

, den 7. Mai 1938. 7378

Herrn Drehschmidt

Betr.: Sonderuntersuchungen an Produkten der Spaltanlage
während der Laufzeit vom 30. III. bis 15. IV. 38.

I. Rückstand.

Der Rückstand aus der Flashkolonne wurde 2 mal, am 31. III. und 7. IV. etwas genauer untersucht. Ausser spez. Gewicht, Stockpunkt und Normalanalyse wurde eine Vakuumdestillation durchgeführt bei 10 - 15 mm Druck und von den einzelnen Fraktionen spez. Gewicht, Stockpunkt und Olefingehalt bestimmt. Die erhaltenen Zahlen sind in Tabelle I und II und Figur 1 - 3 zusammengestellt. Die beiden Rückstände unterscheiden sich im wesentlichen nur durch das spez. Gewicht im Originalzustand, das am 31. III. 0,845 und am 7. IV. 0,897 betrug. Auf Figur 1 sind die spez. Gewichte der einzelnen Fraktionen im Vergleich zu denen der Normal-Paraffine und Normal-Olefine dargestellt. Vom Siedebeginn an liegt das spez. Gewicht höher als das der entsprechenden Fraktionen der Paraffine, verläuft aber parallel zur Paraffinkurve. Von 340° an steigt das spez. Gewicht sehr stark an, weit über das Gebiet der paraffinischen Kohlenwasserstoffe hinaus. Im Zusammenhang mit der Siedeanalyse ergibt sich demnach, dass rd. 50 % des Spaltrückstandes aus zyklischen, vermutlich vorwiegend aromatischen Kohlenwasserstoffen bestehen, wie auch aus dem niedrigen Stockpunkt, im Vergleich zu dem der Normal-Paraffine hervorgeht. (vergl. Fig. 2) Es ist im übrigen klar zu erkennen, dass der Aromatengehalt des Spaltrückstandes vom 7. deutlich höher ist als im Rückstand vom 31.

II. Spaltgas.

Zu Beginn der Laufzeit der Spaltanlage bis einschl 4 IV. wurde das bei der Stabilisation anfallende Rückgas und flüssige Gasol gesondert abgeführt und nicht dem

Umlaufgas zugemischt. Das eigentliche Spaltgas hatte während dieser Betriebsperiode an den einzelnen Tagen die in Tabelle III angegebene Zusammensetzung. Für die Analysen vom 31. III. bis 3. IV. wurde das Spaltgas direkt analysiert. Am 4. IV. wurde eine Vergleichsbestimmung durchgeführt und nebeneinander das Spaltgas direkt analysiert und 2. die Gasolbestandteile durch Aktiv-Kohle angereichert. Die Übereinstimmung beider Analysen ist befriedigend bis auf Butan, von dem bei der Anreicherung über die Aktiv-Kohle 1,9 % gefunden wurde, während die direkte Analyse kein Butan ergab. Bei der späteren Analyse ist auch diese Differenz verschwunden, so dass man bis auf gelegentliche Kontrolle die Spaltgasanalysen auch ohne Anreicherung über die Aktiv-Kohle durchführen kann. Die Trennung der gesättigten C_3 und C_4 Kohlenwasserstoffe wurde wie üblich mittels Absorption in Jodpentoxyd vorgenommen.

Während dieser Betriebs-Periode wurde am 4. IV. auch das Gesamtpaltgas untersucht, das neben dem eigentlichen Spaltgas, die bei der Stabilisierung anfallenden gasförmigen Anteile enthält.

Die einzelnen Analysen ergeben auch untereinander gute Übereinstimmung, die sich besonders bemerkbar macht bei dem Gehalt an Ungesättigten in den einzelnen Kohlenwasserstoffen. (vergl. Tabelle III, die letzten Spalten.)

Vom 5. IV. ab wurde das flüssige Gasol dem Umlaufgas zugegeben. Vom 6. bis 9. wurden nochmals genauere Analysen des Spaltgases vorgenommen, deren Ergebnisse in Tabelle IV dargestellt sind. Am 7. ist nochmals eine Kontrolle der Analysenmethode vorgenommen worden, indem das Spaltgas einmal direkt und einmal nach Durchgang durch Aktiv-Kohle analysiert wurde. Wie aus Tabelle IV hervorgeht, stimmen die Ergebnisse der beiden Analysemethoden sehr gut überein. Im Vergleich zur ersten Fahrperiode ist der Gasolgehalt 3 bis 4 % höher. Im einzelnen ergeben die Analysen keine grösseren Unterschiede gegenüber der Fahrweise ohne Zusatz des Gasols.

Da vom 10. IV. ab das Rückgas der Butananlage mit dem Gesamtpaltgas zusammen weggeleitet wurde, konnten keine weiteren Gesamtpaltgasanalysen, ausser eine ^{vor der Umstellung} am 10. IV.,

(s. Tabelle IV) durchgeführt werden. Zur Vervollständigung der Untersuchungen wurde dann aber noch das Gasol aus dem Rückflussbehälter, das Abblasegas aus der Vorlage und das Rückgas von der Stabilisierung analysiert. (vergl. Tabelle V) Auffällig ist in dem Abgas der Vorlage 12 der recht beträchtliche Gehalt an Butylen. Ebenso ist auch in dem Rückgas der Stabilisierung der Gasolgehalt sehr hoch, etwa 60 Vol. %. Vom Flüssiggasol aus dem Rückflussbehälter wurde das Litergewicht einmal direkt bestimmt und dann aus der Analyse berechnet. Das aus der Analyse berechnete Ltr. Gewicht ist etwa 3 % niedriger als das direkt gefundene, was darauf hindeuten würde, dass der Gehalt an C_4 Kohlenwasserstoffen zu niedrig ist. Da die gleiche Erscheinung auch bei einem normalen Treibgas gefunden wurde, sind weitere Untersuchungen z. Zt. im Gange, um aufzuklären, woher diese recht erhebliche Differenz kommt.

Da die Spaltgasanalysen mit und ohne Zugabe von Flüssiggasol zum Umlaufgas keine sehr hohen Differenzen zeigten, wurde aus den Protokollen die Spaltgasmenge nach den stündlichen Ablesungen ermittelt. Es ergibt sich daraus, vom 31. III. bis 4. IV. einschl., eine Spaltgasmenge von $184 \text{ m}^3/\text{Std.}$ bei einem Rohöleinsatz von $4,4 \text{ m}^3/\text{Std.}$ und vom 6. IV. bis 13. IV. eine Spaltgasmenge von $181 \text{ m}^3/\text{Std.}$ bei einem Rohöleinsatz von $3,8 \text{ m}^3/\text{Std.}$ Da demnach auch die Spaltgas mengen keine grossen Unterschiede zeigen, lässt sich aus vorliegenden Untersuchungen nicht ableiten, dass eine Zerstörung des Gasols beim Durchgang durch die Spaltenanlage stattgefunden hat. Das lässt sich nur durchführen, wenn man die vorliegenden Untersuchungen für das Gesamtpaltgas durchführt, wie es für die nächste Betriebsperiode vorgesehen ist.

III. Spaltbenzin.

Das rohe, stabile Spaltbenzin hatte im Laufe der gesamten Betriebsperiode Oktanzahlen zwischen 57 und 67. Die Verschiebung dieser Oktanzahlen war aber nicht vom Gasolsatz abhängig, da, wie aus Figur IV. hervorgeht, eine direkte kurvenmässige Beziehung zwischen Kennziffer und Oktanzahl besteht. Ordnet man auf diesem Diagramm auch die Benzine früherer Betriebsperioden ein, so ergibt sich, dass sie auch im wesentlichen auf die aufgetzeichnete Kurve fallen, d.h. dass also die Oktanzahl des Spaltbensins in etwa abhängig

- 4 -
ist von der Fahrweise des Ofens und der Reaktionskammer.

Zur genaueren Kennzeichnung der Eigenschaften des Spaltbensins wurde ^{an} 2 Tagen in eng geschnittenen Fraktionen aufgeteilt und die einzelnen Fraktionen etwas genauer untersucht. Die erhaltenen Zahlen sind in Tabelle und Figur 5 u. 6 zusammengestellt. Eigentümlich ist für beide Proben übereinstimmend, das starke Anwachsen der Fraktionen über 140°, was sich vermutlich mit einer stärkeren Zunahme von ungekrackten Anteilen erklären lässt. In Zusammenhang damit, fällt auch der Olefingehalt von 140° an sehr stark ab. Der Grund, weshalb die Probe vom 8. in fast sämtlichen Fraktionen ein höheres spez. Gewicht zeigte als die Probe vom 2., könnte bei einer stärkeren Aromatisierung zu suchen sein, für die sich neben dem spez. Gewicht ein weiterer Anhaltspunkt in dem etwas niedrigen Anilinpunkt aller Fraktionen findet. Ebenso ist auch das Produkt am 8. trotz niedriger Kennziffer etwas schwerer als das Produkt vom 2.. Auch der Anilinpunkt liegt 4,5° niedriger. Die Untersuchungen werden fortgesetzt, um einen weiteren Einblick in die Konstitution der Spaltbensins zu gewinnen.

K. W.

Ddr. H. Dir. Dr. Hagemann
H. Dir. Alberts
H. Dr. Feist
Betr. Kontrolle

Rückstand aus der Spaltanlage vom 31. III. 38. 13^{oo}h.

Spez. Gewicht: 0,845/15^oC

Stockpunkt: + 11^o

Durchschnittszahlen der Spaltanlage 30. III. - 4. IV. 38

Spez. Gewicht: 0,846/15^oC

Siedebeginn: 271^oC

b/360^oC : 77,0 %

Vakuum-Destillation b/10 mm Hg.

Ausbringen: 86,40 %

Nachlauf: 0,50 %

Rückstand: 12,95 %

Verlust: 0,15 %

F r a k t i o n e n :

von-bis b/10 mm Hg	von-bis i. Normalzust. G	gemittelt G	Ausbringen Gew. %	Spez. Gew. /15 ^o C	Stgckpkt. G	Glefine %
134-150	270-290	280	7,73	0,792	- 6,5	20,0
150-170	290-312	301	23,95	0,800	+ 2,5	20,0
170-180	312-326	319	11,08	0,808	+ 11,0	20,0
180-185	326-334	330	8,45	0,812	+ 13,8	20,0
185-190	334-339	337,5	8,20	0,813	+ 16,5	20,0
190-195	339-345	342	7,20	0,822	+ 18,0	22,0
195-215	345-372	358,5	10,77	0,842	+ 22,0	26,0
215-225	372-383	377,5	4,22	0,885	+ 24,0	40,0
225-260	383-427	405	4,80	0,936	+ 24,5	58,0

Rückstand aus der Spaltanlage 7. IV. 38. 7³⁰ h.

Spez. Gewicht: 0,897/15°C

Stockpunkt: + 8,5°C

Normal-Destillation

70 - 80 % bis 360°

Vakuum-Destillation

Ausbringen:	78,90 %
Nachlauf:	0,50 %
Rückstand:	20,28 %
Verlust:	0,32 %

F r a k t i o n e n :

von-bis °/mm Hg. °C.	Normalgu- stand: °C	gemittelt: °C	Ausbringen: %	Spez. Gewicht: b/15°C	Stockpkt. °C	Olefine %
120-140/15	245-276	260,5	2,95	0,793	- 14,5	22,0
140-160/15	276-293	284,5	5,65	0,814	- 3,5	22,0
160-170/15	292-306	299,0	8,17	0,820	+ 4,5	24,0
170-180/15	306-319	312,5	9,53	0,827	+ 9,2	24,0
180-190/15	319-331	325,0	11,75	0,832	+ 13,8	24,0
190-200/15	331-340	335,5	13,55	0,838	+ 18,0	28,0
192-200/10	340-350	345,0	5,78	0,860	+ 21,5	30,0
200-210/10	350-367	358,5	5,65	0,868	+ 22,0	36,0
210-230/10	367-390	378,5	5,00	0,910	+ 24,5	48,0
230-298/10	390-472	431,0	10,87	0,925	+ 26,5	74,0

*Rudolbergin Aktien-Gesellschaft
Eberhausen-Holten*

Gesamtanalyse
einschl. Kuckgas u.
Abblasegas.

Gesolbestandteile
durch A. Kohle unge-
reichert.

	<u>31. III.</u>	<u>1. IV.</u>	<u>2. IV.</u>	<u>3. IV.</u>	<u>4. IV.</u>	<u>4. IV.</u>	<u>4. IV.</u>
CO ₂	0,2 %	0,1 %	0,2 %	0,2 %	0,1 %	0,3 %	0,3 %
O ₄ H ₈	4,5 %	5,3 %	4,7 %	3,4 %	5,7 %	3,7 %	9,3 %
O ₃ H ₆	8,4 %	7,4 %	7,6 %	9,5 %	7,2 %	8,1 %	10,8 %
O ₂ H ₄	11,3 %	11,1 %	10,6 %	11,6 %	11,8 %	10,8 %	10,9 %
O ₂	0,4 %	0,3 %	0,3 %	0,2 %	0,2 %	0,3 %	0,2 %
CO	0,7 %	1,3 %	1,8 %	1,1 %	1,3	1,2 %	0,9 %
H ₂	2,8 %	2,0 %	2,5 %	1,9 %	1,8 %	2,1 %	0,6 %
O ₂ H ₁₀	---	2,7 %	---	0,3 %	---	1,9 %	2,7 %
C ₂ H ₆	4,7 %	3,3 %	5,1 %	3,4 %	4,5 %	3,4 %	9,8 %
C ₂ H ₄	23,4 %	18,7 %	20,4 %	19,5 %	21,6 %	19,0 %	21,7 %
C ₂ H ₂	41,2 %	46,9 %	45,7 %	45,9 %	44,8 %	40,2 %	23,2 %
H ₂	2,7 %	0,7 %	1,1 %	1,0 %	1,0 %	1,9 %	1,6 %
Gesamt Vol. %	17,3	18,9	17,4	18,6	17,4	17,1	40,6
intr. Gew.	1,187	1,178	1,163	1,178	1,182		1,497

Vol. Ungee.
Leb. K. Vol.

O ₄	100 %	67 %	100 %	92 %	100 %	66 %	77,5 %
O ₃	66 %	69 %	60 %	64 %	51,5 %	70,5 %	66 %
O ₂	33 %	37 %	34 %	37 %	35 %	36 %	35 %

Gesamtgas
einschl. Rückgas
u. Ablassgas

Spaltgas

Gasolbestandteile
d. A. Kohle unge-
reichert.

Rubbenzin-Abdinggesellschaft
Oberhausen-Holten

	6.4.38	7.4.38	7.4.38	8.4.38	9.4.38	10.4.38
CO ₂	0,2 %	0,1 %	0,1 %	0,1 %	0,1 %	0,2 %
C ₄ H ₈	5,1 %	7,0 %	6,7 %	6,7 %	4,4 %	4,8 %
C ₃ H ₆	9,2 %	8,0 %	8,0 %	8,3 %	9,8 %	19,7 %
C ₂ H ₄	11,3 %	10,6 %	11,3 %	10,4 %	10,5 %	9,7 %
O ₂	0,3 %	0,1 %	-----	0,1 %	-----	0,4 %
OO	0,9 %	1,1 %	1,1 %	1,3 %	1,2 %	1,0 %
H ₂	0,6 %	2,0 %	2,1 %	2,1 %	1,9 %	0,5 %
H ₂	2,2 %	0,3 %	0,2 %	-----	-----	-----
C ₄ H ₁₀	3,4 %	7,1 %	7,5 %	7,6 %	71,7 %	14,1 %
C ₃ H ₈	22,2 %	21,1 %	19,8 %	19,5 %	-----	20,9 %
C ₂ H ₆	43,6 %	42,0 %	42,5 %	43,0 %	-----	26,6 %
C ₂ H ₄	1,0 %	0,6 %	0,7 %	0,9 %	0,4 %	2,1 %
H ₂	19,9	22,4 %	-----	22,6 %	-----	38,6 %
Gasol Vol. %	1,206	1,213	-----	1,220	1,216	-----
Ltr. Gew.						

Vol. % Unge- l. d. K.W. Stoffen	6.4.38	7.4.38	8.4.38	9.4.38	10.4.38
C ₄	70 %	96 %	100 %	100 %	100 %
C ₃	73 %	53 %	52 %	52 %	58 %
C ₂	34 %	33 %	35 %	35 %	32 %

	Gasol aus Rückfluss- behälter der Stabili- sation. (Spaltbenzin) 12. IV. 38.	Rückgas v.d. Stabi- lisation. (Spalt- benzin) 13. IV. 38	Abgas aus Vorlage 12. (unstabil. Spaltben- zin) 13. IV. 38
CO	0,4 %	0,2 %	0,2 %
C ₄ H ₈	23,4 %	11,4 %	8,7 %
C ₃ H ₆	30,4 %	26,8 %	8,8 %
C ₂ H ₄	3,4 %	8,9 %	12,0 %
O ₂	---	---	---
CO	0,5 %	0,8 %	1,2 %
H ₂	---	---	0,4 %
C ₄ H ₁₀	5,7 %	3,6 %	---
C ₃ H ₈	27,5 %	17,3 %	9,3 %
C ₂ H ₆	7,4 %	21,9 %	23,6 %
CH ₄	1,3 %	9,3 %	34,7 %
N ₂	---	---	1,1 %
Gasol %		58,9 %	26,8 %
Ltr. Gew. aus Analyse berech.	2,007		
Ltr. Gew. gef. (Dumas)	2,073		

1. % Unges.
i. d. K. W. - Stoffen

C ₄	80 %
C ₃	53 %
C ₂	31,5 %

Reines Spaltbenzin stabil. Vorlage 20 vom 2. IV. 18.
In Abschnitten von 20 zu 20° C fraktioniert.

Konstanten	Vol. %	Gew. %	Spez. Gew. 19° C	Olefin	Anilinpt.	Jedzahl	Refrakt. ° C	O. S.
0 - 40° C	4,1	3,7	0,655	77,5	23,3	263	1,3775/20,2	91,5
40 - 60	12,9	11,9	0,663	79,0	22,9	279	1,3839/19,8	91,5
60 - 80	9,8	9,4	0,694	81,5	18,6	276	1,3970/19,9	85,5
80 - 100	6,85	6,8	0,718	81,0	18,7	251	1,4080/20,0	79
100-120	7,1	7,25	0,735	79,0	24,0	225	1,4160/20,0	—
120-140	6,1	6,3	0,742	75,0	30,9	197	1,4197/20,0	—
140-160	10,1	10,45	0,746	66,0	45,4	150	1,4205/20,6	40
160-180	19,4	20,0	0,748	44,5	60,3	81	1,4198/20,6	19
180-200	17,5	18,2	0,753	31,0	68,7	56	1,4219/20,6	—
200-204	0,5	0,54	0,765					
Ausgangspod.			0,722	63,0	43,0			

Bis 200° sind übergegangen: 93,85 Vol. % 94,0 Gew. %
Bis 204° sind insgesamt übergegangen 94,35 Vol. % 94,54 Gew. %

Rückstand: 1,15 Vol. % 1,3 Gew. %
Verlust: 4,50 Vol. % 4,16 Gew. %

9500 cm³ angewandt.

Erzeugnis: **Rohes Spaltbenzin- stabil.**

Anlage:

Verlage 20

Wag.Nr.

Farbe: gelb	Siedeverhalten (A. S. T. M.) (Engl.-Ubbel.)	
Geruch:	Beginn: 36 °C	— 200° % 5% °C
Spez. Gew.: 0,722/15°	— 30° %	— 210° % 15% °C
H ₂ SO ₄ Reakt:	— 40° 1,5 %	— 220° % 25% °C
Dimethylsulfatzahl:	— 50° 5,0 %	— 230° % 35% °C
1efine: 63 %	— 60° 9,5 %	— 240° % 45% °C
Anilinpunkt (Orig.): 43° C.	— 70° 15,0 %	— 250° % 55% °C
„ (entarom.):	— 80° 20,0 %	— 260° % 65% °C
Jodzahl:	— 90° 25,0 %	— 270° % 75% °C
Abblasetest:	— 100° 30,0 %	— 280° % 85% °C
.....	— 110° 34,0 %	— 290° % 95% °C
Säurezahl:	— 120° 38,0 %	— 300° % K.Z. = 132
Trübungspunkt:	— 130° 42,0 %	— 310° %
Kältebeständigkeit:	— 140° 47,5 %	— 320° %
Dampfdruck:	— 150° 54,0 %	— 330° %
Oktanzahl:	— 160° 62,0 %	— 340° %
.....	— 170° 72,0 %	— 350° %
Bemerkungen:	— 180° 84,0 %	— 360° %
.....	— 190° 92,0 %	
.....		196 °C 95,0 %
.....	Nachlauf 0,5 % °C %
.....	Rückstand 1,0 % °C %
.....	Dest. Verlust 3,5 % °C %

Betriebslaborium, den 19.....

Reines Spaltwachs stabil. - Verlage 23 von S. IV. 18. 11⁴⁵
In Abschnitten von 20 zu 20° C fraktioniert. (1500 mm angew.)

Konstanten	Vol.-%	Gew.-%	Spez. Gew./15°	Olefin	Anilinpunkt
0 - 40	5,7	5,2	0,656	79,0	22,4
40 - 60	14,0	13,2	0,675	79,0	19,7
60 - 80	10,5	10,2	0,708	81,0	16,5
80 - 100	6,2	6,25	0,728	82,5	17,0
100-120	6,7	8,9	0,741	82,0	22,7
120-140	5,5	5,6	0,746	74,5	35,0
140-160	18,7	19,35	0,747	60,0	48,8
160-180	10,6	19,4	0,750	40,5	62,7
180-183	3,1	3,3	0,756	30,0	69,0

Insgesamt sind - 183° C übergegangen: 91,0 Vol.-%
91,4 Gew.-%

Gr.

Datum 6. 11. 38

114

Erzeugnis: Spaltbenzin- stabil.

Anlage:

Verlage 23

Wag.Nr.

Farbe: **gelb**

Geruch:

Spez. Gew.: **0,724/15°C**

H₂SO₄ Reakt:

Dimethylsulfatzahl:

efine: **62 %**

Anilinpunkt (Orig.): **38,5**

„ (entarom):

Jodzahl:

Abblasetest: **13,4 mg/100 cm³**

Säurezahl:

Trübungspunkt:

Kältebeständigkeit:

Dampfdruck: **0,67 kg/cm²**

Oktanzahl: **60,0 n. Res.**

Bemerkungen:

Siedeverhalten		(A. S. T.M.)
		(Engl.-Ubbel)
Beginn: 34 °C	— 200°	5% °C
— 30°	— 210°	15% °C
— 40° 1,0 %	— 220°	25% °C
— 50° 5,0 %	— 230°	35% °C
— 60° 11,0 %	— 240°	45% °C
— 70° 18,0 %	— 250°	55% °C
— 80° 24,5 %	— 260°	65% °C
— 90° 30,5 %	— 270°	75% °C
— 100° 36,5 %	— 280°	85% °C
— 110° 41,0 %	— 290°	95% °C
— 120° 46,0 %	— 300°	% K.Z. = 124
— 130° 51,5 %	— 310°	%
— 140° 57,5 %	— 320°	%
— 150° 62,0 %	— 330°	%
— 160° 68,0 %	— 340°	%
— 170° 77,5 %	— 350°	%
— 180° 90,0 %	— 360°	%
— 190° 95,0 %		
	198 °C	97,0 %
Nachlauf	0,5 %	°C
Rückstand	1,0 %	°C
Dest. Verlust	1,5 %	°C

Fig. 1

Spez. Gewicht von

Spaltückstand

Laufzeit: vom 30.3. - 15.4.1938

Spez. Gew.

Siedetemperatur

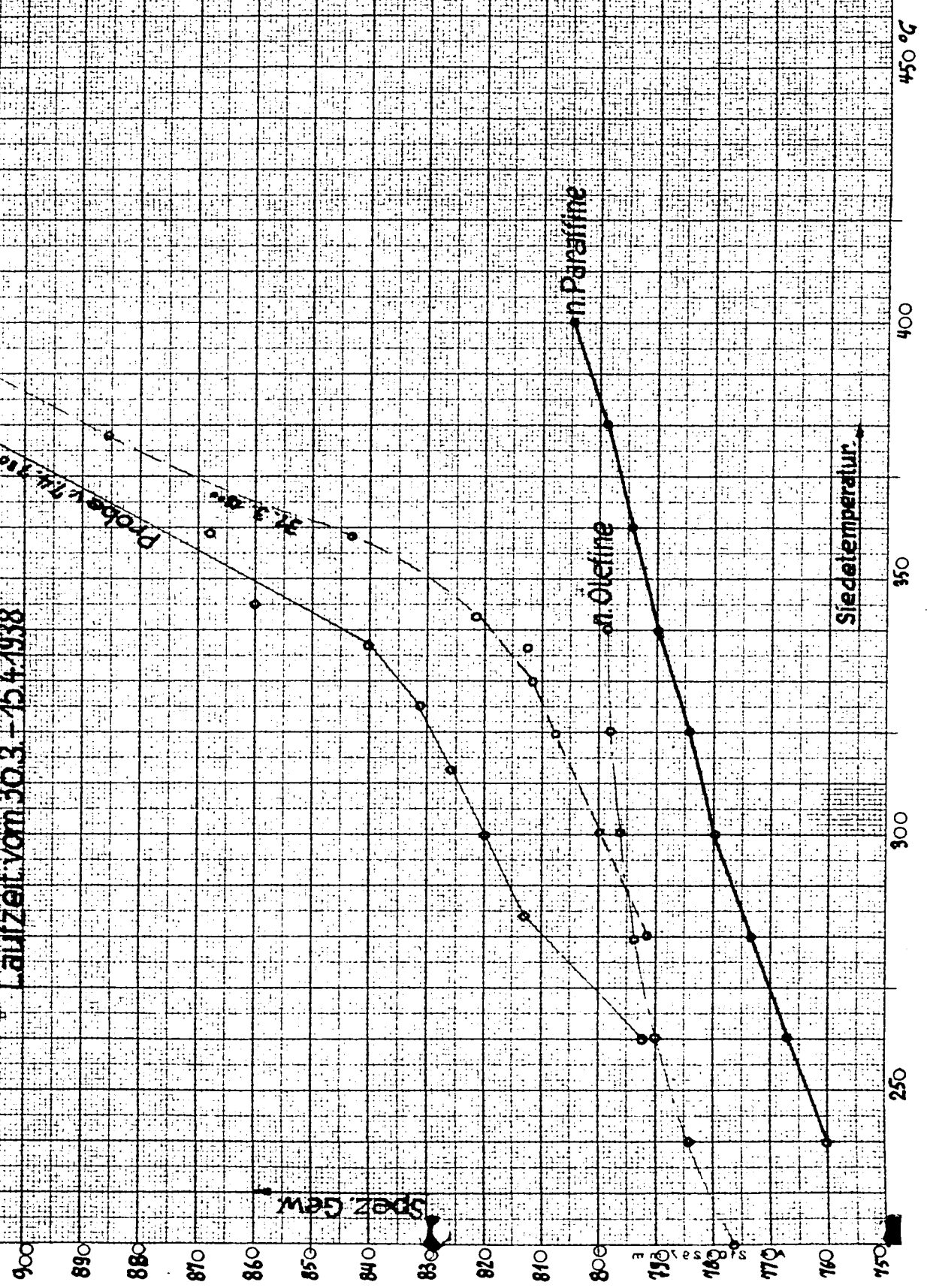


Fig 2

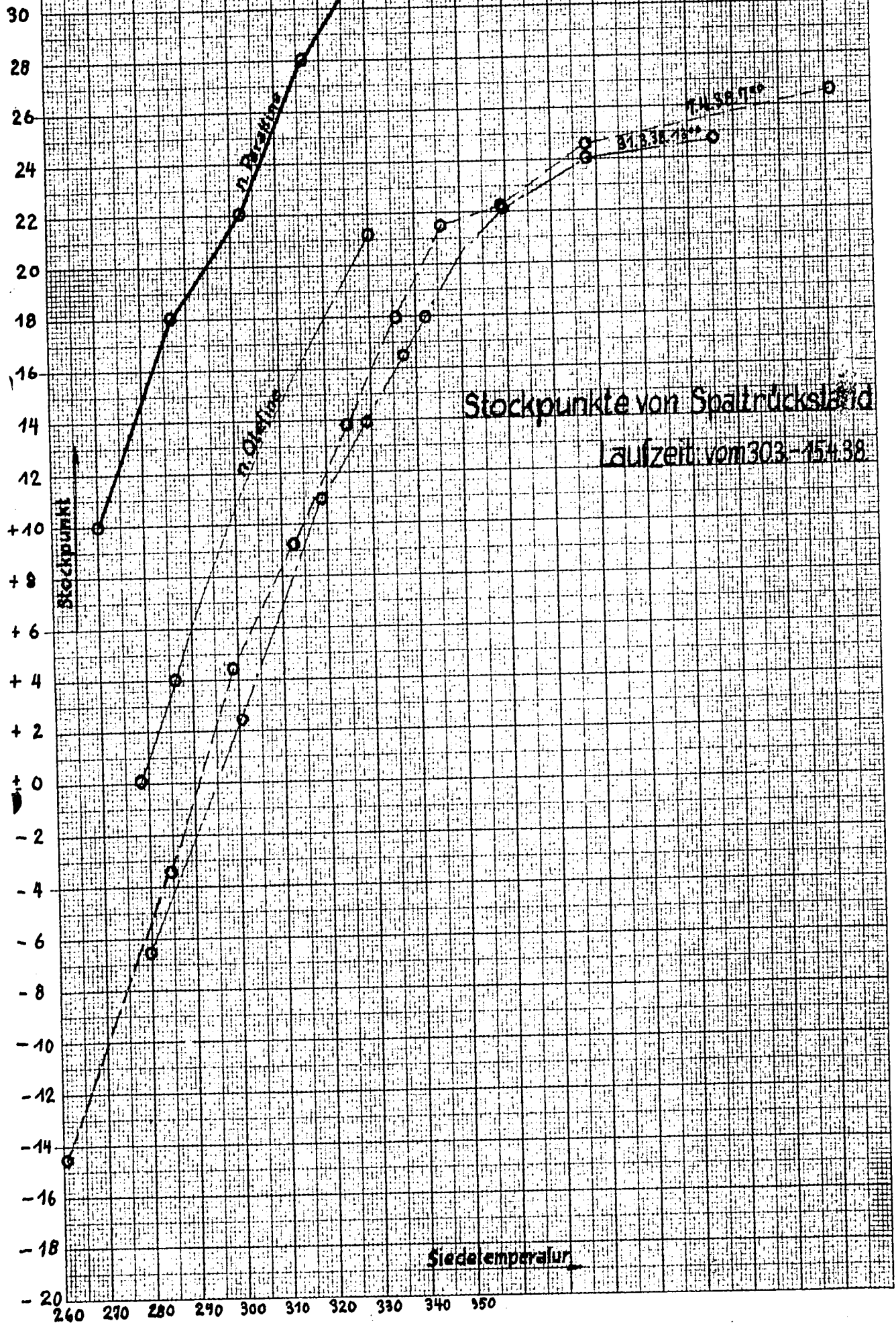


Fig 3 Siedeanalyse von Spaltfrückstand

Laufzeit: vom 30.3. - 15.4. 1938

31.3.1938

7.4.1938

Fig 3

80

70

60

50

40

30

20

10

Gewicht %

250

300

350

400

Siedetemperatur

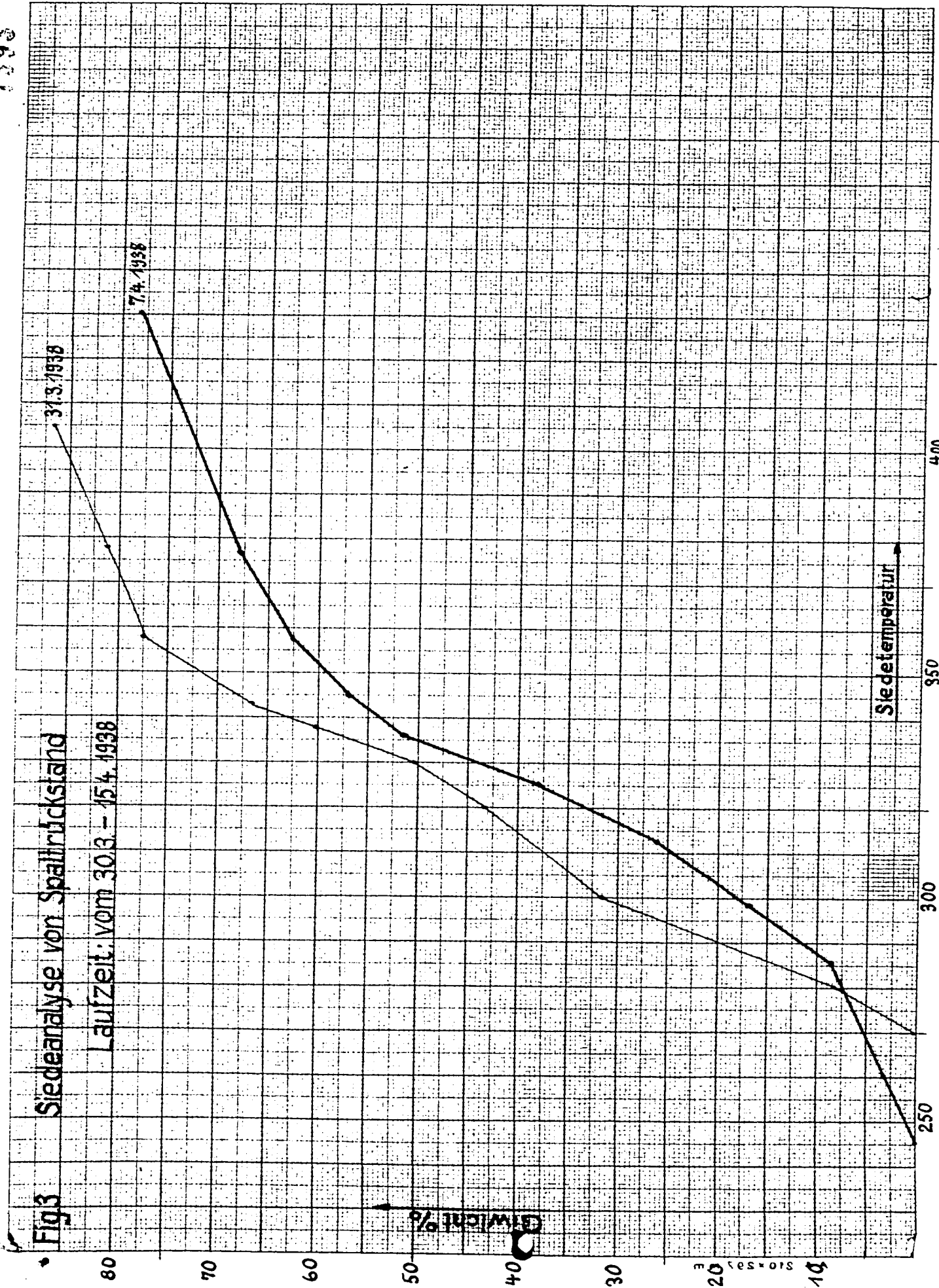


Fig. 4

Abhängigkeit der Oktanzahlen von der Kennziffer bei rohem stabilisiertem Spaltbenzin Laufzeit vom 30.3. - 15.4.1938

- 31.3.-4.4. ohne Zusatz von fl. Gasol
- * 4.4.-15.4. mit Zusatz von fl. Gasol zum Umlaufgas

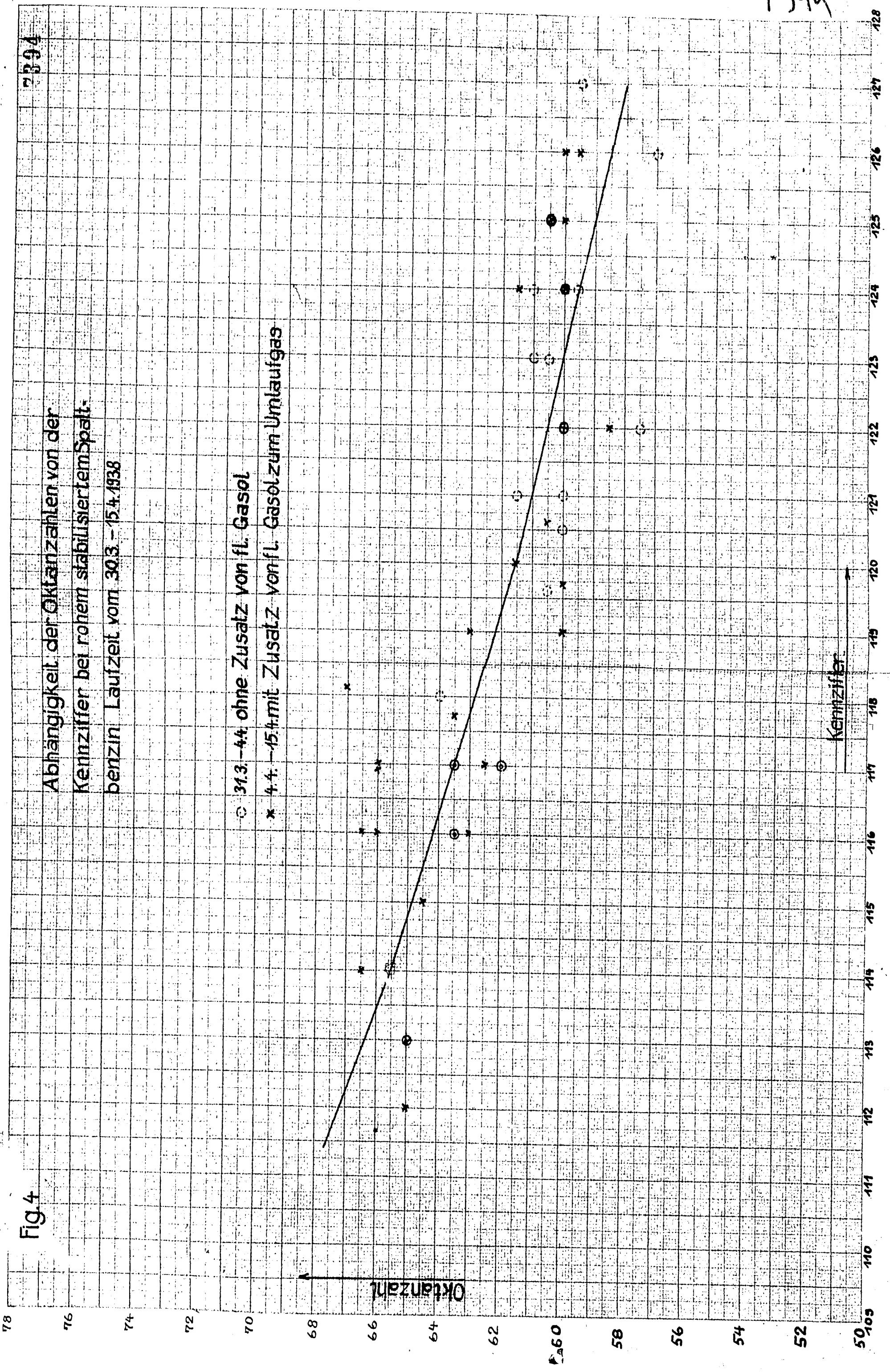


Fig. 5 Eigenschaften von rohen, stabilisierten Spaltbenzinen Laufzeit: vom 30.8. - 15.4.38

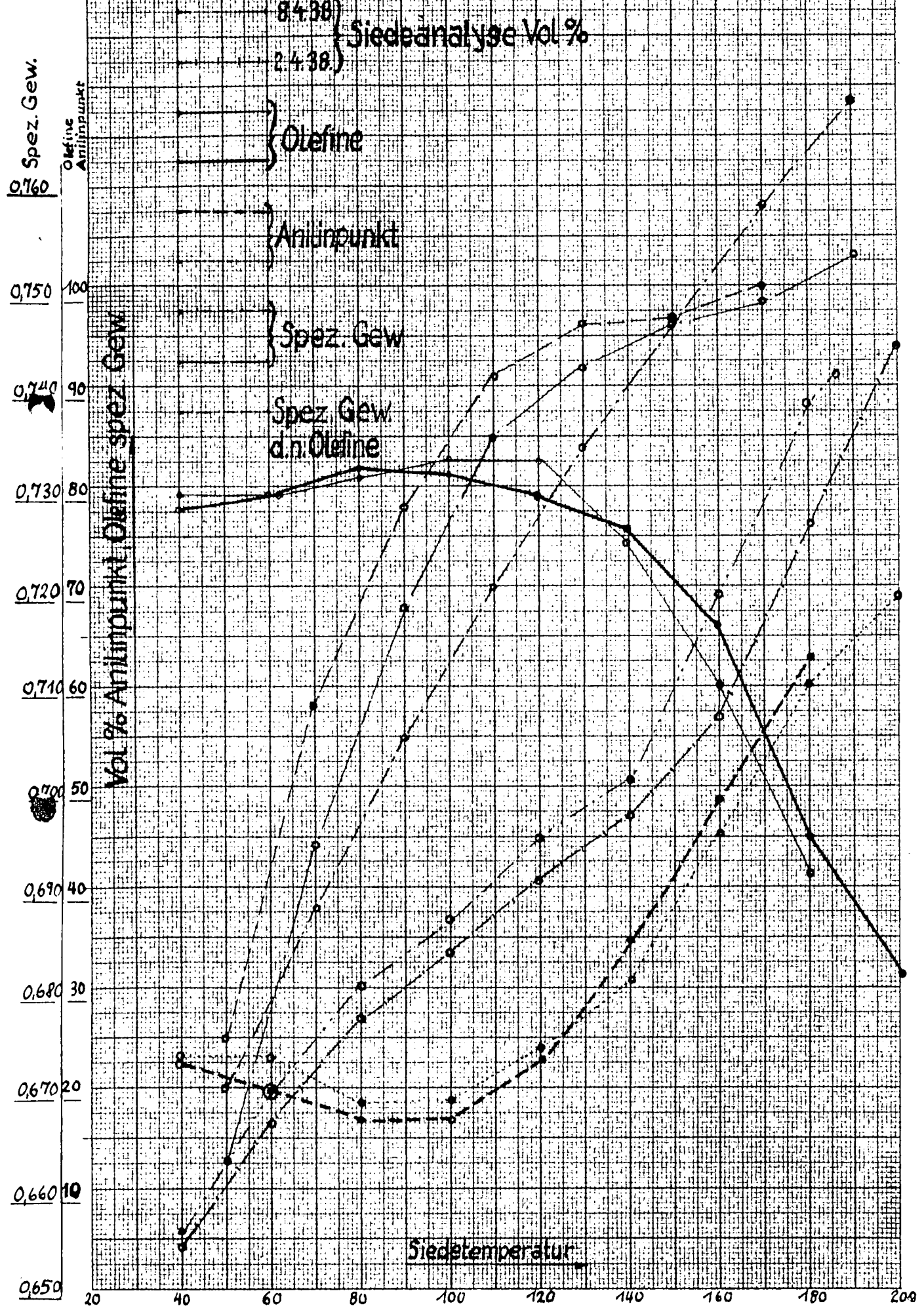


Fig 6

Spektibenzin vom 2.4.1938

Refraktion/20°

Jodzahl

Oktanzahl

