

Oberhausen-Holten, den 5. Februar 1942

Abt. HL - Cl./Fk.

Herren Professor **M a r t i n**  
**Dr. H a g e m a n n**  
**H e g e r**

Betrifft: Analyse und Polymerisation des über Kobalt-  
Kontakt im Ofen 10, 11. Füllung, DVA, hergestell-  
ten Kreislauf-Benzins.

Nachdem die obige Versuchsperiode mehrfach von uns ausgewertet wurde (vgl. Bericht des Vers. Labors vom 2. August 1941 u. Andere), bringen wir hiermit nachträglich in Tabellen- oder Kurvenform eine Zusammenstellung der Analysenwerte, die wir bei der Untersuchung der Benzine bzw. synthetischen Öle erhielten.

Die Anlagen 1-3 beziehen sich auf die Eigenschaften des im Ofen 10 erhaltenen Kreislaufbenzins, Anlage 4 und 5 auf Ausbeute und Analyse des durch Polymerisation hieraus gewonnenen n-Öles.

#### 1. Untersuchung der Benzine

Anlage 1 (Destillation der Benzine) Was die Verteilung breiter Siedestreifen im Gesamtbenzin = AK Bz. + Kondensatöl betrifft, so nimmt im Ablauf der 201 Ofentage der tiefsiedende Anteil "bis 60°" auf Kosten der hohen Fraktionen "200 - 320°" deutlich zu. Vom Gesamtofenprodukt aus gesehen, erfährt der für die Ölsynthese verwendete Siedestreifen "60 - 200°" fraglos eine Vermehrung von etwa 30 auf 50 %. Die Englerdestillation dieses wichtigen Anteils "60-200°" lässt markante Verschiebungen in der Siedeanalyse nicht erkennen.

Anlage 2 (Analyse des Gesamtbenzins) Im Gemisch AK Bz.+ Kondensatöl zeigen im Ofengang die Olefine oder genauer die Schwefel-Phosphorsäurezahlen einen Rückgang von 65 auf 52  $\%$ . Die Verunreinigungen, wie sie durch die NZ und VZ erfasst werden, nehmen innerhalb der Ofentage zu, während andererseits die OH Zahl, die für den Gehalt an Alkoholen charakteristisch ist, stark heruntergeht. Dementsprechend sinkt die festgestellte Dichte der Benzine. Mit dem Abfall des Alkoholgehaltes verlagert sich bei der Ölsynthese die Vorbehandlung des olefinischen Materials immer mehr nach der Entfernung der Säuren und Ester hin, während die Anteile vom Typ R.OH immer weniger bei der Polymerisation stören.

Anlage 3 (Analyse der Benzinfraktionen) Wie die Kurve 3 erkennen lässt, gilt sowohl für die Fraktion "60-200°" wie für die "200-320°" die Tendenz, dass die SPZahl und auch die OH-Zahl mit dem Lauf des Ofens abfallen. Dagegen nehmen die VZ Werte in beiden Benzinfraktionen etwas zu.

## 2. Untersuchung der nÖle

Anlage 4 (Ausbeute) Die Ausbeutezahlen wurden wie folgt ermittelt: Man behandelt die Benzine mit 3 % metall. Natrium, erst in der Kälte, dann 2 Std. bei 70° sowie 2 Std. bei 110°. Zur Auswertung dient nicht die mit  $AlCl_3$  durchgeführte 1. Synthese, sondern die mit dem hieraus erhaltenen Kontaktöl + 2,5 %  $AlCl_3$  vollzogene 2. Synthese. Die so erhaltenen Zahlen geben also an, welche Ausbeute unter betriebsmäßigen Bedingungen bei sorgfältiger Entfernung der störenden Verunreinigungen, also optimal erreicht werden können.

Einige Beispiele mögen den Einfluss dieser Vorreinigung mit Natrium beleuchten:

	Ausbeute ohne Vorbehandlg.	Ausbeute mit Na Vorbehandlg.
Ø 1. Drittel	29,8 %	55,4 %
187 Ofentage	28,6 %	42,6 %
194 "	18,4 %	43,2 %
201 "	21,6 %	42,2 %

Bezieht man den Anfall an n-Öl auf die eingesetzte Benzinfraktion "60-200°", so muss schon auf Grund der festgestellten Olefingehalte mit einem Absinken der Ausbeute gerechnet werden. In der Tat geht sie, so gerechnet, von etwa 55 auf 42 % zurück. Im letzten Viertel der Produktionszeit werden starke Schwankungen beobachtet, bedingt durch die Arbeitsweise: Es zeigte sich, dass jeweils die Ölausbeute zurückging, wenn das Benzin im Kreislauf belassen wurde.

Bezieht man jedoch das erhaltene n-Öl auf 100 T. Gesamtöfenprodukt, so bleibt die Ausbeute konstant. Die Erklärung liegt einfach darin, dass sich der Rückgang der Ausbeute in der Fraktion "60-200°" und die Zunahme dieses Anteils im gesamten Ofenprodukt (Kurve Anl.1) in etw kompensieren.

Anlage 5 (Ölanalyse) Charakteristisch auch für die 12. Füllung des Ofens 10 ist, dass die  $V_{50}$  des gewonnenen Öles heruntergeht, während die Viskositätspolhöhe von 1,60 bis fast 2,0 ansteigt, d.h. sich wesentlich verschlechtert.

#### Z u s a m m e n f a s s u n g

Die Produkte aus dem Ofen 10, 11. Füllung, Co-Kontakt werden in ihren analytischen Eigenschaften einschl. Destillation besprochen, desgleichen die aus der Fraktion "60 - 200°" gewonnenen n-Öle.

Durchschrift

Anlagen.

*Beck* *Blav*

Destillation der Benzine

Es wurden durch Destillation aufgeteilt:

- 1.) das Gemisch AK Benzin + Kondensatöl in der Widmerkolonne; betr. Anteil bis 60° und 60-200° vgl. Kurvenblatt 1.
- 2.) die bei 1) anfallende Fraktion 60-200° im Englerapparat.

Ofentag	Gemisch AKBz.+Kond, Öl		Anteil 60 - 200°			
	Anteil 200-320° %	Anteil 320° %	bei der Englerdestillation siedend:			
			10% bis OC	40% bis OC	70% bis OC	95% bis OC
11	34,6	9,8	91	127	170	200
13	41,-	6,5	80	125	163	215
15	41,-	4,2	-	-	-	-
18	37,2	7,1	88	128	166	207
22	30,1	6,8	68	113	158	223
25	39,9	5,1	96	132	165	218
39	36,7	5,2	93	125	164	210
45	36,6	4,4	70	108	155	204
52	29,3	8,1	95	123	163	220
Ø 50	33,8	6,0	88	123	157	205
59	30,2	5,9	80	113	150	200
66	30,6	6,2	93	128	161	208
46 - 74	0	0	84	122	159	197
82	32,5	11,3	104	138	173	210
86	31,6	7,3	98	130	164	200
94	37,-	6,6	98	120	150	178
100	35,6	6,5	78	110	138	172
106	28,4	7,1	88	118	153	193
112	31,6	7,4	88	120	170	220
119	31,1	7,2	78	115	160	217
124	39,3	9,3	88	128	165	228
133	36,1	9,3	100	138	174	218
139	26,8	12,-	95	125	158	195
146	47,7	8,8	109	147	174	212
153	28,2	7,7	98	129	160	205
160	28,2	3,3	85	115	149	198

Durchschrift

Destillation der Benzine

Ofentage	Gemisch AKBz. + Kond.öl		Anteil 60 - 200° bei der Englerdestillation siedend:			
	Anteil 200-320° %	Anteil 320° %	10 % bis °C	40% bis °C	70% bis °C	95% bis °C
167	19,9	3,-	83	117	143	190
173	27,6	8,9	89	118	152	194
180	25,-	9,6	78	103	147	187
187	19,3	2,6	87	111	137	189
194	27,5	4,6	99	124	156	200
201	22,6	8,4	82	110	153	194

Analyse des Gemisches: AK Benzin & Kondensatöl

Betr.OH Zahl und Olefine vgl. Kurvenblatt 2

Ofentage	d <sub>20</sub>	NZ	VZ	CO-Zahl
11	0,766	0,61	1,34	-
13	0,747	0,69	1,22	-
15	0,770	0,92	1,43	-
18	0,742	0,76	0,95	-
22	0,733	0,92	1,38	-
25	0,746	0,74	0,93	-
39	0,734	0,61	0,99	-
45	0,732	0,78	1,20	-
52	0,725	0,59	0,86	-
∅ 50	0,728	0,66	0,93	-
59	0,769	0,65	0,69	-
66	0,777	0,63	1,03	5
46 - 74	0,702	0,22	0,77	5
82	0,719	0,67	0,89	-
86	0,713	0,60	0,85	3 1/2
94	0,726	0,77	0,96	-
100	0,729	0,68	1,26	6 1/2
106	0,731	1,09	1,77	-
112	0,734	0,88	1,41	7
119	0,736	1,06	1,59	-
124	0,735	1,31	1,88	5
133	0,727	1,32	1,67	-
139	0,735	0,30	0,35	3 1/2
146	0,751	1,71	1,86	3
153	0,730	1,30	1,86	4
160	0,729	1,10	1,32	-
167	0,730	1,50	1,72	-
173	0,726	1,02	1,88	3
180	0,726	1,46	1,77	3
187	0,713	1,28	1,70	6
194	0,719	1,81	2,46	7
201	0,721	2,47	2,98	6 1/2

Durchschnitt

Analyse der Benzinfractionen

betr.OH Zahl und Olefine vgl. Kurvenblatt 3

Ofentage	Vers.Nr.	Fraktion 60-200°		Fraktion 200-320°	
		VZ	COZahl	VZ	CO Zahl
11	3064	1,24	2½2	1,08	5
13	3066	0,97	2½2	0,83	5½2
15	3067	0,84	2½2	0,74	5
18	3068	0,64	2	0,59	6
22	3069	1,09	2½2	1,27	5
25	3070	0,80	3	1,05	5
39	3075	0,75	4½2	0,84	5
45	3078	0,74	2½2	1,05	3½2
52	3079	0,72	5	0,97	6
∅ 50	3080	0,40	5	0,70	5
59	3101	0,90	7	0,84	5
66	3103	0,84	6½2	0,95	5
46-74	3102	0,94	8	-	-
82	3106	1,06	-	0,64	-
86	3107	1,04	4	0,83	5
94	3109	0,83	-	1,73	-
100	3111	1,14	6½2	1,91	7
106	3112	1,--	-	1,49	-
112	3117	1,02	6½2	1,04	6
119	3118	1,07	-	1,05	-
124	3119	1,79	6	1,59	6
133	3120	1,69	-	2,35	-
139	3144	1,88	3	1,31	4½2
146	3148	1,44	2½2	1,72	4
153	3149	1,58	5	1,70	4
160	3153	0,62	-	1,24	-
167	3157	1,44	-	1,96	-
173	3161	1,02	3	1,57	4
180	3162	0,92	4	0,79	4
187	3164	1,38	8	2,85	6½2
194	3167	2,26	5½2	3,44	6
201	3168	1,90	6	2,16	6

Durchschrift

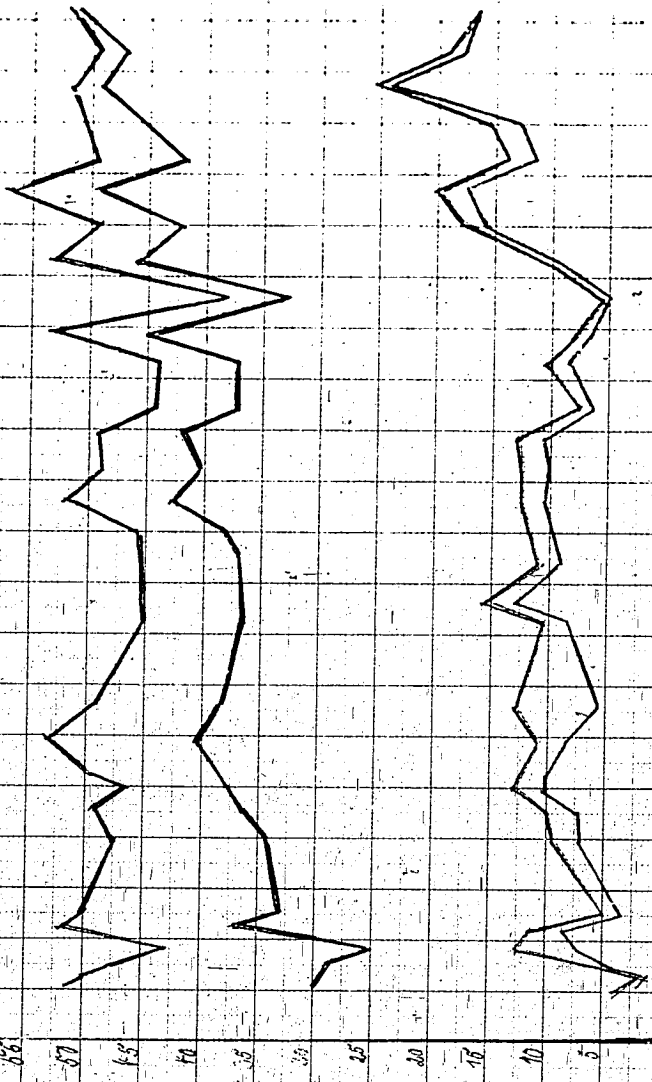
# Destillation der Benzine

Anteil <math>< 60^\circ</math> im Gemisch AK-Benz. + Kondensatöl

" " " " " "

" " " " " "

" " " " " "

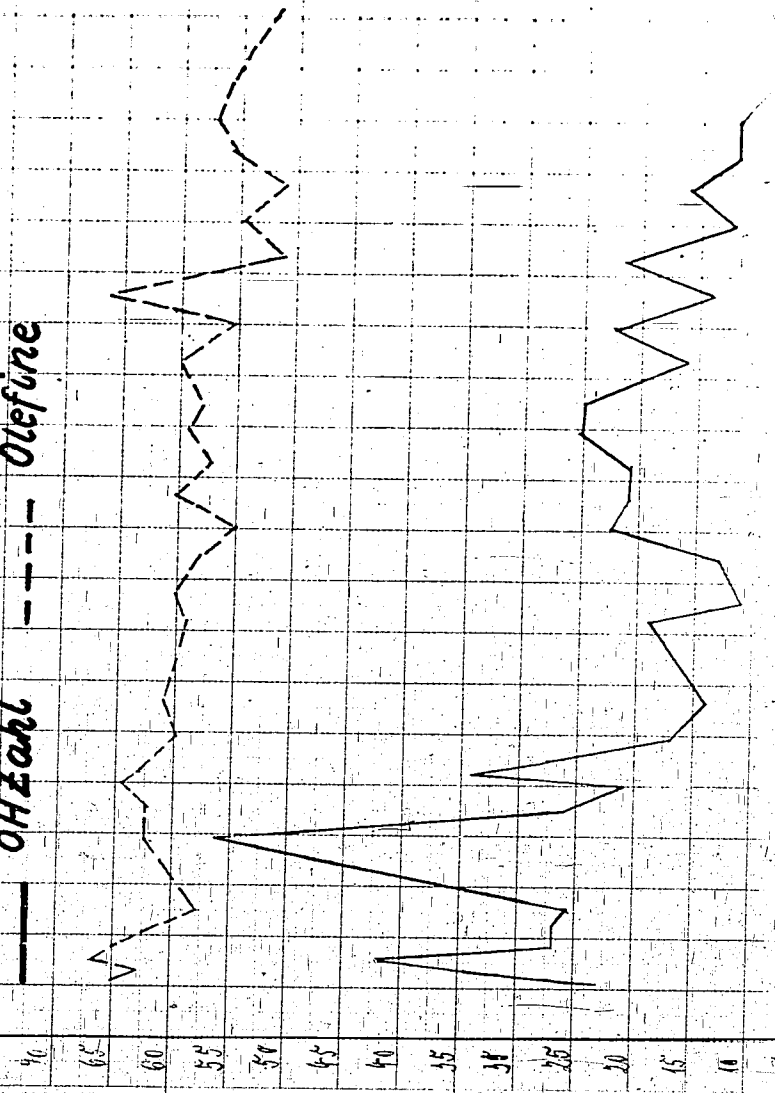


10 20 30 40 50 60 70 80 90 100 110 120 130 140 150 160 170 180 190 200 210 220 230 240 250 260 270 280 290 300 310 320 330 340 350 360 370 380 390 400 410 420 430 440 450 460 470 480 490 500 510 520 530 540 550 560 570 580 590 600 610 620 630 640 650 660 670 680 690 700 710 720 730 740 750 760 770 780 790 800 810 820 830 840 850 860 870 880 890 900 910 920 930 940 950 960 970 980 990 1000



Analyse des Gemisches AK Benzin + Kondensatöl

— OH Zahl    --- Olefine



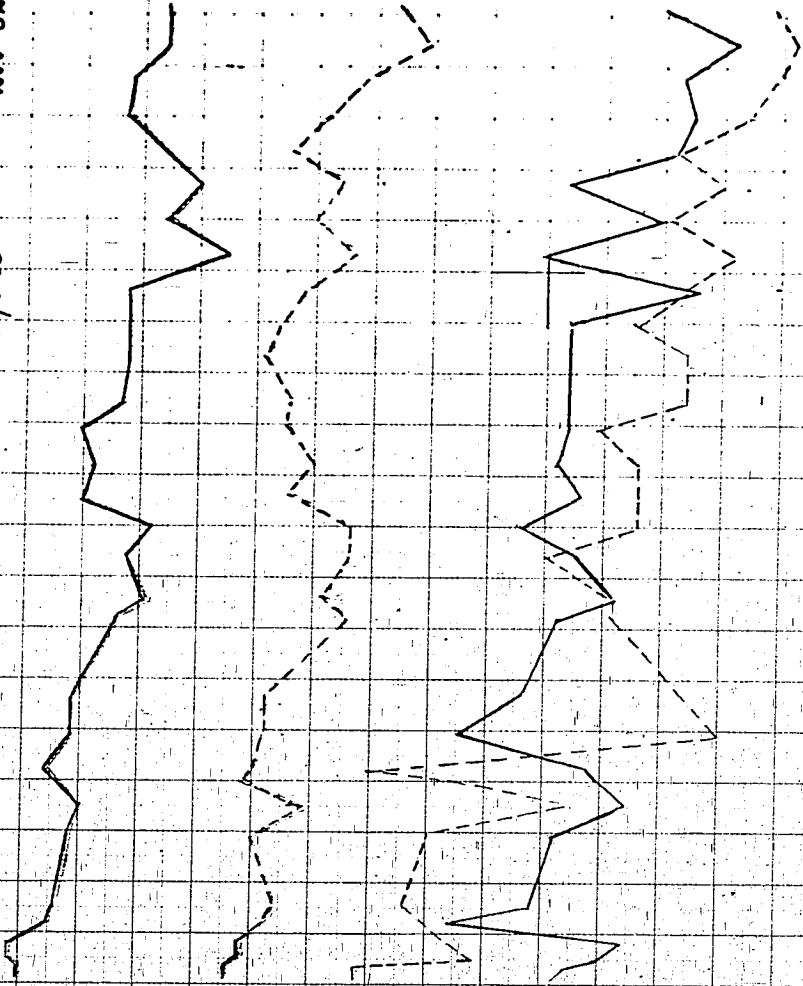
# Analyse der Benzinfraktionen

OH Zahl fraktion 60-200°  
OH Zahl " 200-320°

Olefine fraktion 60-200°  
Olefine " 200-320°

OH Zahl

45  
40  
35  
30  
25  
20  
15  
10  
5



35 30 25 20 15 10 5 Olefine

Handgezeichnet

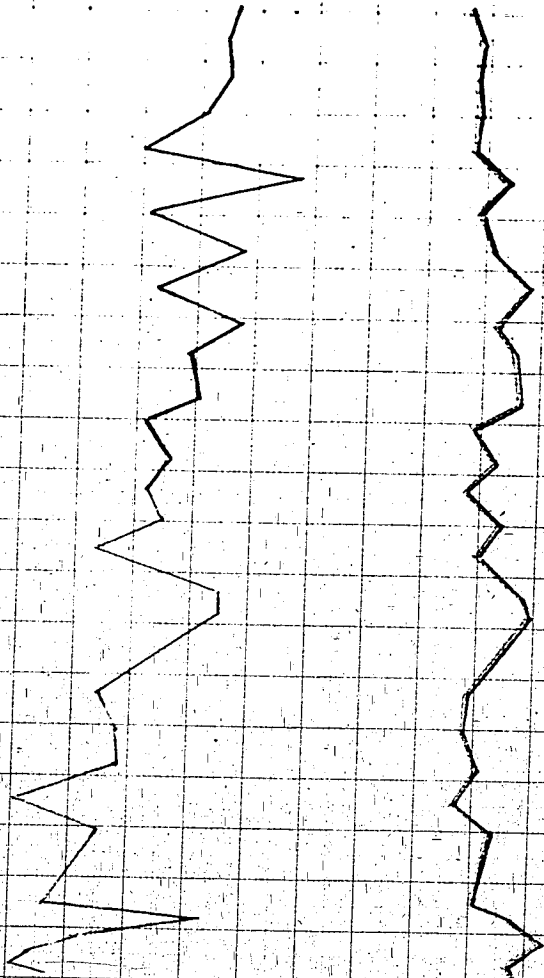
# Ausbeute an n-Öl

Ausbeute bez. auf Gesamtöfersprodukt

Ausbeute bez. auf Fraktion 60-200°

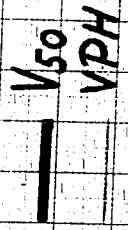
Pro. %

60  
55  
50  
45  
40  
35  
30  
25  
20  
15  
10



10 20 30 40 50 60 70 80 90 100 110 120 Tage

# Analyse des n-Oies


  
 V50
   
 VPH

VPH

2,00  
 2,50  
 3,00  
 3,50  
 4,00  
 4,50

