

3. Januar 1960

Zurück an
Vorzimmer Dr. Dr. Pior

Vorhydrierung von Steinkohlemittelöl mit E 7424 (als O₂-10⁴ mg)

Zusammenfassung

In einem 1-ltr-Ofen wurde bei 250 Atm. Druck Steinkohle-
mittelöl aus Scholven mit Durchsatz 1,0 m³/hr/Std. ohne und
mit Sumpfohasebenzin vorhydriert.

Bei 125°C zeigte ein Versuch während 16 Tagen keine ab-
klingen. Hierbei war 1% P 471 zugesetzt. Weitere Versuche wur-
den ohne E 471 und mit höheren Temperaturen bis 500°C durchge-
führt. Einem Überblick über die hierbei erhaltenen Ergebnisse
zeigt Abb. 1.

Die erhaltenen Produkte waren stets gut raffiniert. Die
Sumpfohasebenzin war besser als bei E 5358 und 6711, das erhaltene
Mittelöl aber wasserstoffärmer, lässt also bei der Benzini-
erung mit 6434 ein klobfesteres Benzol erwarten.

Die 7424-Mittelöle wurden in einem Ofen mit 0,5 ltr.
E 6434 benzinert (hierüber wird besonders berichtet). Die
Mittelöle ließen sich über 6434 gut verarbeiten, das bei
erhöhter Temp. gegenüber den bei höheren Temperaturen verarbeiteten
etwas schlechtere Leistung. Nach einer praktischen Verleib-
prüfung wurde mit 50%iger E 650, gab es aber die gleiche Lei-
stung wie die anderen bzw. als 1-3. mit 6711 vorhydrierte
Mittelöle.

Vorteile des E 7424 sind also, dass ein wasserstoffreiches
Produkt bei guter Raffinationszahl liefert. Bei Zusatz
sehr verdünnt; es enthält nur die Dosis an E 7424, die
10% der aktiven Masse von 7424.

Handwritten initials or notes at the bottom left.

Versuchsergebnisse.

Solvener Steinkohleverflüssigungsmittel bei wurde in einem Ofen mit 1 Ltr. K 7424 ($Al_2O_3 + 10\% H_2O$) bei 250 Atm. Druck und Durchsatz 1,0 kg/Ltr/Std. vorhydriert. Zeitweise wurde auch das zugehörige Sumpfythacbenzin zugesetzt.

Bei $425^\circ C$ liegt ein Versuchsabschnitt vor, der nach 5 Betriebstagen am Anfang - hier liess die Hydrierung etwas nach, die Phenolreduktion besserte sich - während 13 Betriebstagen (von Stunde 120-500) ohne Abklingen lief. Dies zeigt die Tabelle I in der Anlage. Während dieser Zeit wurde 1,5 CS_2 zugesetzt.

Danach wurde ohne CS_2 -Zusatz gefahren. Hierbei war die Hydrierung schwächer, die Raffination (Phenole, N) ebenso gut.

Die wichtigsten Eigenschaften der hierbei erhaltenen Produkte und Versuchsdaten enthält die folgende Tabelle, in der Zahlen für E 5058 und K 6711 mit K 7424 verglichen sind.

Kontakt	7424			zum Vergleich				
	K 5711a ²⁾			K 50583 ¹⁾				
Zusatz % D471	1	1	0	1	1	1	1	1
Temperatur °C	425	425	425	430	430	425	398	390
Durchsatz	1,0	1,1	1,0	0,3	1,0	0,98	0,82	1,74
Stumpfphase								
Si in Bin	nein	ja	nein	nein	ja	nein	nein	ja
spritzung								
% Vergasung/ Einspritzung	1,5	-	1,4	0,6	0,6	2,7	0,3	0,7
Im Anfall:								
Gew. % Benzol	13,3	18,2	12,7	23,7	31,0	37	20	78
Benzol:								
spez. Gew.	0,775	0,768	0,780	0,804	0,782	0,794	0,793	0,776
d.p. °C	23	33	26	11	25	41	28	36
% bis 100°	50,5	60	33	17,5	40	30	17	25,3
Endpunkt °C	125	120	142	184	147	169	160	180
H disp.	-	16,0	-	14,45	15,5	16,5	15,7	12,8
% Anionen	16	11,5	10,5	30	22,0	14,5	10	65,5
OZ Res.	72,1	72,5	75,2	1,2	17,5	69	66	67,5
OZ Tot.	70	70	62	70	68	67	66	67
OZ W.C.O.9 F3	81,5	89	82,5	83	83	0,1 F3	0,1 F3	0,1 F3
Mittelöl:								
spez. Gew.	0,904	0,900	0,912	0,898	0,893	0,896	0,888	0,89
Abkling °C	6	6,5	1	21	23	40	34	31
EOY-P. °C	235	235	435	245	245	187	191	208
Endpunkt °C	304	305	308	2310	314	305	308	313
H disp.	12,8	-	-	13,5	13,0	15,1	14,1	-
% Phenole	0,015	0,004	0,011	0,09	0,04	0,03	0,03	-
M.F.	0,012	0,01	0,011	-	-	-	-	-

7424 liefert Vorfraktionierungsbenzin, die geringere Raffinerie sind. Ein Vergleich dieser Benzine mit den mit K 5711 und 50583 gehaltenen zeigt wegen des niedrigeren Endpunktes der Benzine nur ein tieferen Siedebeginn des Steinkohlensittelöls (für 7424 bei 125 °C, für 5711 bei 200 °C) nicht ganz einseitig. Die Benzine gleichen

1) OZ von etwa 100er abgegrenztem Benzin.
 2) 775 Res., 22% W.C., 2% H.C.; vgl. auch Stoffl. 127041 v. 24. 10. 1939, entspricht mit 5711.
 3) Vgl. Vierteljahrsbericht v. 15. 9. 1936, Versuchsb. Daimler-Benz 1936, 5-101-010.

etwa den mit K 5711 erhaltenen. Bei gleichzeitiger Raffination
das Schnupfbrenns ist das 7424-Mittelöl sogar klaffender.
Hiergegen sind bei der Mittelöl die Unterschiede deutlich
K 7424 liefert, wie Anilinpunkt und η disp. zeigen, wesentlich
wasserstoffärmere Mittelöle bei besserer Thermoreduktion als
K 5711 und 5055. Der Stickstoffgehalt der bei 425°C mit K 7424
erhaltenen Mittelöle liegt bei etwa 0,01, die Mittelöle lassen
sich ohne weiteres über 6434 vermindern. Eine deutliche Verbes-
serung der Leistung trat jedoch ein, wenn das Mittelöl mit
Schwefelsäure von nur 50 % Konz. praktisch ohne Verlust gewaschen
wurde¹⁾, oder wenn (vgl. u. u.) die 7424-Verhydrolierung bei höherer
Temperatur (442°C) durchgeführt wurde. Aber die 6434-Verhydrolierung
der Mittelöle in einem 0,5-ltr.-Ofen wird besonders berücksichtigt.

Das 7424-Mittelöl wurde auch auf seine Eignung als Dieselöl
untersucht. Es dürfte für sich allein hierzu erwartungsgemäß
wenig geeignet sein, da seine Cetanzahl nur bei 20 liegt. Die
tiefe Stockpunkt (unter -40°C), die höhere Reinheit (unter 7,04
g/l u. c.) und das hohe spez. Gewicht (0,90) lassen es aber viel-
leicht für Spezialzwecke als Zusatz geeignet erscheinen.

Neben der Versuch bei 425°C kein Abklingen von 100
erhalten hatte, wurde der Einfluß höherer Temperaturen (500
171 (Satz) untersucht. Die Versuchsergebnisse sind in
4 und Abb. 2. Die zur Temperatur von 500°C war die Raffination
des K-Mittelöls für die Verarbeitung über 6434 anzuwenden.

1) Auf diese Weise wurden 50 ltr. Mittelöl gewaschen
und dann mit K 6434 verhydroliert. Weitere Details
siehe das Raffination mit 50 % Schwefelsäure

Einen Überblick über die Temperaturabhängigkeit der Reaktion gibt Abb. 3. Mit zunehmender Temperatur nimmt die Spaltung (Benzol-konzentration und Vergasung) zu. Der Aromatengehalt und die Ozon-der Benzins steigt, während das Mittelöl bei etwa 450°C den höchsten Anilinpunkt hat und unter sowie oberhalb dieser Temperatur wasserstoffärmer ist.

Ganzleitet:
Dr. Fiser
Dr. Bala
~~Dr. ...~~

Handwritten notes:
Benzol
Benzol
Benzol

Anlage: 4 Tabellen
3 Seiten

Ordn. 315: Vorkostenrechnung, hier Konten 17424.

(Debitkonten 0-550)

	17.11.	19.11.	21.11.	24.11.	26.11.	2.12.	6.12.
	71	142	190	662	310	451	550
	Z.P.	B.V.	Z.P.	B.V.	Z.P.	B.V.	Z.P.
Abrechnung	1271 v. 1271 v.	1271 v. 1271 v.	1271 v. 1271 v.	1271 v. 1271 v.	1271 v. 1271 v.	1271 v. 1271 v.	1271 v. 1271 v.
	20.10. 250	20.10. 450	21.11. 250	21.11. 425	21.11. 250	21.11. 425	21.11. 250
	425	425	425	425	425	425	425
	1	1	1	1	1	1	1
	3	3	3	3	3	3	3
	1	1	1	1	1	1	0
	0,12	0,13	0,12	0,14	0,17	0,12	0,12
	25	11	12,7	15	18	13	13
	-	1,7	-	-	1,0	ab-3,3	ab-1,1
	29,8	29,5	29	29,5	33	29,2	25,2
	12,2	3,5	2,5	5,6	6,5	5,7	1,0
	10,12	-	0,006	0,006	0,004	0,015	0,011
	0,002	-	0,01	-	0,01	0,012	0,017
	0,006	0,09	0,708	0,777	0,710	0,775	0,775
	95	67	81	167	140	167	167
	-	2,7	1,6	2,1	1,5	2,1	2,1
	24/27,2	27/27,5	11/29	15/29	20/29	20/29	20/29
	-	7,9	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5
	-	7,9	1,5	1,5	1,5	1,5	1,5

Versuche zur Refinement von 7424-b-Mittelöl mit H_2SO_4

b-Mittelöl vom 21.11.1939, 425°C , 15°P 471.

Gesamtprodukt spez. Gew. 0,907/ 15°C

Stickstoff 0,013 %.

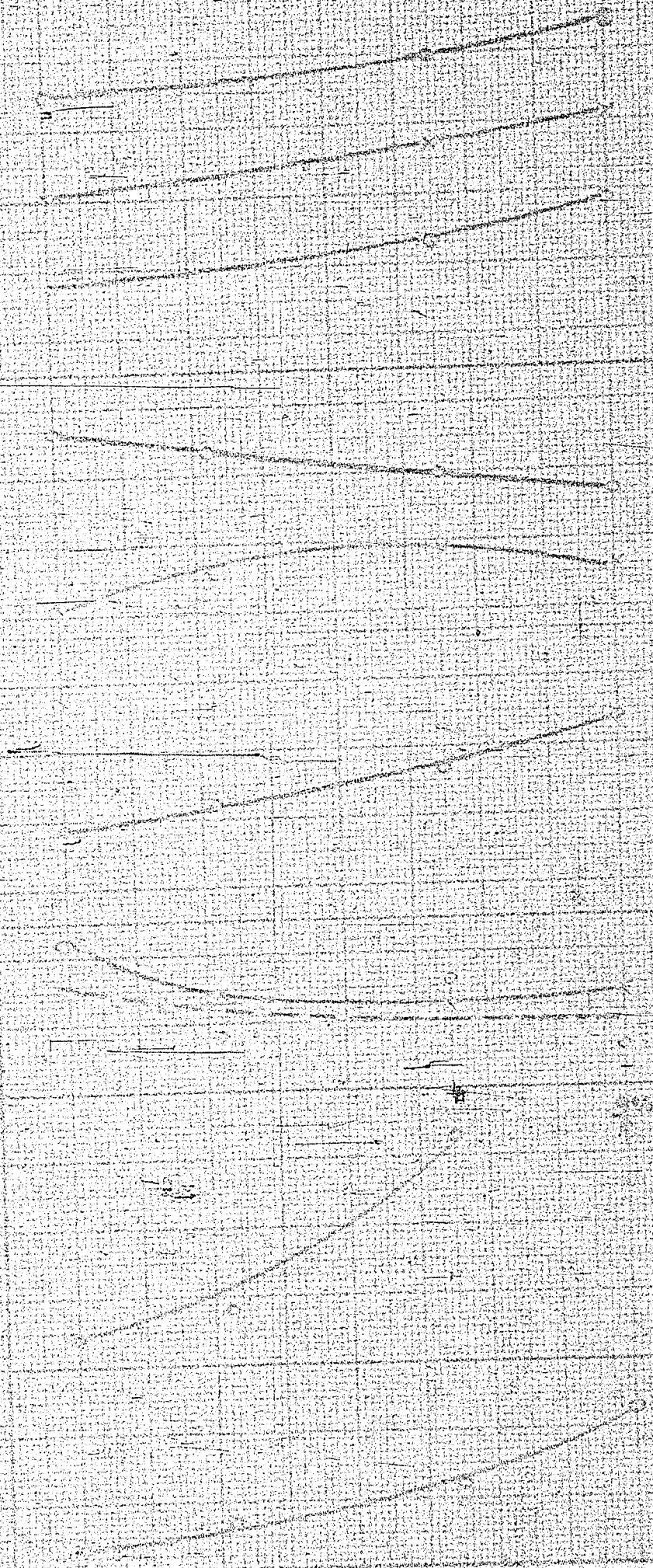
	$1 \times 10^4 \text{ H}_2\text{SO}_4$	$1 \times 10^4 \text{ H}_2\text{SO}_4$	$1 \times 10^4 \text{ H}_2\text{SO}_4$
500 con raffiniert	100%	20%	95%
erhalten	100%	100%	99,0%
Raffinationsverlust	-	-	1,0%
ausgewaschen mit $\text{NaOH}/\text{H}_2\text{O}$	500 con	500 con	495 con
erhalten	99,0%	99,0%	99,0%
Waschverlust	1,0%	1,0%	1,0%
spez. Gew./ 15°C	0,907	0,907	0,905
Stickstoff %	0,012	0,009	0,007

Dieselöl-Untersuchung des h-Mittelöls.

(125°C, 1,0 Durchsatz, 440 Betriebsstunden, ohne Sumpfasebenzin)

Spez. Gewicht/20°C	0,900
Anilinpunkt °C	-72
% Phenole	0,07
Stoßpunkt °C	unter -40
Viskosität °S/20°C	1,08
Ötanzahl	26
% C	88,62
% H	11,74
% O	0,03
% S	unter 0,01
H-disp.	2,79
ASTM-Siedekurve:	
Beginn °C	158
1 bis 170°C	2,0
1 bis 190°C	3,0
1 bis 210°C	4,0
1 bis 225°C	5,0
1 bis 250°C	6,5
1 bis 275°C	8,0
1 bis 300°C	9,5
Endpunkt °C/%	308/82,5
1 Rückstand	1,5

Handwritten notes at the top of the page, possibly including a title or date.



Continued from page 100
110 160 180 500