

17. Februar 1942

Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Molten
Abt. HL - Ol./Kk.

Herren Professor **M a r t i n**
Dr. H a g e m a n n
Direktor A l b e r t s
Dr. G o e t h e l
H e g e r

Betrifft: Untersuchung und Polymerisation von 4 Kreislauf-
benzinen aus Ofen 11, 10. Füllung über Eisenkontakt.

Im Nachfolgenden sind die Kreislaufbenzine untersucht und bewertet, die uns die DVA aus der Produktion des Ofens 11, 10. Füllung Eisenkontakt überwies. Die Ergebnisse sind aus Anlage 1 - 4 ersichtlich.

Anlage 1 und 2 betreffen die Untersuchung der zugewiesenen 4 Ofenproben, Anlage 3 und 4 die Eignung dieser Benzine für die Herstellung von Schmieröl.

Anlage 1: Destillation der Benzine

Wie aus den Zahlen hervorgeht, nimmt im Gesamtofenprodukt mit der Zeit der niedrig siedenden Anteil = AKBenzin stark zu, dagegen der Paraffingatsch ganz ausserordentlich ab. Auch die Normaldestillation des Gesamtbenzins lässt diese Verschiebung zugunsten der niedrig siedenden Kohlenwasserstoffe erkennen: Die Fraktion "bis 60°" nimmt von 9,9 % bis 22,2 % zu, die Fraktion "200 bis 320°" dagegen von 31,8 % auf 19,3 % ab. Das gleiche gilt für die Beurteilung auf Grund der Englerdestillation: Die Siedekennziffer der für die Ölherstellung massgeblichen Fraktion "60 bis 200°" sinkt von 137 auf 124; der Anteil dieser Fraktion im Gesamtofenprodukt nimmt zu:

-2-

Durchschritt

Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten

Probe 29/30.9.41	= 25,8 %
" 9/9.10.41	= 26,1 %
" 20/21.10.41	= 28,6 %
" 29/30.10.41	= 43,1 %

Anlage 2: Analyse der Benzine

Betrachten wir in der Fraktion "60 bis 200°" die wesentlichen Analysenzahlen, so zeigen sie bemerkenswerte Verschiebungen, die anders verlaufen als es sonst im allgemeinen bei den Ofenversuchen der EVA beobachtet wurde: Während die Schwefelphosphorsäurezahlen, die Olefine + Alkohole erfassen, von 59 % bis 74 % ansteigen, nehmen die OH Zahlen zunächst von 62 auf 68 zu, um dann kräftig abzusinken (68 → 29 → 18). Auch die Dichte erreicht in der 2. Probe ihr Maximum, um dann von 0,730 auf 0,719 → 0,714 abzufallen. Man wird also bei der Synthese während des Ofenganges mit immer besserer Ausbeute und immer günstigeren Polymerisationsbedingungen rechnen können.

Anlage 3: Ermittlung der optimalen Clausbeute.

Die 4 Benzine wurden in der üblichen Weise mit 3 % metallischem Natrium bei 70° und 110° behandelt. Es zeigte sich nun, dass diese Vorreinigung bei der ausserordentlich hohen OH Zahl von 62 nicht vollauf genügte. Bei 2,5 % $AlCl_3$ Einsatz zur II. Synthese fielen an Rückstandsöl 200° 5 mm Hg nur 34,- % an bei verhältnismässig viel Vakuumdestillatöl = 20,2 %. Nicht alle Olefine waren umgesetzt. Die zweite Probe wurde deswegen in der Synthese II mit 5 % zusätzlichem $AlCl_3$ polymerisiert, was Erfolg hatte. Die 4 Benzine zeigen, wie in der Tat die Synthesen immer günstiger verlaufen: Dies gilt für das Kontaktöl, zunächst noch Aufnahme des zugesetzten Ktöls und dickflüssiges Aussehen, denn erhöhte Bildung, dünnflüssige Beschaffenheit

Durchschrift

das Restöl: seine Menge und die Konzentration der Restolefine nehmen stetig ab

das Destillatöl, es nimmt von 20,2 % bis 9,8 % ab.

das Restöl, hier tritt eine stetige Steigerung der Ausbeute von 34 % bis etwa 63 % auf, bezogen auf 100 T. der zur Synthese eingesetzten Fraktion 60 - 200°. Bezieht man jedoch auf das Gesamtöfenprodukt, so ergeben sich in kräftigen Anstieg folgende Werte:

3193	Ausbeute n-Öl =	8,8 %
3196	"	=13,5 %
3201	"	=19,4 %
3206	"	=27,- %

Anlage 4: Verhalten der unbehandelten Benzine

Es erschien uns interessant, einmal festzustellen, wie sich die Benzine in der Originalform ohne Vorreinigung gegenüber $AlCl_3$ verhalten.

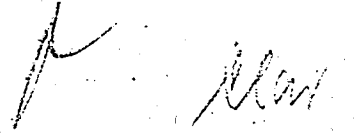
Selbst bei der 4. Probe, die durch hohen Olefingehalt und eine verhältnismässig niedere OR Zahl von 18 gekennzeichnet ist, lässt sich eine Bildung von brauchbarem Kontaktöl nicht beobachten. Es wird allenthalben nur ein Teil der Olefine polymerisiert.

In der Gesamtmenge des Polymerisates und der Ausbeute an n-Öl kommt die stetig zunehmende Verbesserung in der Polymerisationsneigung gut zum Ausdruck. Bestenfalls entstehen aber nur 28,4 % Restöl, mit einer Polhöhe $WPH = 1,78$.

Zusammenfassung

Die Benzine aus der Produktion des Ofens 11,
10. Füllung Eisenkontakt wurden untersucht und zu Öl poly-
merisiert. Bemerkenswert ist eine stetige Verbesserung
der Ofenprodukte mit der fortschreitenden Benutzung des
Kontaktes.

Anlagen.



Destillation der 4 Benzinproben aus Ofen 11. 10. Füllung
über Eisenkontakt.

	3193 29/30.9.41	3196 8/9.10.41	3201 20/21.10.41	3206 29/30.10.41				
Gesamtofenprodukt besteht aus								
AK Benzin	16,7 %	15,8 %	23,7 %	52,2 %				
Kondensatöl	39,1 %	40,7 %	49,3 %	43,5 %				
Paraffingatsch	44,2 %	43,5 %	27,- %	4,3 %				
Atmosphär. Destillation des Gemisches AK Benz. + Kondensatöl, 1400 g Einsatz:								
Frakt. bis 60°	9,9 %	11,2 %	13,2 %	22,2 %				
" 60- 200°	46,3 %	46,2 %	39,2 %	45,1 %				
" 200- 320°	31,8 %	28,7 %	28,6 %	19,5 %				
Rstd. 320°	11,3 %	13,3 %	18,6 %	12,8 %				
Verlust	0,7 %	0,6 %	0,4 %	0,6 %				
Frakt. 60-200° im								
Ges. Ofenprodukt	25,8 %	26,1 %	28,6 %	43,1 %				
Englerdestillationen								
	Gemisch 60-200°		Gemisch 60-200°		Gemisch 60-200°		Gemisch 60-200°	
Medet ab	53°	65°	45°	68°	-	60°	30°	55°
5 Vol %	78	88	65	95	-	78	52	72
10	89	95	80	101	-	88	60	79
20	117	105	97	112	-	103	68	89
30	140	115	128	120	-	113	78	98
40	170	125	153	129	-	123	102	107
50	197	135	177	140	-	133	131	117
60	228	145	213	149	-	143	163	129
70	261	156	245	162	-	153	213	143
80	304	168	280	176	-	166	274	159
90	360	184	327	192	-	184	336	180
95	Paraff.	197	-	200	-	192	350	198
Siedek. Z _w	-	137	-	142	-	134	163	124

Durchschrift

Anlage 2

Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten

Analyse der 4 Benzinproben Ofen 11. 10-Füllung

	Gemisch aus Ak Bz.+ Kond.Öl	Fraktion 60 - 200°	Fraktion 200 - 320°
<u>1) Probe 3193 v. 29/30.Sept. 1941</u>			
d ₂₀	0,744	0,726	0,775
NZ	0,81	1,44	0,38
VZ	1,41	3,95	0,95
SP Zahl	50 %	59 %	50 %
OH Zahl	43	62	23
CO Zahl	3	4	4
<u>2) Probe 3196 v. 8/9.Oktober 1941</u>			
d ₂₀	0,746	0,730	0,780
NZ	1,55	2,36	0,21
VZ	3,70	5,89	1,93
SP Zahl	56 %	68 %	54 %
OH Zahl	42	60	23
<u>3) Probe v. 20/21.Oktober 1941</u>			
d ₂₀	0,744	0,719	0,779
NZ	1,26	2,03	0,29
VZ	3,06	4,94	1,39
SP Zahl	70 %	75 %	65 %
OH Zahl	25	29	21
CO Zahl	2	4½	2½
<u>4) Probe 3206 v. 29/30.Oktober 1941</u>			
d ₂₀	0,717	0,714	0,780
NZ	0,67	1,05	0,20
VZ	2,94	4,39	1,06
SP Zahl	72 %	74 %	64 %
OH Zahl	16	18	14

Durchschnitt

Ölsynthesen nach Vorbehandlung der 4 Benzine mit Natrium

Die Fraktion 60 - 200° wurde mit 3 % met.Natrium vorbehandelt. Zur Auswertung diente die II., mit Kontaktöl aus I durchgeführte Synthese.

	3193 29/30.9.41	3196 8/9.10.41	3201 20/21.10.41	3206 29/30.11.41
Bz. Olefine	57 %	64 %	72 %	73 %
AlCl ₃ f. Synth. II	2,5 %	5 %	2,5 %	2,5 %
erhitzen	9 Std. 95°	9 Std. 95°	9 Std. 95°	9 Std. 95°
Ktöl gebildet	Aufnahme	2,8 %	0,6 %	6,2 %
" Aussehen	dickflüssig	plastisch	dünflüssig	dünflüssig
Restbenzin	46 %	29,6 %	19,4 %	19,6 %
" Olefine	12 %	10 %	4 %	3 %
Vak. Destillat	20,2 %	13,9 %	11,3 %	9,8 %
Rstds-(n-)Öl	34,- %	51,9 %	67,9 %	62,6 %
bez. auf Gesamt- Ofenprodukt	8,8 %	13,5 %	19,4 %	27,- %
Rstdsöl V ₅₀	7,4°	11,8°	10,7°	13,4°
" VPH	1,71	1,62	1,63	1,68

Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten

Oleynthesen aus den Benzinproben direkt.

Die Fraktion 60 - 200° wurde zur Polymerisation mit 5 %
AlCl₃ ohne vorausgehende Raffination 1mal angesetzt.

	3193 29/30.9.41	3196 8/9.10.41	3201 20/21.10.41	3206 29/30.10.41
Benzin SP Zahl erhitzen	59 % 10 Std. 95°	68 % 9 Std. 90°	74 % 9 Std. 90°	74 % 9 Std. 95°
Kohl gebildet	0	0	0	1 %
" Aussehen	-	Schlamm	Schlamm	fest
Restbenzin	81,- %	79,- %	70,4 %	56,6 %
" Olefine	53 %	62 %	67 %	48 %
Gesamtmenge Polymerisat	13,4 %	17,8 %	26,8 %	38,- %
davon Vak. Destillat 200°	zu wenig	zu wenig	14,8 %	28,4 %
" V ₅₀	-	-	18,1°	18,5°
" VPH	-	-	-	1,78

Durchschrift