

TITLE PAGE

5. Versuche zur Toluolgewinnung durch Denhydrierung von Fraktionen eines DHD-Abstreifers aus Steinkohle und anschliessender Feindistillation der dehydrierten Produkte.

Experiments directed toward obtaining toluol by dehydrogenation of fractions of a DHD stripper oil from coal and subsequent fractionation of the dehydrogenated product.

Frame Nos. 698 - 712

1 mmmp+
Stu m 4

Versuche zur Toluolgewinnung durch Dehydrierung von Fraktionen eines DHD-Abstreifers aus Steinkohle und anschließender Feindestillation der dehydrierten Produkte
Zusammenfassung

Sechs scharf geschnittene 10°-(bzw. 20°-)Fraktionen (75°-85°, 85°-95°, 95°-105°, 105°-115°, 115°-135°, ~~135°-145°~~) DHD-Benzin Steinkohle wurden zur Gewinnung von Reintoluol einer zweifachen Dehydrierung in einem 1000 cm³-Ofen bei 10 atm H₂-Druck unterworfen und die Abstreiferprodukte in einer Laborkolonnen feindestilliert.

Die Versuche ergaben, daß sich auf diese Weise aus den Fraktionen 95-105° und 105-115° mit Sicherheit Toluol von ausreichender Reinheit für die Sprengstoffherstellung gewinnen läßt.

Bei den übrigen Fraktionen hat das feindestillierte Toluol einen verhältnismäßig niedrigen Brechungsindex, soweit dieser bestimmt wurde. Es kann jedoch angenommen werden, daß dieses Ergebnis bei den unter 100°C siedenden Ausgangsfraktionen auf den verhältnismäßig geringen Gehalt der Abstreifer an Toluol zurückzuführen ist und bei Feindestillation einer größeren Menge in einer technischen Kolonne erheblich verbessert wird.

Bei sämtlichen Fraktionen tritt eine echte Neubildung an Aromaten und, von der Fraktion 105-115°¹⁾ abgesehen, auch an Toluol ein. Die mit der Aromateneubildung verbundenen Gas- + Koks-Verluste betragen für die vier ersten bis 115° siedenden DHD-Fraktionen 0,8 bis 1,1 kg/kg erzeugte Aromaten, für die beiden höher siedenden Fraktionen sind sie erheblich höher, was auf den geringen Gehalt dieser Fraktionen an dehydrierbaren Naphtenen zurückzuführen ist.

Die folgende Tabelle gibt einen Überblick über die Ergebnisse, die in großtechnischem Betrieb²⁾ bei Verarbeitung von 5058/6434-Benzin aus Steinkohle auf DHD-Benzin + Toluol³⁾ im Vergleich zu der Verarbeitung auf DHD-Benzin allein zu erwarten sind. Es zeigt sich, daß die Verluste der Toluolgewinnung bezogen auf erzeugtes Toluol+Verluste praktisch unabhängig davon sind, ob in der 2. DHD-Stufe eine enge oder weite Fraktion eingesetzt wird. Für die Anlage Lu muß also die Breite der Fraktion nur danach gewählt werden, daß eine möglichst große Produktion erzielt wird.

- 1) Diese Fraktion hat bereits vor der zweiten Dehydrierung einen Toluolgehalt von 78 Gew.-%
- 2) Erniedrigung der bei den Kleinversuchen erhaltenen Ausbeuten um 2%
- 3) 10 Gew.-% bezogen auf DHD-Benzin

Toluol aus 5058/6434-Be

I. DHD-Benzin-Gewinnung ohne Toluol

II. Toluolgewinnung
Einsatz einer weiteren

1000 kg Benzol
Vorlauf

809 kg DHD-Benzin
Destillat

50 kg Schwerbenzin

381 kg Vorlauf } (300
227 kg Rückstand)

DHD 82 % Aarbeate

697 kg stab. Abstr.

(83,6 Gew. % Aromaten)

659 kg red. stab. Abstr.
(67 Gew. % =
442 kg Aromaten)

38 kg R' stand

809 kg DHD-Benzin

50 Vol. % (= 55 Gew. %) Aromaten

58 kg Vorlauf
33 kg Rückstand

91 kg (84 kg Aromaten)

699 kg DHD-Benzin
50 Vol. % Aromat

Gesamtprodukte

DHD-Bi 50 Vol. % Aromaten 809 kg

699 kg

Reintoluol 0

81 kg

Redest. R' stand > 170° 38 kg

38 kg

Verlust der Toluolgewinnung
auf Toluol + Verlust

26,4 %

5058/6434-Benzin über DHD

I. Toluolgewinnung in 2 DHD-Stufen
Einsatz einer weiten Fraktion in die 2. Stufe

DHD-Benzin nach Verfahren I.
Destillation

Vorlauf } (500 kg Aromaten)
Rückstand }

201 kg Fraktion 95° - 15°

(145 kg Aromaten =
ca. 72,5 Gew.%)

II. DHD 86,5 Gew.%
Ausbeute

174 kg stab. Abstreifer

(160 kg Aromaten =
ca. 95 Gew.%)

Feindestillation

81 kg Reintoluol

3 kg Vorlauf -95°

3 kg Rückstand > 115°

84 kg Aromaten)

DHD-Benzin

0 Vol.% Aromaten

III. Toluolgewinnung in 2 DHD-Stufen
Einsatz einer engen Fraktion in die 2. Stufe

1000 kg Benzin - 170°
Vordestillation

150 kg Leichtbenzin
(3 kg Aromaten)

850 kg Schwerbenzin

DHD 80% Ausbeute

680 kg stab. Abstreifer

(72,6 Gew.% Arc
Destillation

30 kg R'stand

272 kg Vorlauf - 105°

26 kg 105-115°

221 kg R'stand > 115°

519 kg (356 kg Aromaten)

123 kg Fraktion 105-115°

(102 kg Aromaten
83 Gew.%)

Feindestillation

15 kg Vorlauf

13 kg Rückstand

28 kg (25 kg Aromaten)

81 kg Reintoluol

697 kg DHD-Benzin

50 Vol.% Aromaten

697 kg

81 kg

28 kg

27,7 %

Versuche zur Toluolgewinnung durch Dehydrierung von Fraktionen
DHD-Abstreifers aus Steinkohle und anschließender Feindestilla-
der dehydrierten Produkte

Zusammenfassung S.1 und 2

Beschreibung der Versuche

Etwa 400 kg eines DHD-Abstreifers aus 5058/6434-Benzin - 180° aus Steinkohle (Anfallprodukt von Ofen 601 vom 8.2. + 17./18.2.1942) wurden in Leichtbenzin - 70°C, Benzin von 70°-140°C und Schwerbenzin > 140° zerlegt und die Fraktion von 70-140°C in 10°-Fraktionen feindestilliert. Die folgende Tabelle enthält die Bilanzen der beiden Destillationen.

Tabelle

Destillation des DHD-Abstreifers:

H ₂ O	2,4 Gew.%
Leichtbenzin - 70°C	4,3 "
Fraktion 70-140°C	60,3 "
Schwerbenzin 140°C	23,0 "
Verlust	1,0 "

Feindestillation der Fraktion 70-140°:

- 75° C	20,2 Gew.%
75 - 85° "	12,1 "
85 - 95° "	5,6 "
95 - 105° "	9,1 "
105 - 115° "	29,2 "
115 - 125° "	0,8 "
125 - 135° "	4,4 "
135 - 145° "	14,0 "
Rückstand	3,3 "
Verlust	1,3 "
	<u>100,0 Gew.%</u>

1) Vergl. Zusammenstellg. No vom 10.8.42
 DHD-Versuche im 40-Ltr-Ofen

Die Untersuchungen des DHD-Abstreifers und der weiteren Fraktionen sind in Anlage 1, die der organen Fraktionen in Anlage 2. Da die Fraktion von 115°-125° nur sehr klein ist, wurde der Fraktion von 125°-135° verdünnt.

Die feindestillierten Benzinfractionen wurden über einen auf Oppauer Tonerde (Laborcharge Ko 133/135 (1:1)) unter folgenden Versuchsbedingungen dehydriert:

H ₂ -Druck:	10 atm (in einem Falle)
Temperaturen:	494, 510, 527°C
Durchsatz:	0,2, 0,5 kg/Lit/Std.
cbm Gas/kg Einspritzung:	1,0
Zykeldauer:	8, 12 und 16 Std.

Die Einzelheiten sind aus der Anlage 3 zu ersehen.

Für den verwendeten Dehydrierkontakt ergaben Versuche bei 20 atm mit rumänischem Schwerbenzin im Vergleich zu K 7360 Ch 6 folgende Noten (vgl. Bericht von Dr. Reitz vom 4.11.42 Nr. 20792):

Kontakt	Note für	
	Temperatur	Ausbeute
K 7360 Ch 6	100	100
K 7360 Ko 133/135 (1:1)	65	40

Der verwendete Kontakt besitzt mithin nur eine mäßige Aktivität. In dieser Beziehung enthalten also die Versuchsergebnisse noch eine gewisse Reserve. Zum Vergleich sei erwähnt, daß der in großtechnischen Anlagen zum Einsatz kommende Kontakt im allgemeinen eine Temperaturnote von 70-90 besitzt.

Versuchsergebnisse.

Die Ergebnisse der Dehydrierversuche sind in der Anlage 3 zusammengestellt. Die in den Bilanzen angegebenen Kokswerte sind geschätzt. Die Anlagen 4 und 5 enthalten die Untersuchungen der stabilisierten Abstreifer und ihrer Restbenzine, sowie Aromatzerlegungen und Feindestillationen.

Aus den Versuchsergebnissen wurde das Bilanzschema in Anlage 6 abgeleitet. Bei den beiden Fraktionen 95-105° und 105-115° sind die auf einen Reinheitsgrad des feindestillierten Toluols von ca. 99% (entsprechend einem Brechungsindex von 1,4960) extrapolierten Werte angegeben. Das Schau-bild in Anlage 7 dient zur Verdeutlichung des Bilanzschemas.

Auf dem Kurvenblatt 1 sind für die einzelnen dehydrierten Benzofractionen die Abweichungen zu O_2 -freiem Abstreifer (einschließlich Gasbenzol) in Abhängigkeit vom Aromatengehalt des O_2 -freien Abstreifers (einschließlich Gasbi) aufgetragen und die Brechungsindizes der durch Feindestillation gewonnenen Toluolfractionen mitbezugsnehmend, soweit sie bestimmt wurden. 1)

Kurvenblatt 2 enthält die auf 1 kg erzeugte Aromaten bezogenen Gas- + Koks-Verluste der Dehydrierung in Abhängigkeit vom mittleren Siedepunkt der Fractionen, sowie die wichtigsten Eigenschaften der Restbenzoline der dehydrierten Fractionen in Abhängigkeit von der Schärfe der Dehydrierung (Gew. % Aromaten im stab. Abstreifer).

Man entnimmt dem Schaubild in Anlage 7, daß bei mittleren DHD-Fractionen in der 2. DHD-Stufe noch eine echte Neubildung von Aromaten vor allem auf Kosten der Naphthene stattfindet. Die mit dieser Neubildung verbundenen Gas- + Koks-Verluste betragen für die 4 im Siedebereich von 75° bis 115° liegenden 10° -Fractionen praktisch unabhängig vom mittleren Siedepunkt 0,6 bis 1,1 kg/kg erzeugte Aromaten. Für die beiden höher siedenden Fractionen liegen die Verluste dagegen erheblich höher, da diese Fractionen nur noch einen geringen %-Gehalt an dehydrierten Naphthenen enthalten. (Vergl. Kurvenblatt 2).

Mit der Aromatenneubildung geht, von der DHD-Fraction $105-115^{\circ}$ abgesehen, auch eine Neubildung an Toluol parallel. Bei der DHD-Fraction $105-115^{\circ}$, die bereits 73 % Toluol enthält, überwiegt die Spaltung des Toluols zu Benzol die Toluolneubildung in der 2. DHD-Stufe, so daß hier in Summa etwas Toluol vernichtet wird.

Der Reinheitsgrad des feindestillierten Toluols hängt sowohl von der Schärfe der Dehydrierung als auch von den Siedegrenzen der in die 2. DHD-Stufe eingesetzten Fraction ab. In Übereinstimmung mit früheren Versuchen (Ber. No vom 16.11.42 "Versuche zur Toluolgewinnung") nimmt er mit wachsender Schärfe der Dehydrierung zu (Erhöhung des Brechungsindex bei Erhöhung des Aromatengehaltes). (Vergl. Kurvenblatt 1). Aus den beiden DHD-Fractionen $95-105^{\circ}$ und $105-115^{\circ}$ läßt sich durch scharfe Dehydrierung und anschließende Feindestillation mit Sicherheit ein Toluol von ausreichender Reinheit für die Sprengstoffherstellung gewinnen, während dies für die übrigen Fractionen nach den Versuchsergebnissen (niedriger Brechungsindex des feindestillierten Toluols) zu bedenken als zweifelhaft erscheint. Bei den höher siedenden DHD-Fractionen ist dieses Ergebnis nicht weiter verwunderlich, da diese Fractionen

- 1) In einigen Fällen unterblieb leider versehentlich die Bestimmung des Brechungsindex.
- 2) Durch Feindestillation eines durch scharfe Dehydrierung der Fraction $95-105^{\circ}$ hergestellten Abstreifers wurde ein Toluol mit einem Brechungsindex $n_D^{20} = 1,4959$ entsprechend einem Reinheitsgrad von etwa 99 % gewonnen. Aus früheren Versuchen kann geschlossen werden, daß der gleiche Abstreifer bei Feindestillation in einer technischen Kolonne ein für Sprengstoff geeignetes Toluol liefert. 6

auch nach der 2. Dehydrierung noch hochsiedende paraffinische Anteile enthalten. Bei den niedrig siedenden DHD-Fractionen (75-95 aber ist die schlechte Qualität des in einer Laborkolonne feindestillierten Toluols möglicherweise darauf zurückzuführen, daß eine Feindestillation des Toluols in einer kleinen Kolonne bei geringen Toluolgehalt des Einsatzproduktes nur unvollkommen durchgeführt werden kann.

Das Restbenzin der DHD-Fractionen wird nach Kurvenblatt 2 in folgender Weise durch die zweite Dehydrierung geändert: Die Anteile - 70°C nehmen mit zunehmender Schürfe der Dehydrierung (zunehmendem Aromatengehalt des Abstreifers) zu, während die Anteile - 100°C ein Minimum zu durchlaufen scheinen (Einfluß der Polymerisation?). Der Naphthengehalt nimmt ab, der Paraffingehalt entsprechend zu. Die Oktanzahlen nach Motormethode durchlaufen ebenso wie die γ - 100° ein Minimum. Offenbar überwiegt bei schwacher Dehydrierung der Einfluß der Abnahme klopfester Naphthene und entsprechender Zunahme weniger klopfester Paraffine, bei starker Dehydrierung dagegen der Einfluß der Zunahme der Anteile - 70°C.

Auf Grund von Versuchsunterlagen über die Verarbeitung von 5058/6434-Benzin Scholven auf DHD-Benzin (vergl. Ber. No vom 20.1.43) und auf Grund der vorliegenden Versuchsergebnisse sind in der Tabelle in der Zusammenfassung die folgenden Arbeitsweisen miteinander verglichen:

- I. Gewinnung von DHD-Benzin mit 50 Vol.% Aromaten
- II. Gewinnung von Toluol + DHD-Benzin mit 50 Vol.% Aromaten in 2 DHD-Stufen: Einsatz einer weiten Fraktion¹⁾ in die 2. Stufe
- III. Gewinnung von Toluol + DHD-Benzin mit 50 Vol.% Aromaten in 2 DHD-Stufen: Einsatz einer engen Fraktion²⁾ in die 2. Stufe.

In II und III wurde auf 10 % Toluol bezogen auf das nach I erzeugte DHD-Benzin gearbeitet. Die angegebenen Ausbeuten sind auf großtechnische Verhältnisse und 40-Stunden Zyklen umgeschätzt: Die in der 2. DHD-Stufe im 1000 ccm-Ofen erhaltenen Ausbeuten wurden um 2 % erniedrigt und ein Destillationsverlust von 2 % bei der Toluolgewinnung durch Feindestillation eingesetzt.

Um bei der Fahrweise III (Einsatz einer engen Fraktion in die 2. DHD-Stufe) noch ein typgerechtes DHD-Benzin zu erhalten, muß in der 1. DHD-Stufe im Unterschied zu der Fahrweise II (Einsatz einer weiten Fraktion in die 2. DHD-Stufe) auf einen etwas höheren Aromatengehalt gefahren werden, als bei der Herstellung von DHD-Benzin allein, da die durch die Toluolherausnahme erforderliche zusätzliche Aromatenmenge nicht völlig in der 2. DHD-Stufe erzeugt wird. Dies bedingt nach Versuchen im 40-Ltr-Ofen 601 einen Ausbeuteverlust von 2 % in der 1. DHD-Stufe bezogen auf DHD-Benzin.

1) Die Fraktion ist so weit gewählt, daß die in der 2. DHD-Stufe neugebildeten Aromaten gerade ausreichen, um das aus dem DHD-Benzin herausgenommene Toluol zu ersetzen. Es zeigt sich, daß dies bei Wahl des Siedebereiches der Fraktion von 95 - 115°C der Fall ist.

2) Siehe Seite 7) unten.

Insgesamt werden nach den Arbeitsweisen II und III praktisch die gleichen Verluste der Toluolgewinnung bezogen auf Toluol Verluste erhalten.

gez. Nonnenmacher

Gemeinsam mit

Dr. Donath

Dr. Hirschberger/Lajus

Dr. Reitz

Dr. Rotter

2) Da Versuche mit noch engeren als 10° -Fraktionen nicht vorliegen, ist der zur Erzeugung der gewünschten Reintoluolmenge gerade ausreichende Teil der Fraktion $105-115^{\circ}C$ in die 2. DED-Stufe eingesetzt.

Anlage 1

Anfangsmaterial (DHD-Abstreifer Steinkohle Ofen 601 vom 8.2. + 17./18.2.42) und Zwischenfraktion

Produkt	red. + stab. DHD-Abstr. Ofen 601 v. 8.2. + 17./18.2.42	Fraktion -70°C (stabilis.)	Fraktion 70-140°C	Fraktion
Gew.-% bezogen auf red. + stab. Abstreifer	100	4,9	78,9	26,2
<u>Eigenschaften:</u>	<u>geschätzt: Restbenzin</u>			<u>Restbenzin</u>
Dampfdruck sta bei 38°C	0,799	0,960	0,798	0,720
Spez.-Gewicht/15°	-8,3 ber./59,3	46,7/51,7	1,56./57,5	56,2/57,7
Anilinpunkt I/II	-	36	74	67
Siedebeginn °C		17	-	-
% - 50		93	-	-
- 60		96	-	1
- 70	39		49,0	73,0
- 100			82,5	91,0
- 120			97,5	-
- 140	95		-	-
- 160			-	-
- 180			-	-
Sndpunkt / %		74/96,5	141/99	139/98,8
Zusammensetzung:				
% Paraffine	21	36,0	24,0	37,5
" Naphthene	II	55,0	17,0	40,5
" Aromaten	67	6,0	59,0	2,0
" gesättigte	1	3,0	-	-
Oktanzen: Motormethode	83,5	80,5	71	-
" + 1,12 Pb	94	102	-	-

141/99 199/98,8

21	24,0	37,5
11	17,0	40,5
67	59,0	2,0
1	-	-
83,5		
94		

36,0
55,0
6,0
3,0
80,5
102

Chromatographie-Methode
+ J, 12 Pb

Extrakt: Gew. %	57	=	0
% Vorlauf	2,2	=	18
% Benzol	16,0	=	-
% Zwischenfraktion	2,9	=	46,6
% Toluol	43,6	=	-
% Zwischenfraktion	2,4	=	30,2
% Xylol	20,8	=	5,2
% kol. Aromaten	5,0	=	0
Verlust	1,1	=	0

Untersuchungen der D-Benzol

Fraktion 70-140° zerlegt in	A: -75°C	B: 75-85°	C: 85-100°	D: 100-110°	E: 110-140°
Gew. % bez. auf Fraktion 70-140°	20,4	12,5	5,7	4,3	4,1
Gew. % bez. auf DHD-Abstreifer (mit ca. 1,0 % Gas)	14,5	8,7	4,0	3,0	2,9
Gew. % bez. auf DHD-Abstreifer red. + stab.	16,1	9,5	4,1	3,1	3,0
Produkteigenschaften:		Restbi	Restbi	Restbi	Restbi
Dampfdruck ste bei 38° n R.				0,237	-
Spez. Gew./15°	0,7305	0,792	0,728	0,740	0,719
Anilinpunkt I		1,0	50,3	43,8	3,7
Siedebeginn °C	60	74	78	85	
% - 65/70	23,5/87,5	-	-	-	-
75/80	97,5/-	-/87	-/10	-	-
90	-	-	97,0	52	-
95/100	-	-	-	97/-	5,5/-
110	-	-	-	-	-
120	-	-	-	-	-
130	-	-	-	-	-
135/140	-	-	-	-	-
Endpunkt / %	76,5/98	87/98	92/98	97/99	95/98,5
Zusammensetzung:					
% Paraffine		19,5	38	53,0	5,5
% Naphtene		30,0	59,5	29,0	3,0
% Aromaten		50,0	2,0	18,0	1,5
% Ungesättigte		0,5	0,5	0,0	-
Zahlen: Motormethode		80	74,8	64,8	62,8
" + 0,12 Blei		94	93,5	-	87,4
Extrakt Gew. % der Teilfraktion		48,5	27	27	27
% Vorlauf		2,4	0	-	-
% Benzol		91,4	95,6	54,2	9,6
% Zwischenfraktion		-	-	8,2	-
% Toluol		-	-	22,9	7,7
% Zwischenfraktion		-	-	-	-
% Xylol		-	-	-	-
% höhere Aromaten		4,0	4,2	12,4	2,7
Verlust		2,2	0	2,7	0

Bestimmung der Benzolfraktion

10-Abstreifer Steinkohle Fraktion	B: 75°-85°			C: 85°-95°		D: 95°	
Wasser auf Fraktion 10° (ca. 79 Gew.-% des ab. Abstreifers)	12,3			5,17		9,1	
Wasser auf red. ab. Abstreifer	9,5			4,5		7,1	
Produkt: Spez. Gew./15°	0,732			0,740		0,740	
Siedebereich	74-87			85-97		95-	
% Aromaten	50			18		18	
Reinigungsnummer	B 1	B 2	B 3	C 1	C 2	D 1	D
Wasser	7360 Ko 133/135 (1:1)			7360 Ko 133/135 (1:1)		50 Ko 133/	
Druck atm	10	10	10	10	10	10	10
Temperatur °C	494	510	522 ²⁾	494	510	510	510
Wasser kg/l x Std.	0,2 ¹⁾	0,2 ¹⁾	0,5 ¹⁾	0,2 ¹⁾	0,2 ¹⁾	0,2 ¹⁾	0,2 ¹⁾
Wasser cm³/kg	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
Wasserdauer	16	16	8	16	16	16	16
% C-freier Abstreifer (von Gasbl)	89,3 (1,0)	85,8 (1,8)	86,2 (0,6)	80,3 (0,8)	-	80,5 (1,2)	83,3 (1,7)
% Gas (H ₂ , O ₂ , - C ₄)	10,5	13,9	13,5	19,5	-	19,3	16,7
% Koks (geschätzt)	(0,2)	(0,3)	(0,3)	(0,2)	-	(0,2)	(0,2)
Wasser % bezogen auf E.P.	78 ¹⁾	86 ¹⁾	88 ¹⁾	70,5 ¹⁾	-	81 ¹⁾	89/9
Abstreifer (ohne Gasbl): Spez. Gew. / 15°	0,821	0,832	0,829	0,783	0,792	0,815	0,815
Siedepunkt	-16,3b	-26,3b	-23,9b	5,6	-2,9 b	5,5b	-22,3
Siedebeginn	70	62	69	68	67	67	71
- 100	89	80	93	72	69	70,8	20
- 120	92,5	89	96	96	96	90	79
Endpunkt	162/97	179/98,5	160/98,5	155/99	135/98	160/99	182/9
% Aromaten	72,5	79,5	77,5	56,5	65	70,5	79,5
Jodzahl				3,2	3,3	3,8	2,7
Ofen	308/II			308 II		308	
Datum 1942	10/11.8.	9.8.	11.8.	17.8.	15/16.8.	18.8.	30.8.
				+20.8.	+18/19.	+19.	+2.

Verdunstungen des Einspritzproduktes (z.T. durch N₂-Strom) während des Abstreifens. Am 31.8. wurde anstelle der Mengemessung durch N₂-Strom etwas unregelmäßig.

Anlage 3

Verfahren zur Bestimmung der DHD-Benzolfraktionen

D: 95°-105°			E: 105°-115°			F: 115°-135°			G: 135°-145°			
9,2			29,5			5,3			14,2			
7,5			23,3			4,2			11,2			
0,770 95-107 38			0,836 107-116 ca.82,5			0,823 120-137 70,5			0,856 132-139			
C 2	D 1	D 2	D 3	E 1	E 2	E 3	F 1	F 2	F 3	G 1	G 2	G 3
7350 Ko 133/135 (1:1)	7350 Ko 133/135 (1:1)	7350 Ko 133/135 (1:1)	7350 Ko 133/135 (1:1)	7350 Ko 133/135 (1:1)	7350 Ko 133/135 (1:1)	7350 Ko 133/135 (1:1)	7350 Ko 133/135 (1:1)	7350 Ko 133/135 (1:1)	7350 Ko 133/135 (1:1)	7350 Ko 133/135 (1:1)	7350 Ko 133/135 (1:1)	7350 Ko 133/135 (1:1)
10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	10	25
494	510	527	494	510	510	527	527	510	527	510	527	527
0,2 ¹⁾	0,2 ¹⁾	0,2 ¹⁾	0,2	0,2	0,5	0,2	0,5	0,2	0,5	0,2	0,5	0,2
1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0	1,0
16	16	16	16	16	16	8	11	8	16	12	16	
89,5 (1,2)	83,2 (1,6)	79,9 (0,9)	94,2 (0,5)	93,4 (0,8)	95,0 (0,2)	82,4 (0,3)	90,9 (0,3)	98,8 (0,1)	95,8 (0,1)	97,4 (0,1)		
10,3 (0,2)	16,5 (0,3)	20,7 (0,4)	5,7 (0,1)	6,4 (0,2)	4,9 (0,1)	17,3 (0,3)	8,9 (0,2)	1,1 (0,1)	4,1 (0,1)	2,5 (0,1)		
89 ¹⁾	88/91 ¹⁾	85 ¹⁾	95	94	94	96	95	93	91	90		
0,792	0,815	0,825	0,834	0,854	0,856	0,852	0,851	0,861	0,849	0,861	0,861	0,859
-2,9 ber	-15,5b	-22,5b	-31,7b	-48,7b	-51,1b	-47,1b	-40,5b	-49,7b	-38,1b	-49,3b	-52,1	-49,3b
67	71	71	72	101	88	91	85	84	120	104	93	
69	27,8	20	20	4	3,5	2,5	2,0	2,5	-	-	1	
96	91,0	79	92	94	93	89	1,0	22,0	17,0	-	2	
35/98	160/99	182/98,5	156/98,8	133/98	145/98	139/98	170/98	168/98	151/99	148/98	162/98	146/98
65	74,5	79,5	86	96	97	95	ca.96	90	96	ca.96,5	95	
3,5	2,8	2,4	2,6	0,6	1,0	1,5	0,8	2,1				
	308 II			308 I			308 I			308 I		
16.8.	31.8.	30.8.	4.9.	30.9.	29.9.	2.10.	2.10.	7.10.	6.10.	2.11.	4.11.	3.11.
	+1.9.	+2.9.		1.10.				8.10.			5.11.	

Dabei ist die Rohbilanz besser und der Durchsatz entsprechend kleiner als bei der Messung durch Schwimmer eingerichtet.

hydrierte DHD-Fraktion		B: 75-35°					
Versuchsnummer	B 1		B 2		B 3 ¹⁾		
Temperatur °C	494		510		522		
stab. Abstreifer bzw. Restbi:		Restbi		Restbi		Restbi	
Dampfdruck ste bei 38° n.R.	0,261	-	0,283	-	0,277	-	0,277
Spez. Gewicht / 15°	0,821	0,702	0,832	0,723	0,829	0,710	0,710
Anilinpunkt	-16,3b	58,2	-26,3b	+47!	-23,9b	55,2	55,2
Siedebereich	70-162	54-131	62-179	66-161	69-160	56-107	68-107
% - 70	-	5,0	1,5	2,5	-	14,5	-
- 100	89	92,5	80	84	93	-	72
- 120	92,5	95,5	89	93	96	-	96
- 140	95,0	-	93	96,5	97,5	-	-
Zusammensetzung:							
% Paraffine	16,0	62,0	12,5	58,5	13,5	59	36,0
% Naphthene	10,5	36,5	7,0	24,0-	9,0	37,5	7,5
% Aromaten	72,5	1,0	79,5	16,5!	77,5	3,5	56,5
% Unversäufte	1,0	0,5	1,0	1,0	-	-	-
Verlust	-	-	-	-	-	-	3,2
Flanzahl nach Motormethode	-	67,8	-	-	-	72,4	-
Verflüchtigung des stab. Abstreifers							
% - 109		81,7		74,2		88,2	
109/111		6,5		9,6		5,0	
111/120				2,4			
Ru		7,9		11,4		5,5	
Verlust		3,9		2,4		1,0	
Toluolfraktion: Spez. Gew. / 20° n _D / 20°	0,8543 1,4907		0,8557 1,4915		-	-	
Extrakt: Gew. %	69		89		76,3		
% Vorlauf	1,4		6,4!		3,0		
% Benzol	75,6		65,0		81,2		
% Zwischenfraktion	2,2		2,4		2,4		
% Toluol	10,8		10,8		9,0		
% Zwischenfraktion	2,8		1,8		-		
% Xylol	-		5,		-		
% höhere Aromaten	5,4		7,		4,0		
Verlust	1,8		1,4!		0,4		

1) Durchsatz 0,5

B 3 ⁽¹⁾	O: 85-95°					D: 95-105°				
	O 1		O 2		D 1	D 2		D 3		
	494	510	494	510	494	510	510	527		
Restbi	Restbi	Restbi	Restbi	Restbi	Restbi	Restbi	Restbi	Restbi	Restbi	
-	0,234	-	0,259	-	0,148	-	0,148	-	-	-
0,710	0,783	0,697	0,792	0,697	0,815	0,704	0,825	0,706	0,834	0,718
98 55,2	5,6	63,0	-2,9b	62,5	-15,5b	61,5	-22,5b	60,0	-31,7b	47,51
60 56-107	68-155	63-110	67-135	56-104	71-160	65-130	71-182	48-145	72-156	54-123
14,5	-	2,0	0,5	4,5	-	-	-	7,0	-	4
-	72	96,0	69,0	97,0	23,8	86,0	20	78,5	20,0	85,0
-	96	-	95,0	-	91,0	96,0	79	94,0	92,0	96,5
-	-	-	-	-	96,5	-	91,5	96,0	96,0	-
59	36,0	81,0	28,0	80,5	20,0	76,5	16,0	75,0	11,0	64,0
37,5	7,5	17,0	7,0	16,5	5,5	21,0	4,5	21,5	3,0	17,0
3,5	56,5	2,0	65,0	3,0	74,5	2,5	79,5	3,5	86,0	19,01
-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
-	3,2	-	3,5	-	2,8	2,8	2,4	2,4	2,6	-
72,4	-	59,8	-	61,1	-	56,0	-	58,7	-	-
88,2	62,7		60,3		37,9		33,5		27,8	
0	31,3		34,6		48,8		46,8		62,5	
	5,1		4,7		2,4		1,2		1,3	
	0,9		0,4		7,7		16,5		7,2	
					3,2		2,0		1,2	
	-		-		-		-		0,869	
	-		-		-		-		1,4959	
6,5	55,5		64,0		72,0		79,0		-	
0	-		-		-		-		-	
1,2	23,2		27,5		4,0		5,5		6,4	
4	3,4		4,5		3,2		2,8		4,8	
0	61,2		63,0		77,0		68,4		76,4	
	2,4		-		2,4		2,4		3,8	
	2,5		-		6,6		12,0		2,4	
0	5,2		4,5		5,2		7,6		5,4	
4	2,0		0,5		1,6		1,2		0,8	

Untersuchungen der dehydrierten

Dehydrierte DHD-Fraktion		E: 105-115°					
Versuchsnummer	E 1		E 2		E 3		
Temperatur °C	494		510		510 ¹⁾		
stab. Abstreifer bzw. Restbi	Restbi		Restbi		Restbi		
Dampfdruck ata bei 38° n.R.	0,099	-	0,105	-	0,129	-	
Spez. Gewicht/15° C	0,854	0,718	0,856	0,715	0,852	0,724	
Anilinpunkt	-48,7b	58,8	-51,1b	59,4	-47,1b	62,3	
Siedebereich	101-133	80-126	88-145	-	91-139	-	
% - 100	-	26	3,5	-	2,5	-	
- 120	94	94	93,0	-	89,0	-	
- 140	-	-	97,0	-	-	-	
Zusammensetzung: % Paraffine	3,5	83,0	3,0	85,5	4,5	86,0	
% Naphthene	0,5	6,0	-	3,0	0,5	7,5	
% Aromaten	96,1	11,01	97,0	11,51	95,0	6,5	
% Ungesättigte	0	0	-	-	-	-	
Jodzahl	0,6	-	1,0	-	1,5	-	
Oktanzahl nach Motormethode	-	-	-	-	-	-	
<u>Feindestillation des stab. Abstreifers:</u>							
% - 109°	13,6		10,1		15,0		
109/111°	76,8		77,0		65,7		
111/120°	2,5		2,4		2,6		
120/135°							
135/138°							
138/143°							
RU	6,6		9,3		15,9		
Verlust	0,5		1,2		0,8		
<u>Toluolfraktion; Spez. Gew./20°</u>							
n _D /20°	1,4922		1,4940		-		
<u>Extrakt: Gew. %</u>							
% Benzol	1,4		5,2		2,0		
% Zwischenfraktion	2,0		2,2		2,8		
% Toluol	84,4		78,2		73,6		
% Zwischenfraktion	3,6		3,8		4,4		
% Xylol	2,2		3,6		11,8		
% höh. Arom.	5,0		5,2		5,0		
% Verlust	1,4		1,8		0,4		

1) Durchsatz 0,5

der dehydrierten DHD-Benzinfraktionen (2)

P: 115-135°							G: 135-145°						
E 3		F 1		F 2		F 3		G 1		G 2		G 3	
510 ¹⁾		510		527		527 ¹⁾		510		527 ¹⁾		527	
Restbi		Restbi		Restbi		Restbi		Restbi		Restbi		Restbi	
29	-	-	-	0,092	-	0,092	-	0,041	-	0,091	-	0,091	-
52	0,724	0,851	0,705	0,861	0,732	0,849	0,740	0,861	0,725	0,861	0,725	0,859	-
1b	62,3	40,5b	64,3	49,7b	62,2	38,1b	52,8	49,3b	65,7	52,1b	65,7	49,3b	-
39	-	85-57	-	85-168	-	84-151	-	120-148	60-149	104-152	60-149	93-148	-
	-	2,0	-	2,0	-	2,5	-	-	10,8	-	10,8	1,0	-
	-	19,0	-	22,0	-	17,0	-	-	21,5	2,0	31,5	9,0	-
	-	93,0	-	93,0	-	95,0	-	93,0	61,0	91,0	61,0	94,0	-
	86,0	6,0	87,5	3,0	78,0	8,0	69,5	91	91,0	3,5	91,0	3,5	-
	7,5	1,0	11,0	1,0	20,0	2,0	17,0	4,0	6	3,5	6,0	1,0	-
	6,5	93,0	1,5	ca. 96	2,0	90,0	13,5	96,0	3	ca 96,5	3,0	95,0	-
	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	-	-	-	0,8	-	2,1	-	-	-	-	-	-	-
	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	15,0	12,4	13,3	-	-	-	-	4,7	5,3	8,1	-	-	-
	65,7	11,2	17,1	-	-	-	-	2,0	1,1	11,2	-	-	-
	2,6	4,4	2,4	-	-	-	-	10,7	9,7	1,8	-	-	-
	-	-	-	-	-	-	-	61,3	67,8	78,6	-	-	-
	-	-	-	-	-	-	-	15,6	9,8	-	-	-	-
	15,9	71,0	66,2	-	-	-	-	4,8	6,7	-	-	-	-
	0,8	1,0	1,0	-	-	-	-	0,9	0,7	0,4	-	-	-
	-	1,4830	1,4925	-	-	-	-	-	-	1,4918	-	-	-
	91,5	90,5	94,0	90,0	96	96,0	93	96	96,0	93	96	93	93
	2,0	5,2	5,6	1,4	1,6	2,2	4,2	1,6	2,2	4,2	1,6	4,2	4,2
	2,8	1,4	2,6	2,0	2,0	1,2	1,6	2,0	1,2	1,6	1,2	1,6	1,6
	73,6	15,6	13,6	11,0	1,4	1,8	4,8	1,4	1,8	4,8	1,4	4,8	4,8
	4,4	1,8	4,6	4,8	2,8	3,4	5,0	2,8	3,4	5,0	2,8	5,0	5,0
	11,8	69,2	67,0	74,6	84,0	83,6	76,8	84,0	83,6	76,8	84,0	83,6	76,8
	5,0	5,2	5,4	5,2	6,6	6,4	5,4	6,6	6,4	5,4	6,6	6,4	5,4
	0,4	1,6	1,2	1,0	1,4	1,4	2,0	1,4	1,4	2,0	1,4	1,4	2,0

Anlage 6

7:9

Bilanzschema

1100 kg stab. Abstreifer

1000 kg red. + stab. DHD-Abstr. Steinkohl-
(Ofen 601 vom 8.2. + 17./18.2.)

Fraktion -70°

Fraktion 70-140°

Fraktion >140° (nicht untersucht)

49 kg

789 kg

162 kg

kg Aromaten: 465
Benzol : 84
Toluol : 216
Xylol : 141
höh. Arom.: 24

Fraktion	-75°	75-85°	85-95°	95-105°	105-115°	115-135°	135-145°	>145°
kg	161	96	45	73	233	42	112	27
kg Aromaten	(32)	48	8	28	ca. 193	29	103	ca. 24
Benzol	(32)	46	4,8	1,2	-	-	-	-
Toluol	-	-	2,2	25,4	184,8	3,6	-	-
Xylol	-	-	-	-	-	23,0	97,5	ca. 20,5
höh. Aromaten	-	2	1,0	1,4	8,6	2,4	5,5	ca. 3

DHD: 10 atm H ₂ -Druck 0,2 kg/L x Std. Temperatur	510	510	ca. 530 ¹⁾	ca. 520 ¹⁾	527	20 atm H ₂ -Dr. 527
kg	82,4	(33,7)	58,0	215	34,6	109
" Aromaten	64,2	(21,6)	49,6	209	33,1	103,6
" Benzol	46,0	6,5	4,4	13,3	2,3	5,4
" Toluol	9,0	14,1	40,4	173,0	5,8	8,6
" Xylol	4,2	-	2,1	11,6	23,2	83,9
" höh. Aromaten	5,0	1,0	2,7	11,1	1,8	5,7
" durch Toluol Feindest.	6,2	7,5	31	162	5,7	11,6(?)
Toluolfraktion: Spez. Geg. / 20°	0,8557	-	0,870	-	-	-
n _D	1,4915	-	1,4960	1,4960	1,4925	1,4918

1) aus den Versuchsunterlagen umgeschätzt auf ca. 99%iges Toluol (n_D=1,4960)

Anlage 7

Zielformulierung für DHD - für die Entwicklung von DHD - Stoffen

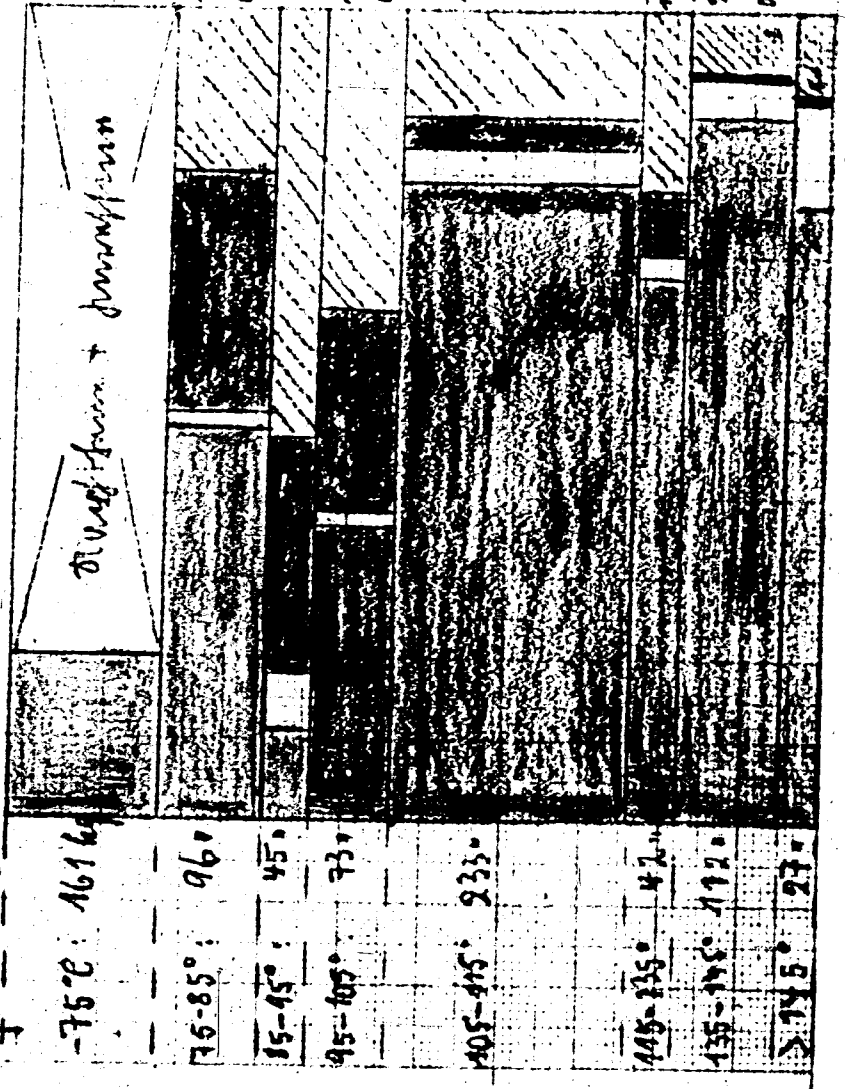
- Lösung Folie Misch fester Kristall
 - Temperatur fester Gas + Röhre
- Folien für fester Kristall

1 Einheitsmenge 2 kg.

Bis 1000 kg und 1000 kg DHD - Entwicklung

784 kg für DHD 20-140: gemischt

fraktion



710

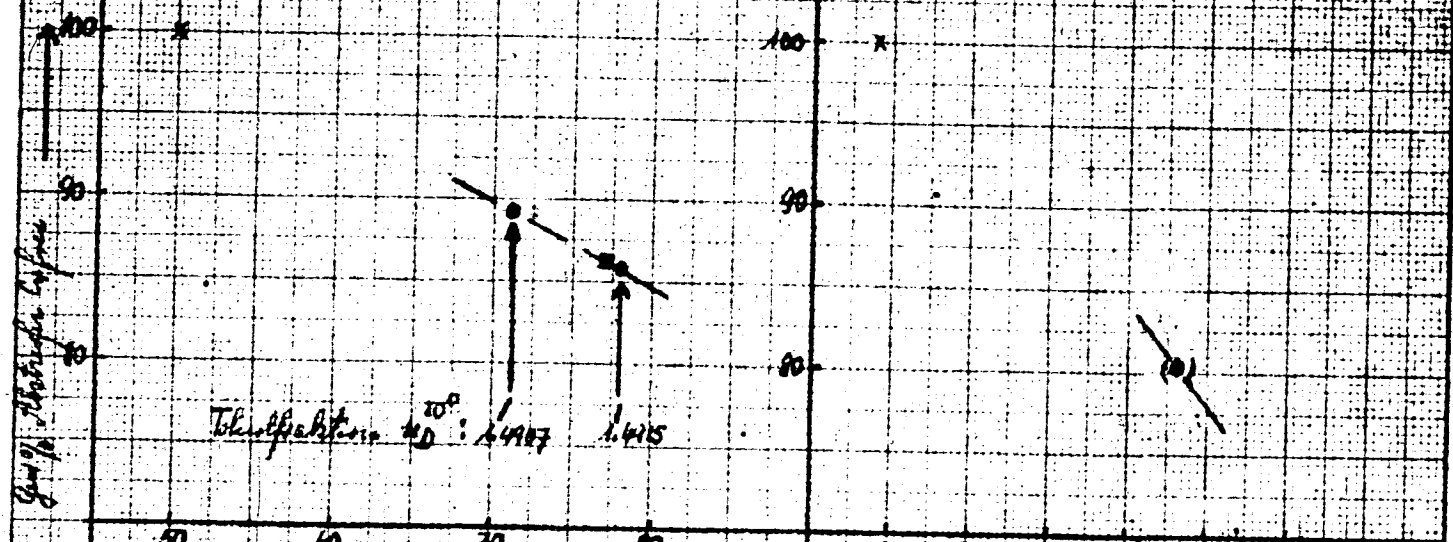
DHD - II. Stufe

Auswertung aromatischer - Polytetrafluorethylen - DHD - Stoffe

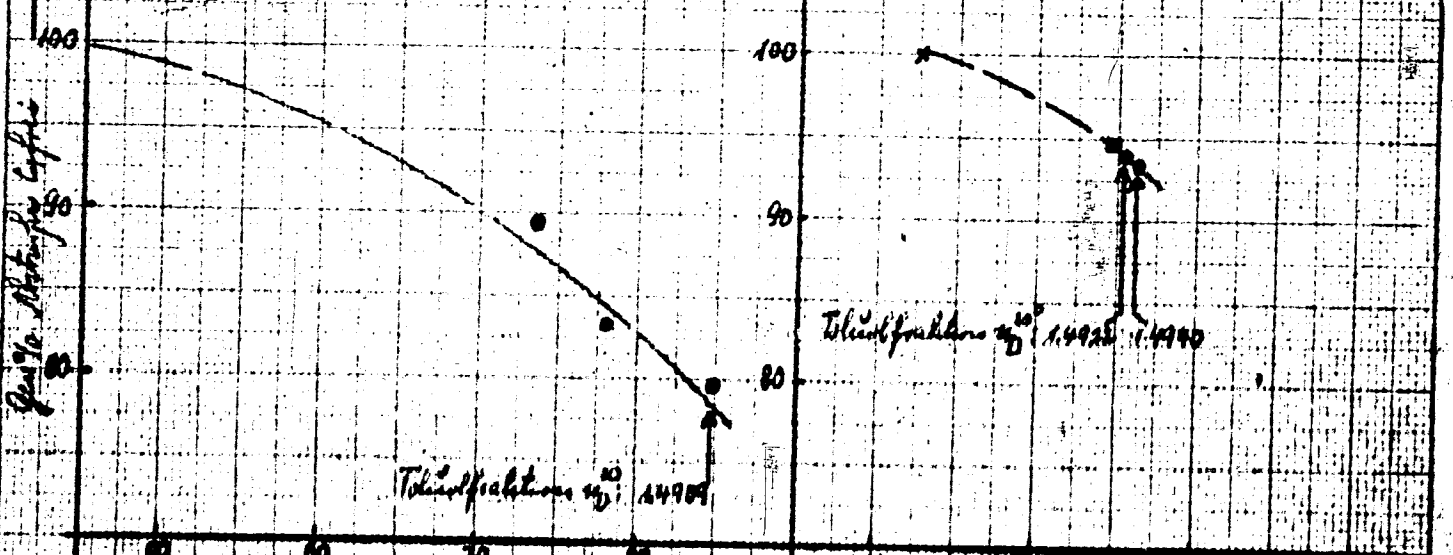
711

Prozent:	10	25
Quantität:	0.5	0
	0.5	

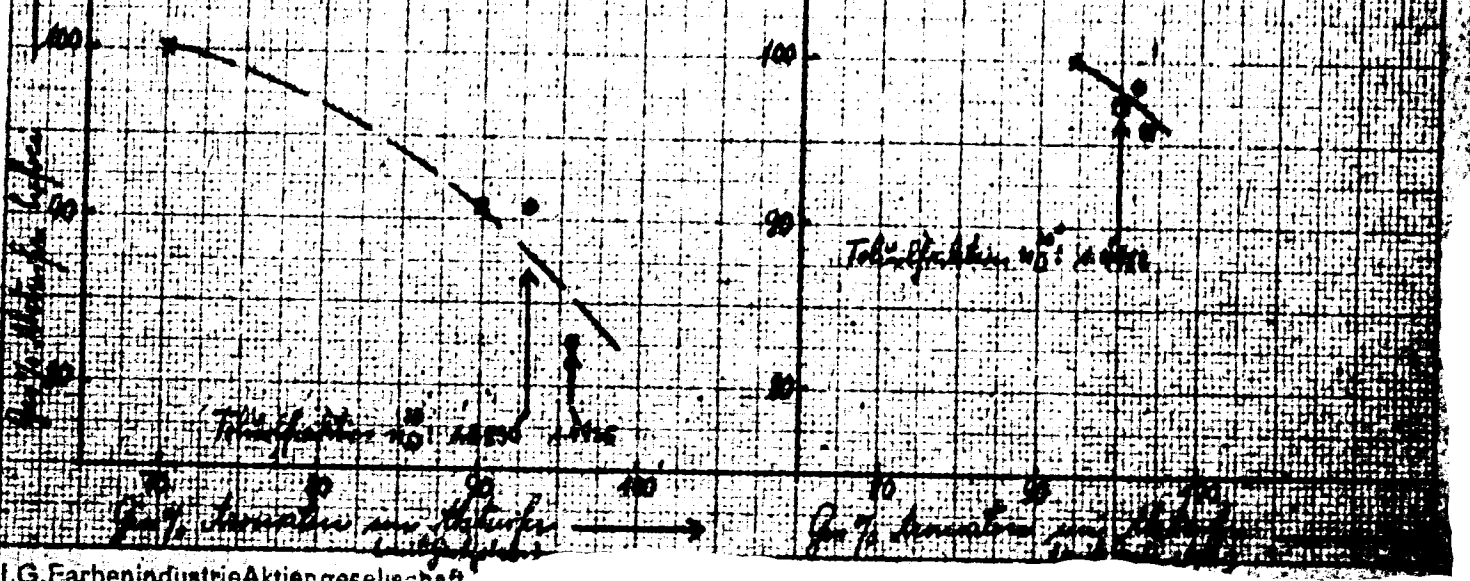
DHD - Fraktion: 75-85°C (9.6% v. verd. stoff. DHD) DHD - Fraktion: 85-95°C (4.5% v. verd. stoff. DHD)



DHD - Fraktion: 95-105°C (7.3% v. verd. stoff. DHD) DHD - Fraktion: 105-115°C (23.3% v. verd. stoff. DHD)



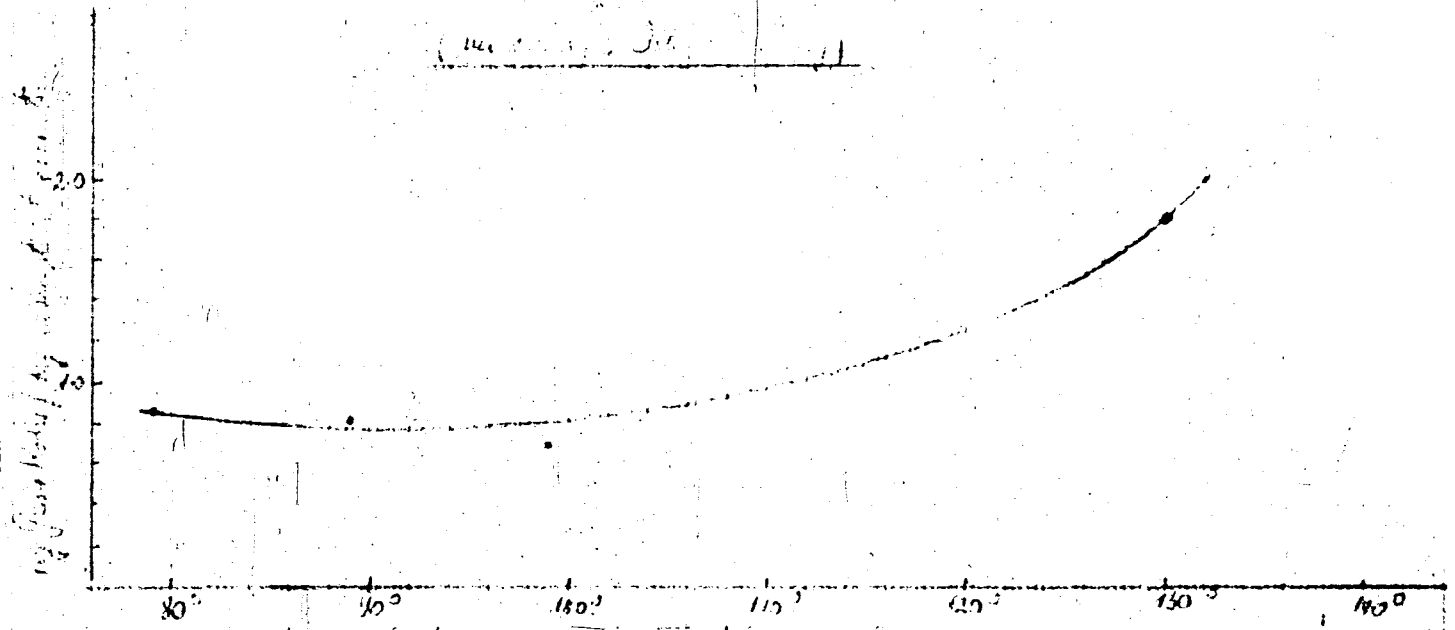
DHD - Fraktion: 115-135°C (9.2% v. verd. stoff. DHD) DHD - Fraktion: 135-145°C (11.2% v. verd. stoff. DHD)



By the use of the following formulae...

...the following results were obtained for the fractionation...

(continued)

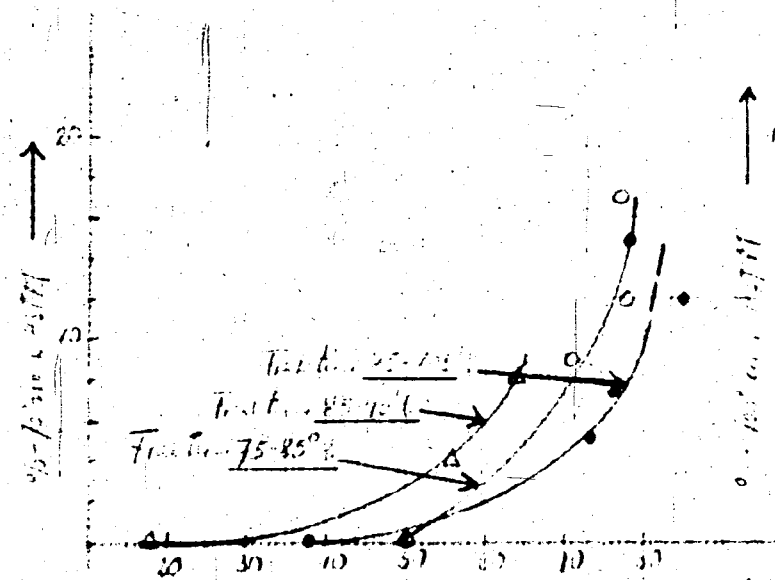


...the following results were obtained for the fractionation...

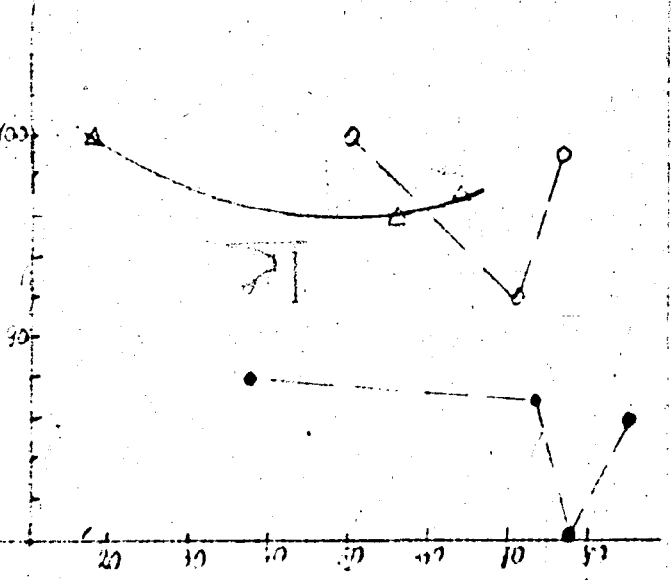
Successive fractions were obtained by the use of 75-85, 85-95, 95-100, and 100-110% of the total hydrocarbon...

- Legend: ○ Fraction 75-85%
- △ " 85-95%
- " 95-100%

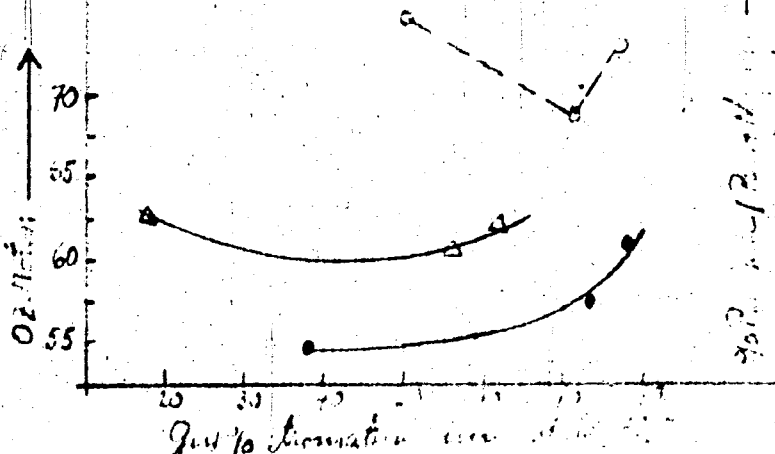
75-85% of total hydrocarbon...



75-100% of total hydrocarbon...



85-95% of total hydrocarbon...



95-100% of total hydrocarbon...

