

Oberhausen-Holten, den 14. Juli 1939.

Ruhrchemie Aktiengesellschaft  
Oberhausen-Holten  
Abt. HL-Pt/Tsg.

G e h e i m !

Sekretariat Ing.	
Eingang:	2. 8. 1939
Lfd. Nr.:	2176
Beantw.:	/

Herrn Prof. M a r t i n  
" Dr. H a g e m a n n  
" Dir. A l b e r t s  
" Dipl.-Ing. W i l k e .

Betr.: Gewinnung von Reintoluol aus A.K.-Benzin.

Als Ausgangsprodukt der Aromatisierung dienten die Fraktionen eines A.K.-Benzins mit den Siedegrenzen  $90 - 99^{\circ}$  und  $90 - 100^{\circ}$ . Die Fraktionierung erfolgte in einer großen Jantzenkolonne. (Versuchshalle). Die so erhaltenen Fraktionen wurden bis zu einem ungefähren Toluolgehalt von 45 % im Flüssigprodukt aromatisiert.

Dieses Produkt wurde zunächst in einer kleinen Braun'schen Kolonne bis  $99^{\circ}$  vordestilliert unter Einhaltung eines Rücklaufverhältnisses von schätzungsweise 1:20 bis 1:30. Die abgenommene Menge betrug bei der kleinen Kolonne 30 Tropfen pro Minute, entsprechend einer Menge von  $70 - 80 \text{ cm}^3$  pro Stunde. Die Fraktion bis  $99^{\circ}$  enthielt ca. 6 % Toluol. Anschließend wurde <sup>der</sup> bei dieser Destillation auffallende Rückstand in eine große Braun'sche Kolonne übergeführt. Dort wurde folgendermaßen fraktioniert:

20 Tropfen pro Minute, entsprechend ca.  $40 \text{ cm}^3$  pro Std.

1. Fraktion bis  $100^{\circ}$
2. "  $100-109^{\circ}$  (bezw.  $110^{\circ}$  je nach Barometerstand)
3. "  $109-110^{\circ}$  "  $110-111$  " "

Fraktion 1 enthält das restliche Heptan mit einem Toluolgehalt von ca. 2 - 3 %.

Fraktion 2 (Zwischenfraktion) betrug ca. 3 % und enthielt im Mittel 65 % Toluol.

Fraktion 3 wurde in Anteilen von je  $50 \text{ cm}^3$  aufgefangen von denen laufend die Dichten bestimmt wurden. Die Produkte, deren Dichte bei  $20^{\circ}$  niedriger als 0,8640 (Korr.) war, kamen zur Zwischenfraktion zurück; ihre Menge betrug im Mittel ca. 5 %. Die Fraktionen mit einer Dichte höher als

0,865

- 2 -

0,865 (Korr.) bildeten das sogenannte Roh-toluol. An Roh-toluol wurden im Mittel ca.  $\frac{2}{3}$  des im sog. Flüssigprodukt vorhandenen Toluol gewonnen. Die Zwischenfraktion wurde später ein 2tes Mal destilliert und die Anteile mit einer Dichte von 0,864 - 0,865 (Korr.) getrennt aufgefangen und auch später getrennt raffiniert.

#### Raffination des Roh-toluols.

Das so gewonnene Roh-toluol mußte noch einer Raffination mit Schwefelsäure unterworfen werden um es von seinem Olefin-gehalt zu befreien. Zu diesem Zweck wurde es in Anteilen von je 2 Litern je einmal mit 3 Vol.-% und je 2 mal mit 2 % einer Schwefelsäure von 96 % in einem Scheidetrichter 5 Min. lang geschüttelt. Es zeigte sich, daß diese Einwirkungs-dauer ausreichend ist, und es nicht nötig ist, dieselbe zu er-höhen, auf etwa 15 Minuten, was ursprünglich geschah. Anderer-seits konnte festgestellt werden, daß es nicht statthaft ist den Prozentgehalt der Raffinations-säure herabzusetzen. Bei Anwendung einer 90 %igen oder gar 85 %igen Schwefelsäure war die Raffinations-wirkung eine wesentlich schlechtere. Man kann übrigens den Grad der Raffination an der Farbe der benutzten Säure erkennen. Die letzte Säure soll nur noch orange, nicht mehr rot gefärbt sein. Gegebenenfalls ist die Raffination noch 1 oder 2 mal durchzuführen. Der Behandlung mit Schwefelsäure schließt sich eine solche mit dest. Wasser an. Die Menge des angewandten Wassers betrug 10 Vol.-% des Toluols. Es ist sehr zweckmäßig nach der Schwefelsäure-be-handlung zunächst ein~~e~~ Waschen ohne Schütteln vorzunehmen. Man entfernt durch diese Maßnahme die Hauptmenge der gebil-deten Sulfurierungsprodukte und bekommt bei der eigentlichen Waschung eine viel schnellere Trennung der beiden Phasen. Dann wird mit einer 5 %igen Sodalösung gewaschen und zuletzt noch einmal mit dest. Wasser nachgewaschen. Die Dauer der einzelnen Prozesse ist die gleiche wie bei der Säure-be-handlung. Das sorgfältig mit  $\text{CaCl}_2$  getrocknete Produkt wird noch einmal destilliert. Hierdurch wird es von den bei der Schwefelsäure-behandlung sich bildenden Harzen und Polymeri-sations<sup>produkten</sup> befreit und stellt nun das Reintoluol dar. Es ent-spricht

spricht vollkommen den vom Benzolverband geforderten Bedingungen, wie folgendes Beispiel erkennen läßt:

1. Dichte  $d_{15} = 0,87028$  (Korr.)  
gefordert:  $0,870 \pm 0,001$
2.  $H_2SO_4$ -Test: praktisch 0, gefordert  $< 0,5$
3. Farbe: wasserhell wie gefordert
4. Bremszahl: 0, gefordert  $< 0,4$
5. Siedegrenzen:  $0,2^\circ$  bei ca. 95 % Destillat  
gefordert 90 % innerhalb  $0,6^\circ$   
95 % " "  $0,8^\circ$
6. Geruch: frei von Mercaptan wie verlangt  
ebenso schwefelfrei.

*Petri*  
M