

13. Juli 1942

Abt. HL - Cl./Pk.
J.Nr. 42/7/4.

Herrn Professor **M a r t i n**
Dr. Hugemann
Direktor Alberts
Dr. Goethel
H e g e r

Betr.: Analyse und Polymerisation des über Eisenkontakt im Ofen 14a, 3. Füllung DVA hergestellten Primärbenzins.

Im vorliegenden Bericht sind eine grössere Anzahl Primärbenzine untersucht und bewertet, die uns die DVA aus der etwa 140 Tage umfassenden Produktion des Versuchsofens 14a, 3. Füllung laufend zuleitete. Die Ergebnisse sind in den Anlage 1 - 5 als Kurven oder in Tabellenform erfasst.

Die Anlagen 1 - 4 beziehen sich auf die Untersuchung der Ofenproben, Anlage 5 auf die Eignung der Fraktion 60 - 200 für die Erzeugung von Schmieröl.

Nach den Angaben der DVA hat der vorliegende Versuch entscheidende Bedeutung. Er zeigt abschliessend, was im günstigen Fall bei Verwendung eines geeigneten Eisenkontaktes im Dauerbetrieb erreicht werden kann. Der Ofen stand im Allgemeinen unter konstanten Leistungsbedingungen; vom 21. Produktionstag ab wurde das erzeugte Benzin im Kreislauf geführt und am 96. Tag die Temperatur von 251 auf 257° erhöht.

Die Werte der Tabellen und Kurven sprechen für sich. Wir geben im Nachfolgenden hierzu einige kurze Erläuterungen.

1. Untersuchung der Primärprodukte (Anlage 1 - 4)

Anlage 1: Die Zusammensetzung des Gesamtofenproduktes ändert sich während des Ofenganges in der bekannten Weise derart, dass der Anteil an Paraffingatsch (von 55,2 %) stetig bis fast auf Null zurückgeht. AK-Benzin und Ölkondensat nehmen entsprechend zu, und zwar ersteres von 13 auf 26 %, letzteres von 32 auf 60 Gew. %.

Anlage 2: Die Aufteilung des Ofenproduktes durch Destillation ergibt demzufolge: Mit fortschreitender Alterung des Eisenkontaktes nehmen die tiefsiedenden Fraktion "bis 60°" sowie die als Ausgangsmaterial für die Ölherstellung dienende Fraktion "60 - 200" kräftig zu. Nach 140 Ofentagen hatte sich bei beiden Siedestreifen der Anteil gegenüber dem Anfang verdreifacht. (vgl. Kurve 2)

Anlage 3: Die Englerdestillation der Fraktion 60 - 200° bestätigt die grundsätzliche Feststellung, dass im Ofen allmählich die höhersiedenden Anteile durch tiefer siedende zurückgedrängt werden: Die 4. Temperaturmesspunkte der Tabelle, bis zu denen 20, 40, 60 bzw. 80 % der Benzine sieden, sinken ab, desgleichen die Siedekennziffern. Aus diesen Messungen folgt, dass schon aus Gründen der Zusammensetzung des Benzins / bei den aus der Fr. 60-200

hergestellten Ölen innerhalb eines Ofenganges mit einer gewissen Verschlechterung der Polhöhe gerechnet werden muss.

Anlage 4: Analysen verschiedener Fraktionen. Während Dichte, HZ und VZ sich in Ganzen um gewisse Mittelwerte gruppieren, nehmen die Schwefel-Phosphorsäurezahlen, also die Olofine, bei verschiedenen Fraktionen bestimmt nicht ab, sondern sogar etwas zu! Bei der Fraktion 60 - 200° hält sich im allgemeinen die SP Zahl bei 60, um dann etwa nach 50 Ofentagen allmählich auf 65 anzusteigen. Parallel hierzu beginnt in der Frischproduktion die OH Zahl bei 20 und endet nach 140 Ofentagen bei ca. 28 (vgl. Kurve 4).

2. Untersuchung der Öle (Anlage 5)

Anlage 5: Synthese von Ölen aus Fr. 60 - 200°. Die Vorbehandlung des Primärbenzins zur Entfernung der bei der Polymerisation störenden alkoholischen Anteile erfolgte in dieser Versuchsreihe nicht mit Natriummetall, sondern in experimenteller Vereinfachung mit konzentrierter, HCl-saurer Zinkchloridlösung. -

Was die Ausbeute an n-Öl, bezogen auf die eingesetzte Fraktion 60 - 200°, betrifft, so hätte man während des Ofenganges zum mindestens mit einem konstanten Wert, ja sogar mit einem Ansteigen im Ausbringen rechnen müssen, da ja die SP Zahl ebenfalls eine steigende Tendenz - von 60 auf 65 % - aufweist. Aus unbekanntem Gründen geht jedoch diese Ausbeute in den letzten 20 Tagen überraschenderweise zurück. Geht man vom Gesamtöfenprodukt aus, so verdoppelt sich diese Ausbeute an n-Öl in den 150 Ofentagen (von 10 auf 20%) lediglich, während sich der Anteil der Fraktion 60 - 200° sogar verdreifacht! (Kurve 5a).

Im Mittel wurden an n-Öl gewonnen:

aus 100 T. Fr. 60 - 200° 46,6 T.
" " Gesamtöfenprod. 16,9 T.

Wie aus Kurve 5b ersichtlich ist, verschlechtert sich die Polhöhe des Öles von 1,60 auf 1,80, während die Viscosität von $V_{50} = 14$ rasch auf 8, dann langsam weiter auf 6 zurückgeht.

Zusammenfassung:

18 Proben der Produktion des Ofens 14a, 3. Füllung über Fe-Kontakt wurden durch Destillation aufgeteilt und untersucht. Die Fraktion 60 - 200°, deren SP Zahl in 140 Ofentagen von 60 auf 65 % ansteigt, ergibt nach der ZnCl₂-Reinigung, bezogen auf das Gesamtöfenprodukt 10 %, dann ansteigend bis 20 % n-Öl, im Mittel 16,9 %. Die Polhöhe liegt anfänglich bei 1,80, zum Schluss bei 1,80. Der Versuch zeigt abschliessend, was mit Eisenkontakt im Dauerbetrieb erreicht werden kann.

Anlagen.

Betr.: Ofen 14a, 3. Pullung;

Zusammensetzung des Ofenrostenproduktes.

1	2	3	4	5	6
Ofentage	Platznummer	W. - Benzin	Alkoxolentrat	Anteilbr.	Kraft. Gasol
10	33	13,1	31,7	44,8	55,2
17	34	15,5	34,7	50,2	49,8
24	35	8,4	53,2	50,5	41,4
32	37	9,3	56,4	55,7	34,3
40	38	10,4	60,7	71,1	28,9
46	39	11,3	65,2	70,5	23,5
55	41	11,6	68,9	70,5	19,5
63	42	13,3	68,1	61,4	18,6
68	44	14,-	69,8	53,8	16,2
86	47	13,6	69,-	62,8	17,2
89	49	15,5	67,2	64,7	15,3
94	101	16,6	70,6	67,2	12,8
97	106	17,-	75,-	71,-	8,-
101	103	18,-	75,2	73,2	6,8
108	104	22,4	72,5	74,9	5,1
124	108	26,2	63,6	75,3	4,2
131	109	31,2	65,-	77,2	2,8
140	110	36,2	60,-	76,2	3,8

Aufteilung des Gesamtofenproduktes durch Destillation

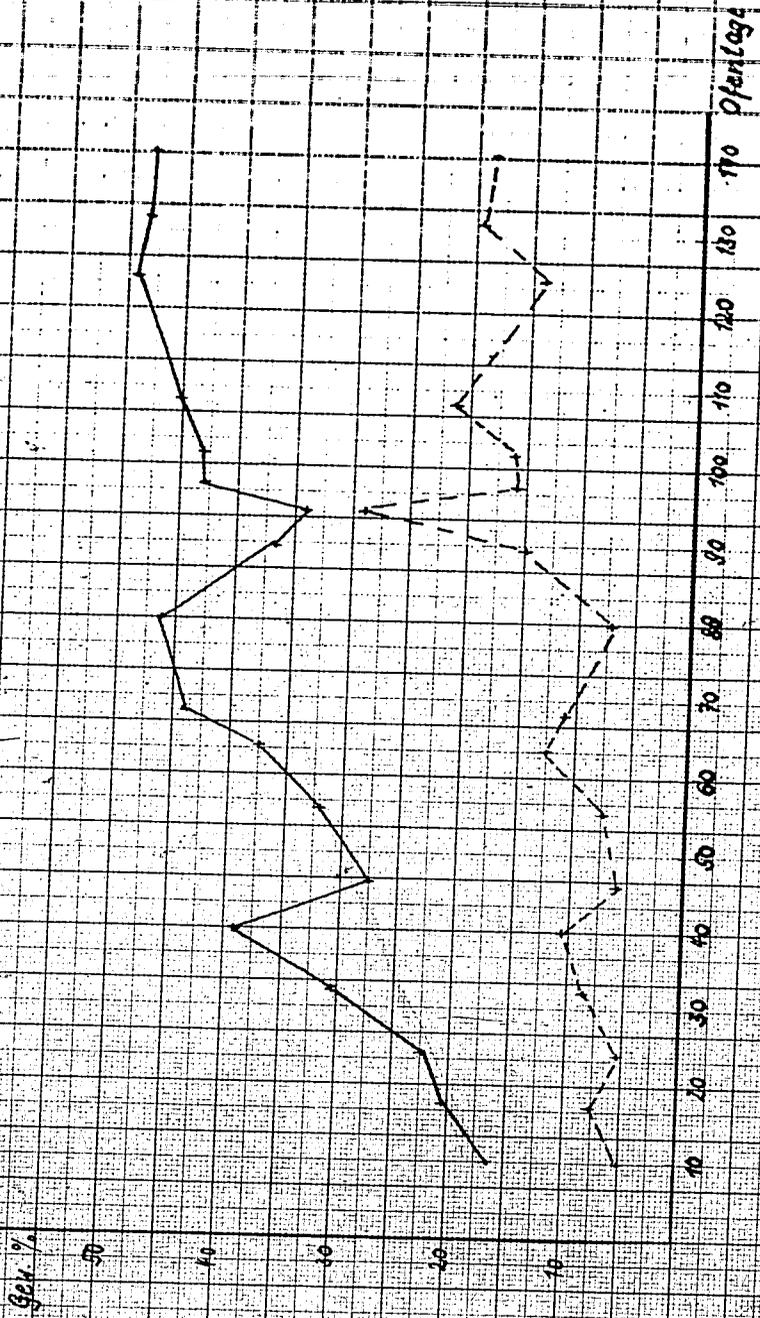
Die nachfolgenden Daten ergaben sich aus der Destillation einer Probe (AK-Benzin + Ölkondensat + Paraffingutsch) in der Widmerkolonne. Bei den mit + bezeichneten Proben wurde ein Gemisch von AK-Benzin + Ölkondensat destilliert und das Ergebnis auf das Gesamtofenprodukt umgerechnet.

Ofentag		Fr. bis 60°	Fr. 60 - 200°	Fr. 200-320°	Rstd. 320°	Paraff. Gutsch.
		%	%	%	%	%
10	+	5,3	16,6	13,8	8,9	55,2
17	+	8,-	20,5	15,-	6,3	49,8
24	+	5,5	22,4	22,2	8,3	41,4
32	+	0,8	30,4	18,3	7,9	34,3
40		10,7	39,2	29,3	20,-	-
46		5,9	27,6	25,5	40,-	-
55	+	7,4	32,0	16,5	24,3	19,5
63		12,8	37,5	18,3	31,2	-
68		11,3	44,1	26,7	17,7	-
80		7,3	46,6	28,-	17,4	-
89		15,-	36,7	24,2	22,8	-
94		29,2	34,1	18,2	17,8	-
97	+	15,8	43,-	24,4	7,8	8,-
101		16,2	43,3	20,7	19,-	-
108		21,6	45,5	20,-	12,4	-
124		14,3	49,6	22,-	13,4	-
131		19,5	48,4	20,8	10,5	-
140		18,8	48,2	23,3	8,7	-

Fr. bis 60° und Fr. 60 - 200° vgl. auch Kurvenblatt 2.

Destillation des Gesamtofenproduktes

Fraktion bis 60°
" " 60 bis 200°



Englerdestillation der Fraktion 60 - 200°

Ofentag	Bei der Englerdestillation d. Fr. 60-200° sieden				SK Ziffer
	20 % bis	40 % bis	60 % bis	80 % bis	
	°C	°C	°C	°C	
10	110	130	154	178	144,5
17	98	120	146	174	137,2
24	102	123	143	168	135,7
32	100	119	140	165	133,5
40	104	122	144	167	136,4
46	99	119	143	169	134,4
55	93	111	137	161	127,4
63	103	120	143	170	136,1
68	104	123	143	167	135,5
80	100	120	143	168	134,5
89	97	115	137	160	129,2
94	95	112	133	164	129,3
97	83	100	123	155	116,5
101	95	113	134	160	127,-
108	97	117	137	168	132,9
124	73	93	114	151	109,8
131	88	105	127	158	122,3
140	93	113	134	158	126,6

Analyse verschiedener Fraktionen

Ofentage	M. Benz. Lond. 1 SP Zahl	Fraktion 60 - 200°			Fr. 200-320°	
		d ₂₀	n _D	VZ	SP Zahl	
10	59	0,720	0,84	1,70	46	
17	55	715	0,52	1,23	48	
24	55	713	0,88	1,94	49	
32	-	713	0,17	0,72	52	
40	55	716	0,60	1,49	48	
46	56	715	0,36	1,75	50	
55	56	712	0,75	1,80	49	
63	53	715	0,84	1,78	48	
68	52	714	0,68	1,76	47	
80	60	717	0,82	0,92	54	
89	60	721	0,64	0,81	50	
94	60	712	0,86	2,48	49	
97	63	713	0,66	2,45	31	
101	62	713	0,86	1,20	46	
108	60	715	0,50	1,01	52	
124	60	706	0,89	2,90	42	φ = 47,6%
131	67	710	0,50	2,26	55	X
140	64	713	1,30	1,87	53	

Werte für SP Zahl und ON Zahl in der Fraktion 60 - 200° vgl. Kurvenblatt 4.

X Für Kalkulation vgl. Fr. 115-17

Analyse der Fraktion 60-200°

Schwefelphosphorsäurezahl
OH Zahl

%

70

60

50

40

30

20

15

10

20

30

40

50

60

70

80

90

100

110

120

130

140

150

160

170

180

190

200

210

220

230

240

250

260

270

280

290

300

310

320

330

340

350

360

370

380

390

400

410

420

430

440

450

460

470

480

490

500

100% Offenlage

4

Ausbeute an Öl aus der Fraktion 60-200°

Ausbeute n-Öl bez. auf 100 Gesamtofenprodukt
 " Oldestilöl "

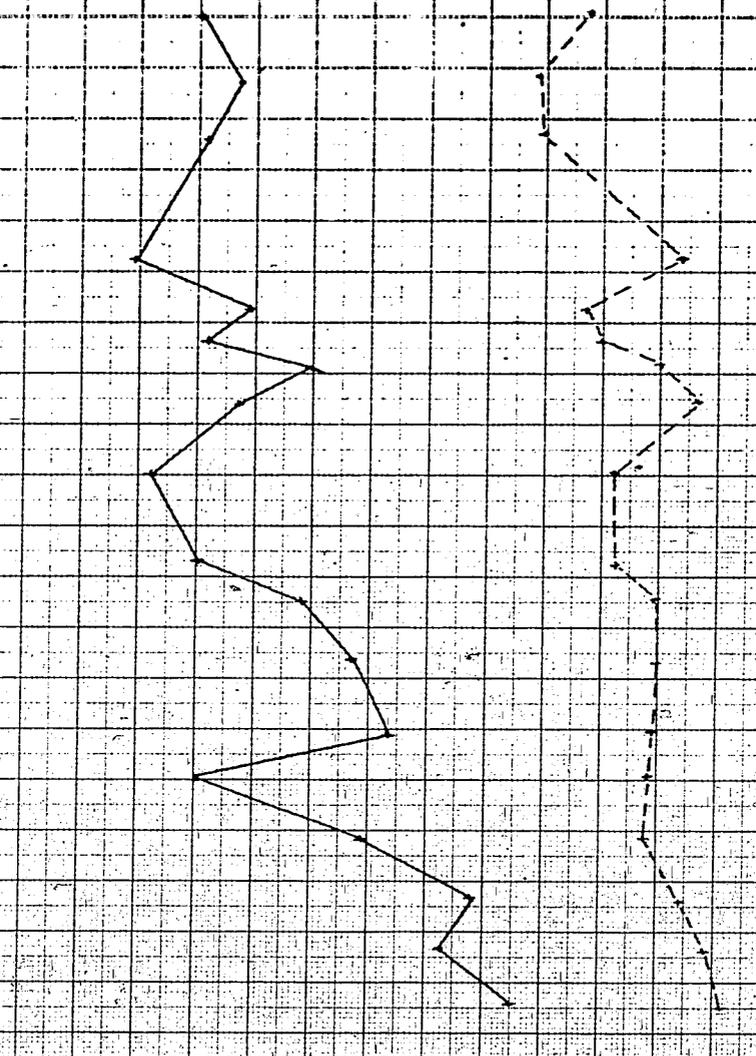
gew%

20
18
16
14
12
10
8
6
4
2

10 20 30 40 50 60 70 80 90 100 110 120 130 140 150 160 170 180 190 200

1/20 q/entage

5a



Analyse des n-Oies

IPH
1/50

IPH
1/50

A.A. 210 X 497 mm

