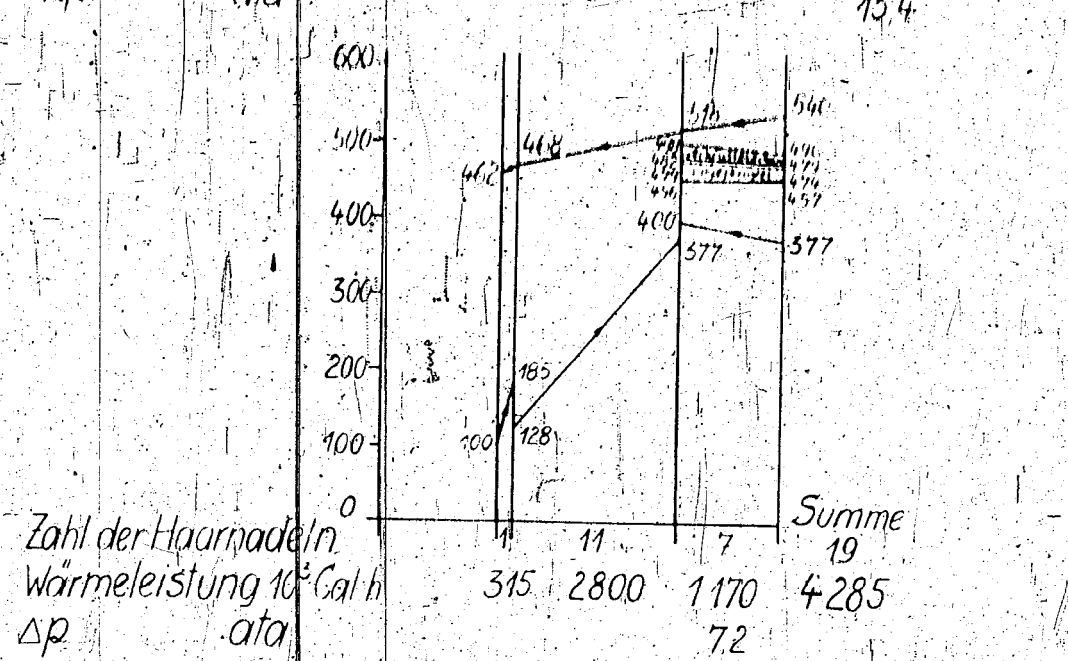
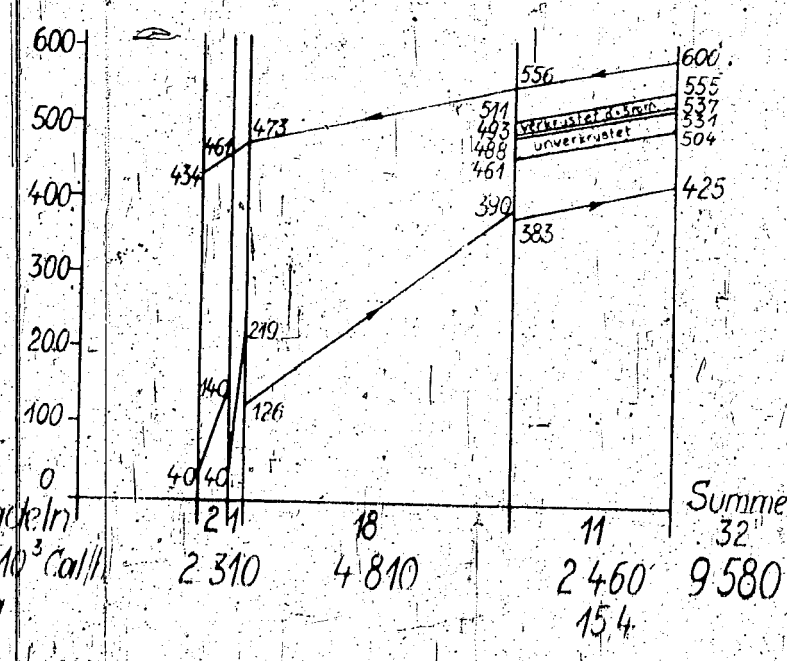
x) davon 22000 über Abschluss-Regeneration (270°C)



Dünnbrei (408) 3
 Dickbrei (513) 25,5
 $\Sigma 70,2$

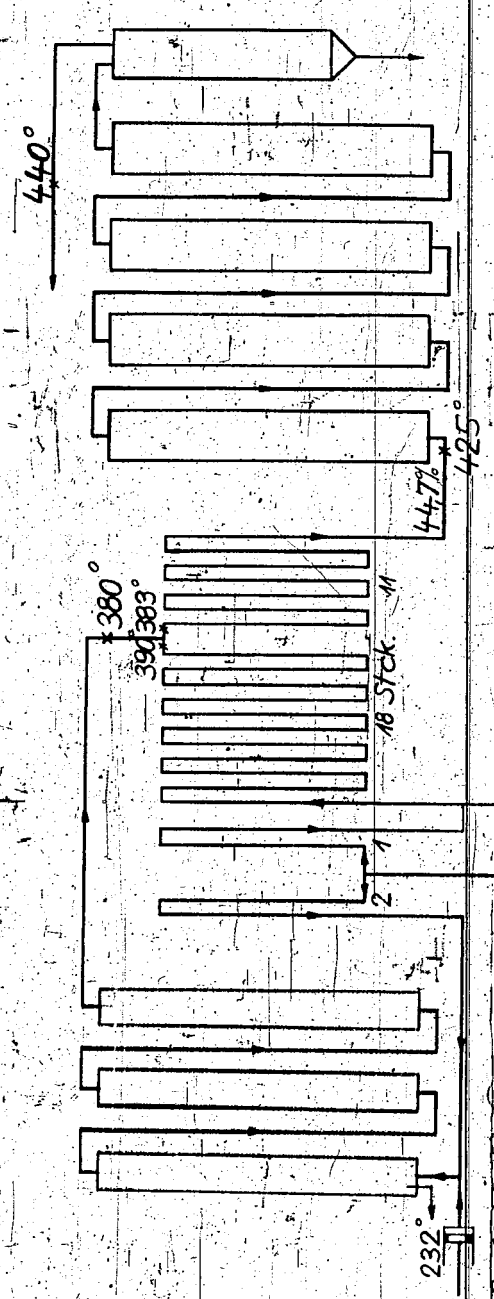
Eing. Gas 50.000 + 3/4
 Dünnbrei (41) 46,3
 Dickbrei (53) 15,0
 Kaltbrei 6,9
 $\Sigma 70,2$

803

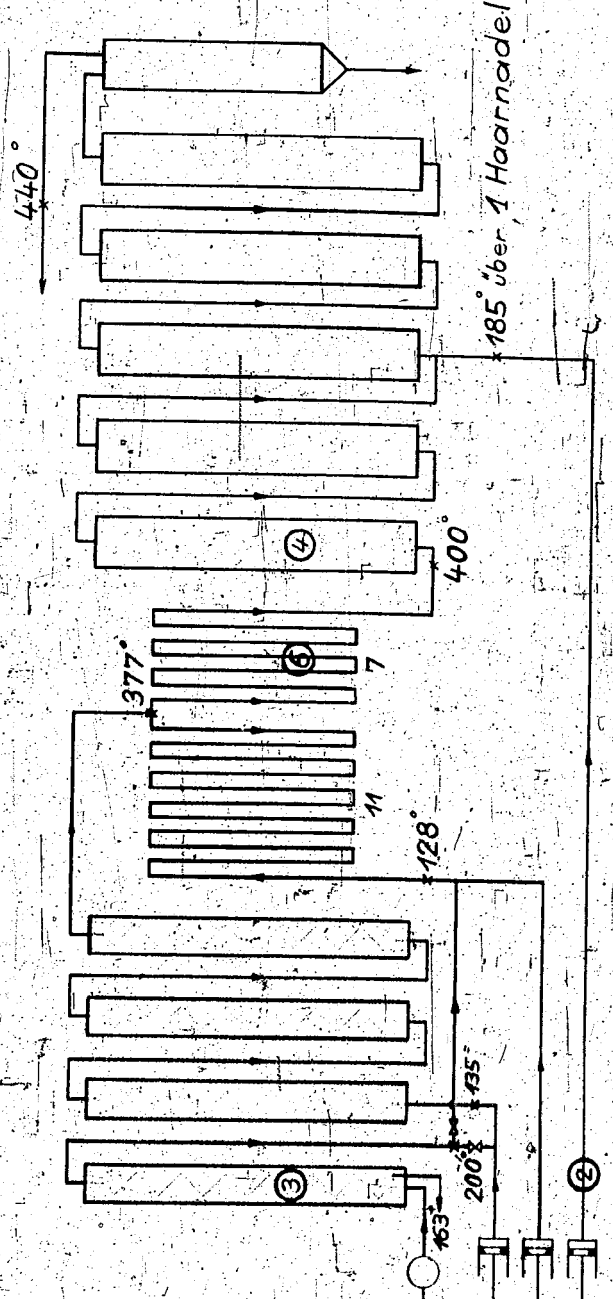


804
Tabelle IV.

Verkrustung	Gelsenberg			Pülitz	z. Vergl. H 10 Material
	Aussere Schicht	Mittlere Schicht	Innere Schicht		
* Gas. Schwefel	-	-	-	33,8	0,011
" Sulfid S	11,2	31,0	22,8	33,8	-
" Fe	73,8	60,2	44,3	59,4	-
" W	0,01	0,001	0	0	0,40
" Mo	0,49	0,09	0,13	0,01	0,41
" V	0,97	0,01	0,01	0,01	0,71
" Ti	0,16	0,16	0,67	0,05	-
" Cr	4,36	0,40	0,11	0,004	2,70
" Al	0,18	0,30	3,37	0,33	-
" Ca	0,06	0,17	0,86	0,27	-
" Mg	-	-	-	0,08	-
" Na ₂ SO ₄ + K ₂ SO ₄	-	-	4,6	0,54	-
" Gesamt C	0,87	0,61	5,12	3,49	0,18
" SiO ₂	1,70	0,46	1,63	0,38	0,43
" CO ₂	-	-	-	0,30	-



Dünnbrei (40%) 43,7 t/h
 Eing. Gas 62500 m³/h
 Dickbrei (51,3%) 26,5 t/h
 Σ 70,2 t/h



Eing. Gas 50 000 m³/h
 Dünnbrei (41%) 18,3 t/h
 Dickbrei (53%) 15,0 t/h
 Kaltbrei 6,9 t/h
 Σ 70,2 t/h

