

Herrn Professor Martin
Dr. Hagemann
Direktor Alberts
Dr. Goethel

Ist nach der Vorbehandlung, vor der Ölsynthese eine Neutralisierung
des Primärkreislaufbenzins notwendig ?

Die die Polymerisation zu Öl störenden alkoholischen Bestandteile in den unter Druck über Eisen oder Kobalt hergestellten Kreislaufbenzinen können nach unseren Versuchen weitgehend dadurch entfernt werden, dass man die Benzine dampfförmig über Tonerde leitet. Wir berichteten über diese Arbeiten abschliessend am 1. Juni unter dem Titel: "Über die Herstellung von Ölen aus Primärprodukten der Benzindrucksynthese. (6. Fortsetzung)." Der gleiche Zweck wird erreicht, wenn man das Benzin kalt mit einer 80 - 85 %igen, mit Salzsäure angesäuerten Zinkchloridlösung schüttelt. In beiden Fällen werden bei dieser Vorreinigung des Kohlenwasserstoffgemisches die sauren und verseifbaren Verunreinigungen nicht mit-entfernt. -

Wir beantworteten in dem soeben erwähnten Bericht die Frage, ob es im Interesse einer guten Ölausbeute erforderlich sei, das Benzin auch nachzuneutralisieren, im Abschnitt 5 Blatt 4 mit einer Empfehlung dieser Massnahme. Bei niedriger NZ und VZ sind die Vorteile einer neutralisierenden Behandlung nicht eindeutig zu erkennen.

Wir haben deswegen zur Klärung der Frage noch einmal einen Vergleich mit einem Benzin durchgeführt, das durch eine höhere NZ und VZ charakterisiert ist. Die ermittelten Ergebnisse sind in den Anlagen 1, 2a und 2b zusammengestellt.

I. Untersuchung des Ausgangsbenzins. (Anl. 1)

Es handelt sich um ein über Eisenkontakt hergestelltes Kreislaufbenzin Nr. 106 (Versuch 3342), das im Ofen 14a, 3. Füllung DVA gewonnen wurde. Es gehört also in die Produktionsreihe, über die wir am 13. Juli 42. berichteten. Die Fraktion 60-200° wurde nach Reinigung mit $ZnCl_2$ hälftig unverändert in die Ölsynthese eingesetzt, zur anderen Hälfte vorher in Dampfform bei 200° über Natronkalk neutralisiert. Wie aus der letzten Tabelle der Anlage 1 hervorgeht, sind NZ und VZ in diesen beiden Hälften recht verschieden:

	<u>Ausgang</u>	<u>nicht neutralis.</u>	<u>neutralisiert</u>
NZ	0,66	0,38	0,01
VZ	2,45	1,11	0,14

II. Durchführung der Ölsynthesereihen (Anlage 2a und 2b)

Das Verhalten des nicht neutralisierten Benzins geht aus Anlage 2a, das des durch Natronkalk gereinigten aus Anlage 2b hervor. Es erschien uns nicht erforderlich, jeweils bei den 11 aufeinander-

folgenden Synthesen alle oberen Schichten bis zum Vak.-Rstd. bei 200° aufzuarbeiten; 6 derartige obere Schichten wurden vielmehr gemeinschaftlich als Gemisch destilliert. Der Vergleich zeigt unverkennbar, dass die Entfernung der Säuren und Zeter sich auf die Ölausbeute und Kontaktölbesehaffenheit günstig auswirkt:

	nicht neutral. <u>Anl. 2a</u>	neutralisiert <u>Anl. 2b</u>
n-Bl Ausbeute	46,2%	49,6%
" V ₅₀	7,8	9,1

Auch fällt das Kontaktöl in grösseren Mengen an und bleibt dünnflüssiger.

Wir benutzten die Gelegenheit, um auch einmal die thermische Stabilität des so hergestellten Rückstandsöle festzustellen. Zu diesem Zweck wurden unter Stickstoffschutz 200 g Öl 3 Std. im Aluminiumblock auf 330° erhitzt. Verglichen mit Grünring ergab sich bis jetzt folgendes Bild:

	<u>V₅₀ vorher</u>	<u>V₅₀ sank auf</u>	<u>Flpkt. sank um</u>
Grünring	23°	91-96 %	6-9°C
Öl Anl. 2a	7,6	79 %	50°C
" " 2b	9,7	80 %	38°C
(neutral. Bz.)			

Die Reinigung des Benzins mit Natronkalk hat die thermische Stabilität nicht beeinflusst. Weitere Vergleichszahlen mit synthetischen Ölen werden z.Zt. noch geschaffen.

Zusammenfassung

Behandelt man ein über Eisenkontakt gewonnenes, mittels ZnCl₂ von Alkohol befreites Kreislaufbenzin dampfförmig zur Senkung der NZ (0,66) und VZ (2,45) mit Natronkalk, so werden Ölausbeute und Kontaktöl günstig beeinflusst.

Anlagen

UNIVERSITÄT
DUISBURG
ESSEN

ber. Untersuchung des über Eisenkontakt hergestellten Kreislauf-
benzins.

1. Gesamtbenzin

Gemisch, AK-Benzin + Kondensatöl Nr. 105 (3342) aus Ofen 14a,
3. Füllung, Normale Destillation aus 27 kg ergab:

Fraktion bis 60°	= 17,4 %
" 60 - 200°	= 48,5 %
Rückstd. 200°	= 33,8 %
Destill. Verlust	= 0,3 %

2. Fraktion 60 - 200°

Die Fraktion wurde mit salzsaurer, kalter 80 %iger $ZnCl_2$ -Lösung
1:1 geschüttelt. Die Hälfte des Produktes wurde unverändert für
die Olsynthese verwandt, die andere Hälfte vorher durch Über-
leiten der Dämpfe über Natronkalk bei 200° neutralisiert.

Analyse:

3348

	<u>vor $ZnCl_2$</u>		<u>nach $ZnCl_2$-Behandlung</u>	
			<u>nicht neutralis.</u>	<u>neutralisiert</u>
d_{20}	0,713	0,714	0,712	
NZ	0,66	0,38	0,01	
VZ	2,45	1,11	0,14	
OH Zahl	21,8	0,16	0,10	
SP Zahl	61 %	60 %	60 %	

Durchschrift

Betr.: Durchführung einer Ölsynthesereihe mit nicht neutralisiertem
Benzin Fraktion 60 - 200°

Bedingungen: 400 g Benzin 9 Std. 95°

3348/1

Synthese Nr.	AlCl ₃	Kont.Öl neu	Rest-olefine	Öldestilat	n-Öl Ausbeute	200°D. V ₅₀	VPH
	%	%	%	%	%	°E	
I	4	8,5	3	-	-	-	-
II	2	4,8	5	11,-	45,-	7,9	1,74
III	2	3,5	4	10,3	48,3	8,4	1,74
IV	2	1,8	-	-	-	-	-
V	2	2,3	-	-	-	-	-
VI	2	3,-	10	13,5	42,8	7,3	1,70
VII	2	-1,3	-	-	-	-	-
VIII	2	+0,-	-	-	-	-	-
IX	2	6,8	-	-	-	-	-
X	2	-2,3	15	15,7	43,3	7,9	1,71
XI	2	+0,-	-	-	-	-	-
IV, V, VII; obere IX, XI Schicht		-	8	16,5	47,1	7,8	-
Mittel	-	2,5 %	8 %	14,9 %	46,2 %	ca. 7,8°	ca. 1,72

Kontaktöl wird ab Nr. VII dickflüssiger.

Anlage 2 b

betr.: Ölsynthesereihe mit über Natronkalk neutralisiertem Benzin
Fraktion 60 - 200°

Bedingungen: 400 g Benzin 9 Std. 95°

3348/2

Synthese Nr.	AlCl ₃	Kont.Öl neu	Rest-olefine	Öldestilat	n-Öl Ausbeute	200°D. V ₅₀	VPH
	%	%	%	%	%	°E	
I	4	9,-	3	8,-	46,5	11,1	1,74
II	2	4,3	5	8,-	48,5	8,3	-
III	2	3,5	3	11,8	49,5	9,6	1,74
IV	2	3,3	-	-	-	-	-
V	2	4,3	-	-	-	-	-
VI	2	1,5	3	10,8	49,-	9,7	1,76
VII	2	3,-	-	-	-	-	-
VIII	2	3,3	-	-	-	-	-
IX	2	1,5	-	-	-	-	-
X	2	4,3	2	10,8	49,3	9,6	1,76
XI	2	2,8	-	-	-	-	-
IV, V, VII-obere IX, XI Schicht		-	5	10,8	50,4	8,7	1,73
Mittel	-	3,7 %	4 %	10,4 %	49,6	ca. 9,1°	ca. 1,74

Kontaktöl bleibt dünnflüssig. Durchschrift.