

Oberhausen-Holten, den 27. März 1941

Schmieröl-Anlage Goe/Mat.

000666

Beschreibung einer gesamten Anlage zur Herstellung von
12000-Jahrestonnen Schmieröl I nach dem Durchflussschema
MRH III, IV, V.

Um eine möglichst grosse Menge der Primärprodukte aus der Fischer-Ruhrchemie-Synthese für die Erzeugung des Schmieröles I einsetzen zu können, werden zwei Fraktionen der HD-Synthese verwendet. Es wird von der Fraktion im Siedebereich von 200 bis 300°C und der über 300°C siedenden Fraktion ausgegangen. In einer thermischen Spaltanlage werden die beiden Paraffin-Kohlenwasserstoff-Fraktionen getrennt unter besonderen Bedingungen an geeigneten Olefinen aufgespalten, die vornehmlich endständig sein müssen. Die Fraktion von 200 bis 300°C wird zu ca. 73 Gew.-% in Olefine verwandelt, während von der Fraktion über 300°C ca. 78 Gew.-% Olefine gebildet werden. Die Verteilung der Olefine auf die einzelnen Kohlenwasserstoffe geht aus den angeführten Beispielen hervor.

Gewichtsprozente an Olefinen vom Spaltprodukt.

Siedebereich der Kohlenwasserstoffe	aus der Fraktion	
	200 - 300°C	über 300°C
C ₂ - C ₄	21 Gew.-%	19 Gew.-%
C ₅ - C ₇	26 "	20 "
C ₈ - C ₉	14 "	12 "
C ₁₀ - C ₁₂	14 "	13 "
C ₁₃ - C ₁₅	-	14 "
	<u>75 Gew.-%</u>	<u>78 Gew.-%</u>

Aus den flüssigen und gasförmigen Spaltprodukten werden nach erfolgter Kondensation und Kompression in einer Druckdestillation die niedrig siedenden Anteile einschliesslich der C₄-Kohlenwasserstoffe, gegebenenfalls C₅-Kohlenwasserstoffe, abgetrieben. Die am Boden der Stabilisierungskolonnen gewonnenen Bensenanteile gelangen zur Polymerisation. Vorher müssen sie einer sorgfältigen Probenahme unterzogen werden. Die aus den beiden Primärprodukt-Fraktionen erhaltenen Spaltbenzin können getrennt oder vermischt polymerisiert werden.

Zur Herstellung von 12.000 Jahrestonnen Schmieröl I sind ca. 28.500 t Primär-Produkt zu spalten. Die Menge der Fraktion von 200 bis 300°C steht zu der Fraktion über 300°C im Verhältnis 1:1,5. Um die Leistung der Spalt- und Stabilisationsanlage zu kennzeichnen, wird der Jahresdurchsatz für 300 Tage im folgenden angegeben:

	Fraktion 200-300°C	Fraktion über 300°C
Einsatz in die Spaltanlage	11.400 t	17.100 t
Einsatz in die Druckdestillation		
a) an verdichtetem Spaltgas	4.000 t	5.000 t
b) an unstabilem Benzin	7.300 t	11.200 t
Anfall an Spalt-rückstand	100 t	200 t
Erzeugung an stabilem Spaltbenzin einschl. der C ₅ -Kohlenwasserstoffe	7.300 t	12.600 t

27.3.41

Schmieroelanlage Gcc/Mat.

000000

1.) Spaltanlage

Zur getrennten Spaltung der beiden Primär-Produkt-Fraktionen ist eine Spaltanlage mit einem Durchsatz von ca. 100 Tonnentonnen zu errichten. Um die für die Schmieroel-synthese geeigneten Olefine in ausreichender Menge zu erhalten, sind drei Merkmale wesentlich:

- a) die Einhaltung von einem verhältnismäßig niedrigen Spaltdruck,
- b) die Gegenwart von überhitztem Wasserdampf und
- c) die genaue Einhaltung der Aufenthaltsdauer im Ofen.

Der Druck in den Heiz- und Spaltrohren im Ofen ist durch besondere Regelung beim Eintritt nicht höher als 12 bis 15 atü, beim Austritt ca. 5 atü. Die Anschlüsse für den Dampfzusatz bestehen am Eintritt der Heizzone und der Spaltzone. Der zuzusetzende Wasserdampf muss neben der ausreichenden Überhitzung einen Vordruck von mindestens 15 atü aufweisen.

Die Anlage besteht im wesentlichen aus:

- a) einer Spalt-ofen (2),
- b) einer Flashkammer (3),
- c) einer Fraktionierkolonne (4),
- d) einer Benzin-Kondensations-Anlage (4a),
- e) zwei Benzin-Aufnahmebehältern (4b),
- f) Kühlkästen für Umlauföl aus der Fraktionierkolonne und für den zu einer Vorlage gehenden Rückstand (4c),
- g) Pumpen. Zwei Heissöl-pumpen für den Umlauf aus Ofen, zwei Frischöl-pumpen, zwei Kreiselpumpen für Umlauföl aus der Fraktionierung, das nach Durchlaufen eines Kühlkastens sowohl in der Fraktionierkolonne als auch in der Flashkammer zur Cophlegmierung verwendet wird, zwei Kreiselpumpen für den Benzin-Rückfluss zur Fraktionierkolonne.

Das aufzuspaltennde Rohprodukt wird durch eine Frisch-
oelpumpe (4c) aus dem Vorratstank (1) entnommen, und in
die Rückleitung der Heis-oelpumpe (4d) gebracht. Dieser
Pumpe läuft von dem Zwischenboden der Fraktionierkolonne
der Rückstand von der Benzin-Destillation als das noch zu
spaltende Umlaufprodukt zu. Das Gemisch der beiden Produkte
wird durch die einzelnen Ofenzonen mit einem Vordruck von
ca. 10 atü hindurchgedrückt. Nach Verlassen der Spaltzone
gelangt das Spaltgemisch in die Flaschkammer (3), in der eine
Trennung der aufsteigenden Dämpfe von dem höherstehenden, flüs-
sigen Rückstand stattfindet. In dem Kopf und an der Eintrit-
stelle der Flaschkammer wird das am Boden der Fraktionierkolonne
abgezogene und kondensierte Produkt als Kühl-oel zugesetzt,
um die Temperatur der Flaschkammer zu beeinflussen. Die aus
der Flaschkammer abziehenden Dämpfe werden in das Unterteil
der Fraktionierkolonne geleitet, das mit einigen Führungs-
und Glockenböden ausgelegt ist. Das bereits erwähnte, vom
Boden der Kolonne abgezogene Zirkulat-omprodukt wird vor
Eintritt in der Pumpe in dem grossen Kühlkasten gekühlt.
Ein Teilstrom des gekühlten Umlaufmaterials wird zur Dephleg-
mierung und Steuerung der Temperatur am Boden der Kolonne
unterhalb des Zwischenbodens eingeführt, von dem aus der
Destillat-omrückstand der Fraktionierkolonne in die Heis-
oelpumpe gelangt. Das aus der Fraktionierkolonne (4) abzie-
hende dampfförmige Spaltbenzin geht zusammen mit dem Spalt-
gas durch eine Kondensations- und Kühlanlage (4a), aus dem
Spaltgas, das kondensierte Benzin und das Wasser, hervorgeru-
fen durch den Dampfzusatz, getrennt und abgeführt werden.
Als Rückfluss für die Fraktionierkolonne wird das kondensierte
Benzin aus dem Benzinabscheidebehälter entnommen und am Kopf
der Kolonne (4) zur Einsteuerung der Temperatur eingeführt.

Zur Lagerung des Spalteinsatzes sind zwei heizbare Tanks
von 1000 m³ Inhalt aufzustellen (1). Es ist zu empfehlen, zur
genauen Messung der einzusetzenden Frisch-oelmengen weitere
zwei Tanks mit ca. 100 m³ Inhalt zu errichten. Für das anfal-
lende Spaltbenzin werden zwei Vorlagen gebraucht. Ebenfalls
sind für Spalt-rückstand aus der Flaschkammer zwei Wechsel-
vorlagen vorzusehen. Es wird empfohlen, sämtliche Vorlagen
der gesamten Anlage auf 30 m³ Inhalt zu besitzen. Zum Ent-

leeren der Spaltanlage gehört ein Abscheidebecken von mindestens 120 m³ Inhalt, das mit einer Dampfbranse versehen ist. Für die Aufnahme des hier abgeschiedenen Produktes ist ein heizbarer Tank von ca. 100 m³ Inhalt notwendig, in dem das Material entkässert werden kann, bevor es in die Spaltanlage wieder eingesetzt wird.

27.3.41

000671

Schmieröl-Anlage. Kn/Mat.

Benzin-Druckdestillation für Spaltbenzin und Spaltgas
nach Zeichnung MMH V.

Das in Gas-Benzin-Scheidebehälter (1) der Spaltanlage anfallende Spaltgas und Spaltbenzin liegt - eine Kondensationstemperatur von ca. 40°C und einen Kondensationsdruck von ca. 4 atü vorausgesetzt - mengenmäßig und analytisch in etwa gemäß Tabelle (a) und (b) vor.

a) Einsatzmengen für die Druckdestillation

	Produkt aus Fraktion 200-300°C	Produkt aus Fraktion über 300°C
Spaltbenzin Einsatz	7.300 Jato	11.900 Jato
Spaltgas Einsatz	4.000 Jato	5.000 Jato
	= 2,25 x 10 ⁶ m ³ /Jahr	= 2,8 x 10 ⁶ m ³ /Jahr

b) Analytische Zusammensetzung der Einsatzprodukte in die Druckdestillation

	Spaltgas aus beiden Frakt.	Benzin aus Frakt. 200-300°C	Benzin aus Fraktion über 300°C
C ₁ Vol.-%	7,4		
C ₂	28,0		5,4
C ₃	33,8		
C ₄	14,2		
C ₅	9,3		
C ₆	4,4		34,6
C ₇	1,9		
C ₈ - C ₁₀	Über C ₇ 1,0		54,0
C ₁₁ - C ₁₄		Über C ₁₀	6,0
Über C ₁₄			

An die Druckdestillation sind folgende Anforderungen zu stellen:

Das die Hauptkolonne als Bodenprodukt verlassende stabile Spaltbenzin muss frei von C₃-C₄-, gegebenenfalls auch von C₅-Kohlenwasserstoffen sein. Die über den Kopf der Hauptkolonne gehenden Kohlenwasserstoffe dürfen keine Anteile über C₄

enthalten. Die am Boden der Seitenkolonne abzuscheidenden C_5 -Kohlenwasserstoffe dürfen aus Gründen einer wirtschaftlichen Ausbeute in der Celosynthese nicht über 5-Gew.-% C_6 -Kohlenwasserstoffe enthalten.

Für die Kompression des Spaltgases empfehlen wir zwei 2-stufige Kompressoren mit je $1.000 \text{ m}^3/\text{h}$ Ansaugleistung und einem max. Kompressionsdruck von 20 atü zu beschaffen.

Die wesentlichen an dieser Anlage gehörenden Apparate-
teile sind folgende:

- Gas-Benzin-Scheidebehälter (1),
- Spaltgasbehälter mit 1.000 m^3 Inhalt (2)
- Unstabil-Benzinvorlage, ca. 30 m^3 Inhalt (3),
- zwei Spaltgas-Verdichter mit $1.000 \text{ m}^3/\text{h}$ Ansaugleistung (4) (ein Verdichter als Reserve),
- zwei Einsatzpumpen für Benzin (5) (eine Pumpe als Reserve),
- Benzin-Wärmeaustauscher (6),
- Röhrenofen (7) mit Vorwärmesystem (VW) und Wiederaufkochersystem (WA),
- Druckdestillations-Kolonne (8) für 15 atü Betriebsdruck,
- Seitenkolonne (9) mit Wiederaufkocher für 15 atü Betriebsdruck,
- Rückflussebehälter (10) für 15 atü Betriebsdruck,
- zwei Rückfluspumpen (11) (eine Pumpe als Reserve)
- C_3 - C_4 -Vorlage (12), ca. 30 m^3 Inhalt für 25 atü Betriebsdruck,
- C_5 -Vorlage (13), ca. 30 m^3 Inhalt,
- Stabilbenzin-Vorlage (14), ca. 30 m^3 Inhalt,
- Ferner: Regler für Stabilbenzin-Abzug, C_3 - C_4 -Abzug, C_5 -Abzug, Endgas Abregulierung.

Die Arbeitsweise der im Fließbild dargestellten Anlage ist folgende:

Aus dem Gas-Benzin-Scheidebehälter (1) gelangen die flüssig anfallenden Spaltprodukte in die Unstabilbenzin-Vorlage (3). Diese Vorlage erhält zweckmässig eine Entgasung zum Spaltgasbehälter (2), in dem auch das in (1) gasförmig verbleibende Spaltgas gelangt. Aus Spaltgas-

000673

- 3 -

behälter (2) wird das Spaltgas mit einem der Kompressoren (4) angesaugt und nach zweistufiger Verdichtung direkt ohne vorherige Kühlung in den, dem Gleichgewichtszustand dieses Gases entsprechenden Boden der Kolonne (8) geführt. Das unstabile Spaltbenzin wird aus Vorlage (3) von einer der Pumpen (5) über den Wärmeaustauscher (6) durch den Vorwärmer (VW) des Röhrenofens (7) der Kolonne zugeführt. Am Boden der Kolonne (8) wird über den Regler (Rbi) das vorher im Wiederaufkocher (WA) aufgekochte Benzin durch den Wärmeaustauscher (6) über die Kähler (Kbi) der Stabilbenzin-Vorlage (14) zugeleitet. Am Kopf der Hauptkolonne werden über die Kondensiergruppe K C₃-, C₄- die C₃-, C₄-Kohlenwasserstoffe in den Rückflussbehälter (10) kondensiert, von dem mit einer der Pumpen (11) der erforderliche Rückfluß auf Kolonne (8) gegeben wird. Die abgeschiedenen C₃-C₄-Kohlenwasserstoffe gehen über den Regler (R C₃-C₄) nach der C₃-C₄-Druckvorlage (12). Das im Rückflussbehälter anfallende nicht kondensierte Endgas wird über den Regler (RG) ins Restgas oder vor die Aktivkohle der Benzinsynthese geleitet. Für das gegebenenfalls notwendig werdende Herausschneiden der C₅-Kohlenwasserstoffe ist die Seitenkolonne (9) mit Wiederaufkocher (WA C₅) vorgesehen. Die C₅-Kohlenwasserstoffe gehen durch Regler (R C₅) über Kähler (K C₅) in die Vorlage (13). Die Anteile kleiner C₅ gehen über den Kopf der Kolonne (9) wieder in die Hauptkolonne (7) zurück. Das in Vorlage (14) anfallende Stabilbenzin gelangt wechselweise je nach dem Einsatzprodukt in zwei Tanks, die einen Inhalt von je 500 m³ haben.

27.3.41

Schmieranlage Goe/Mat.

000674

3.) Benzintrocknung.

Vor Eintritt in die Synthesen muss das Spaltbenzin vollkommen getrocknet sein. Der Gehalt an Wasser darf 0,01% nicht übersteigen. Aus den Tanks (8) wird das stabilisierte Benzin über eine Pumpe durch ein der beiden Türme (5,6), die mit wasserfreiem Chlorcalcium gefüllt sind, zur Trocknung gegeben. Das Benzin tritt seitlich von unten in die senkrecht aufgestellten Behälter, durchfließt das Chlorcalcium und tritt oben aus. Von Zeit zu Zeit muss die sich unten absetzende wässrige Sole am Bodenventil abgelassen werden. Die Trockentürme haben ein Fassungsvermögen von 30 m^3 Inhalt. Ein Turm bleibt ständig in Reserve. Bei sorgfältiger Trocknung der anfallenden Spaltbenzin kann eine Füllung eines Trockenturmes für den Betrieb eines Jahres ausreichen. Das zu trocknende Spaltbenzin soll in einer Menge von nicht mehr als $5 \text{ m}^3/\text{h}$ durch den Trockenturm fließen. Das Spaltbenzin wird mit einer Kreiselpumpe, die eine Leistung von $30 \text{ m}^3/\text{h}$ bei einem Förderdruck bis zu 6 atü aufweisen kann, aus einem der Spaltbensintanke (8) durch den in Betrieb befindlichen Trockenturm in die Vorlage (7) gedrückt.

27. März 1941

Schmieroelanlage Goc/Mat.

000075

Polymerisation und Entchlorung.

Das getrocknete Spaltbenzin wird in Rührkesseln zur eigentlichen Schmieroelbildung einem Polymerisationsprozess unterworfen. Als Polymerisationskontakt dient die sich bildende Doppelverbindung von $AlCl_3$ mit Olefin-Kohlenwasserstoffen des eingesetzten Spaltbensins. Diese oelige Flüssigkeit, die mit dem Ausdruck "Kontaktöel" bezeichnet ist, wird mit dem zu polymerisierenden Spaltbenzin unter bestimmten Temperaturbedingungen über 12 Stunden lang geführt. Nach dem Prozess setzt sich das schwerere Kontaktöel am Boden des Rührkessels ab und wird nach Entfernung des polymerisierten Reaktionsproduktes mit frischem Spaltbenzin zu weiteren Polymerisationschargen verwendet. Zur Erhaltung der Aktivität des Kontaktöeles, mit dem an sich unbegrenzt die Polymerisationen im Synthesekessel durchgeführt werden können, sind dem Reaktionsgemisch vor Beginn einer jeden Charge 1 bis 2 % technisch wasserfreies $AlCl_3$ hinzugegeben. Für die Viskosität des Schmieroeles sind vornehmlich zwei Faktoren maßgebend: einmal die Temperatur, zum anderen die Menge der $AlCl_3$ -Zugabe. Die höchste Polymerisationstemperatur beträgt $100^\circ C$. Bei Überschreiten dieser Temperatur wird die Aktivität des Kontaktöeles durch starke Verharzungserscheinungen und Asphaltierungen geschädigt. Bei der Polymerisation bis zu $100^\circ C$ entstehen Motorenschmieroele mit einer Viskosität von 6,0 bis $9,0^{\circ E/50^\circ C}$, wenn die $AlCl_3$ -Zugabe 1,5 % nicht übersteigt. Will man Oele mit höheren Viskositäten erhalten, muss man niedrige Temperaturen und gegebenenfalls höhere $AlCl_3$ -Zugaben wählen. Um die Aktivität des Kontaktöeles zu erhalten bzw. zu erneuern ist bei Beginn der Polymerisation die Temperatur eine bestimmte Zeit auf 30 bis $50^\circ C$ zu halten. Erst mit fortschreitender Polymerisationsdauer kann die Temperatur gesteigert werden.

Das Reaktionsprodukt besteht nach der Polymerisation aus ca. 60 % Schmieroel, 25 % Dieselöel und 15 % Benzin in einer Siedelage bis $200^\circ C$. Von den ca. 75 % Olefinen des Spaltbensins werden ca. 80 % in Schmieroel polymerisiert. Der Rest verteilt sich auf die Bildung der Vorpolymerisate, wie Dieselöel. Mit Ausnahme eines geringen Rest-Olefingehaltes besteht das bei dem Prozess zurückbleibende Benzin aus reinen Paraffin-Kohlenwasserstoffen.

Richardson-Merck & Co. AG
Frankfurt am Main

(Polymerisation und Entchlorung)

000076

- 2 -

Vor der Destillation muss dieses Reaktionsgemisch erst von Kontaktelresten befreit, entsäuert und entchlort werden. Zur Entfernung der Chlorkohlenwasserstoffe, die sich in geringer Menge bei der Polymerisation gebildet haben, wird Zinkoxyd verwendet. Das Polymerisationsprodukt wird in einem besonderen Prozess in Gegenwart von ca. 1 % aktivierter Bleicherde und 1 % Zinkoxyd entsäuert und entchlort. Danach werden diese Stoffe durch eine kontinuierliche Filteranlage vom Produkt abgetrennt.

Schmieroelanlage Goe/Mat.

000077

4.) Synthese-Anlage.

Die Syntheseanlage besteht aus fünf Rührkesseln (9-13) mit einem max. Betriebsdruck von 3 atü. Diese Kessel haben einen Inhalt von ca. 32 m^3 und einen nutzbaren Raum von ca. 26 m^3 . Sie sind mit einem Heizmantel für einen Dampf von 2,5 atü versehen, der es gestattet, den Inhalt des Behälters auf eine Temperatur von 100°C zu bringen. Ca. 8 m^3 Kontaktoel werden mit 18 m^3 Spaltbenzin zusammen über ca. 12 Stunden geführt. Die Temperaturverteilung kann s.B. wie folgt vorgenommen werden: 3 Stunden auf 30°C , 3 Stunden auf 50°C , 3 Stunden auf 75°C , 3 Stunden auf 90°C . Nach der Polymerisation einer Synthesencharge werden das schmieroelhaltende Reaktionsprodukt und das Kontaktoel zusammen durch Überdruck mit Schutzgas durch die Absetztürme (14-16) durch einen Kühler mit ca. 100 m^2 Kühlfläche (32) gedrückt, der das Gemisch bis auf 30°C abkühlt. Nach einer Absetzdauer von 10 bis 12 Stunden wird das am Boden des Absetzkessels befindliche Kontaktoel in zwei Wechselvorlagen (33) mit je 30 m^3 Inhalt gegeben. Die Vorlagen sind als Druckvorlagen bis zu 5 atü Betriebsdruck mit einer Wasserheizung gebaut, die es gestattet, den Inhalt bis zu max. 50°C zu erwärmen. Von dem abgetrennten Kontaktoel werden aus einer der Vorlagen vor Beginn der neuen Synthesencharge ca. 8 m^3 in den Rührkessel zurückgepumpt, der damit gleichzeitig abgekühlt wird. Vor der Hinzugabe des getrockneten Spaltbensins wird die bestimmte AlCl_3 -Menge eingefüllt. Nach Schliessen des Synthesekessels und der Atmungsleitung wird unter den vorbestimmten Temperaturbedingungen das Gemisch unter starkem Rühren und gleichzeitigen Umpumpen zur Reaktion gebracht. Die Druckverhältnisse im Synthesekessel werden vom Dampfdruck des Spaltbensins bestimmt. Nach Beginn des Prozesses steigt der Druck auf ca. 2 atü. Mit fortschreitender Polymerisation fällt stetig trotz Temperaturerhöhung bis auf ca. 1,5 atü ab. Nach Abkühlen beträgt er bei ca. 30°C 0,3 atü.

Das aus den Absetztürmen von Kontaktoel befreite Reaktionsprodukt wird in eine Vorlage (18) von 30 m^3 Inhalt abge-

- 2 -

lassen. Aus dieser wird das Produkt zur Entfernung von feinverteiltem Kontaktoel über einen Bleicherdefiltertum gedrückt, aus dem es in eine Vorlage von 30 m^3 Nutzraum fließt. Es ist zu empfehlen, die Größe der Turmes für eine Füllung von ca. 10 m^3 granulierter Bleicherde zu bemessen und ihn für einen Betriebsdruck von ca. 5 atü zu bauen. Zum Bereitstellen des Reaktionsproduktes für die Füllung der Entchloreranlage ist die Anstellung von mehreren Vorlagen notwendig.

In den Synthesekesseln können am Tage 75 t Spaltbenzin in sechs Synthesechargen umgesetzt werden. Die Tagesproduktion an Schmieroel beträgt dabei mindestens 42 t, sodass sich demnach in 300 Arbeitstagen 12.600 t Schmieroel herstellen lassen.

Für die Syntheseanlage sind folgende Pumpen aufzustellen: Zur Füllung der Synthesen mit Spaltbenzin dienen 2 Kreiselpumpen mit einer Leistung von $50 \text{ m}^3/\text{h}$ bei einer Förderhöhe von 50 m Wassersäule. Eine von den beiden Pumpen ist ständig in Reserve. Zur Förderung von Kontaktoel aus den Vorlagen in die Synthesekessel sind 2 Kolbenpumpen für eine Leistung von $15 \text{ m}^3/\text{h}$ mit einem Druck von max. 10 atü erforderlich. Die Drwälzpumpen für jeden Synthesekessel müssen eine Leistung von $50 \text{ m}^3/\text{h}$ bei einem Druck bis zu 5 atü aufweisen.

Zur Aufnahme der Synthesechargen am Tage sind mindestens drei Absetztürme mit einem Inhalt von je 30 m^3 notwendig.

27.3.41

Schmierölanlage Goe/Mat.

000679

5.) Entchlörungs-Anlage.

Um die Tagesmenge des Polymerisationsproduktes zu entsäuern und zu entchlören, sind zwei Druckkessel (21,22) mit je 32 m^3 Inhalt mit Rührwerk für einen Betriebsdruck von 12 atü aufzustellen. Die Behälter haben eine Innen- und Aussenheizung, die imstande ist, den Inhalt in ca. 1 Stunde auf die notwendige Reaktionswärme von ca. 180°C aufzuheizen. 20 m^3 von Kontaktoelresten befreite Polymerisationsprodukt wird in einen Druckkessel gepumpt, in dem anschliessend durch einen Rüllstutzen 1 Gew.-% wasserfreies Zinkoxyd und 1-% Bleichton (eine aktivierte deutsche Bleicherde) zugegeben werden. Nach Schliessen des Druckkessels wird das Gemisch unter starkem Rühren auf 180°C erhitzt, danach 3 Stunden auf diese Temperatur gehalten. Der Kessel hat bei der Reaktionstemperatur von 180°C 5 bis 6 atü. Die Entchlörerbekälter enthalten im Innern eine KÜhlSchlange. Nach der 3 stündigen Rührdauer wird das Reaktionsgemisch auf ca. 100°C herunter gekühlt. Das vorgekühlte Produkt gelangt über eine Kreiselpumpe in einen Rührwerksbehälter (23) mit ca. 30 m^3 Inhalt, der für einen max. Betriebsdruck von 3 atü gebaut ist. Dieser Behälter enthält zwei KÜhlSchlangen mit einer KÜhlfläche von ca. 60 m^2 . In diesem sog. EntchlörungsSchlammbehälter wird das Produkt weiterhin abgekühlt und von hier aus über eine Pumpe der kontinuierlichen Filtration in einen Phönix-Kesselfilter (25) gedrückt, die bei einer Temperatur von ca. 40°C vorgenommen wird.

Eine Entchlörerecharge dauert unter Berücksichtigung der Zeiten für die Füllung, Aufheizung und Kühlung ca. 6 Stunden. In dieser Entchlörungsanlage können demnach bis zu 160 m^3 obere Schicht an Tage entchlort werden.

Zu der Entchlörungsanlage gehören folgende Pumpen:

Zur Füllung der Entchlörerkessel sind zwei Kreiselpumpen mit einer Leistung von $50 \text{ m}^3/\text{h}$ vorzusehen. Unter jedem Entchlörerkessel und unter dem nachgeschalteten Rührwerksgefäß

Thalbenzin-Aktiengesellschaft
Obstaunen-Köllen

(Entschlörungsanlage)

- 2 -

000680

gehört je eine Kreiselpumpe, die sich zur Förderung von Schlamm eignet. Bei einem Betriebsdruck bis max. 5 atü hat diese Pumpe ebenfalls eine Leistung von 50 m³/h aufzuweisen.

27. März 1941.

Schmieroelanlage Goe/Mat.

000681

6.) Filtration des Reaktionsproduktes.

Zur Filtration des Polymerisationsproduktes dienen zwei Phönix-Kesselfilter (25) mit 15 m^2 Filterfläche. Damit die Filtration kontinuierlich verlaufen kann, werden die Filtertücher von dem sich festsetzenden Filterkuchen von Zeit zu Zeit frei gemacht. Bei dieser sog. Rückspülung fließen 500 Liter von bereits filtrierte Reaktionsprodukt nach einer gewissen Filtrationsdauer aus sechs bis sieben Meter höher liegenden Rückspülgefäßen zurück. Dadurch werden die im Kessel über Rahmen gespannten Filtertücher aufgebläht und der während der Filtrationsdauer gebildete Kuchen abgeworfen. Am Boden der Filterkammer gelangt dieser Filterschlamm durch ein Rührwerk in den darunter befindlichen sog. "Dickschlammbehälter", aus dem der angesammelte Filterkuchenschlamm über eine Kolbenpumpe zur Extraktion des Benzol- und Ölgehaltes von Zeit zu Zeit in bereitgestellte Extraktionsfilterpressen (26) gedrückt wird (s. Extraktion). Aus dem Kesselfilter fließt das filtrierte, entchlorte Reaktionsprodukt in eine 30 m^3 fassende Vorlage (27), aus der es zur weiteren Lagerung in einen 1000 m^3 Tank (28) gegeben wird.

Die Leistung der Filtration muss pro m^2 Filterfläche mindestens 300 Liter Benzol-Öl-Gemisch innerhalb einer Stunde betragen. Es ist dabei zu empfehlen, ständig nach 15 bis 20 Minuten zurückspülen. Der Filtrationsdruck soll 3 atü nicht überschreiten.

Schmieroelanlage Goe/Mat.

000032

7.) Destillation.

Nach der Entchlorung am Filtration gelangt das Reaktionsprodukt in die Destillationsanlage. Sie hat die Aufgabe, alle Anteile bis zu dem Siedebereich des Schmieroels herauszudestillieren. Das bei der Schmieroelsynthese anfallende Kohlenwasserstoff-Gemisch beginnt bei ca. 30°C anzusiedeln. Bei 200°C gehen ca. 15 Gew.-% Benzin über. Von 200 bis 330°C siedeln weitere 20 Gew.-% als Dieselloel-Fraktion. Die Fraktion von 330 bis 400°C ergibt ein leichtes Schmieroel in einer Menge von ca. 5 Gew.-%. Der über 400°C siedende Rückstand verbleibt als Motorenoel in einer Menge von ca. 60 Gew.-%. Die Destillationsanlage hat das Reaktionsgemisch in die Fraktionen der genannten Siedegrenzen aufzuteilen. Zum Herausdestillieren des Benzinanteiles wird das gesamte Produkt in eine Fraktionierkolonne eingesetzt, aus der die bis 200°C siedende Benzin-Fraktion als Kopf-Produkt abgenommen wird. Das am Boden der Fraktionierkolonne anfallende Produkt wird über eine Zwischenvorlage in eine Blase (1) der Vakuumanlage mit der Bodentemperatur der ersten Kolonne eingesaugt. Aus der unter einem Vorvakuum betriebenen Blase wird die Dieselloel-Fraktion überdestilliert. Zur schonenden Destillation der Oelanteile gelangt das Bodenprodukt der Blase in zwei mit ^{zusätzlichem} Wasserdampf destillierenden Hochvakuum-Blasen. Der Destillatanteil beträgt mindestens 5 % der bis ca. 400°C siedenden Fraktion. Die Temperatur der Blase richtet sich nach der Viskosität der zu destillierenden Oele. Die Hochvakuum-Blasen arbeiten durchschnittlich unter einem Vakuum von 2 bis 5 mm Quecksilber.

Die Jahresmenge des Reaktionsproduktes beträgt 20.000 t. Über den Kopf der Fraktionierkolonne sind bis zu 200°C ca. 3.000 t abzudestillieren, während ca. 4.000 t Dieselloel zwischen 200 bis 330°C vom Bodenprodukt der Kolonne abzutreiben sind. Von der leichten Oelfraktion zwischen 330 bis 400°C siedeln ca. 1.000 t. Die Viskosität dieses Oelanteiles beträgt ca. $1,7^{\circ}\text{E}/50^{\circ}\text{C}$ bei einem Flammpunkt von 180°C . Als Rückstand verbleiben ca. 12.000 t Motorenhochmieroel. Die gesamte Destillationsanlage muss ca. 3 m³/h Reaktionsprodukt

000682 - 2 -

verarbeiten können.

Aus einer Einsatzvorlage (11) mit einem Nutzraum von 30 m^3 wird das Benzin-Oel-Gemisch über eine achtstufige Kreiselpumpe (2) durch den Röhrenofen (5) in die Kolonne (1) gegeben. Ein Teil der über den Kopf der Kolonne (1) destillierte Benzin wird nach Kondensation aus dem Abscheider (7) als Rückfluss zur Dephlegmierung in die Kolonne gegeben. Die Hauptmenge des Benzins gelangt über eine Vorlage zur weiteren Verwendung in das Treibstoffwerk.

Zur Regulierung der Temperatur am Boden der Kolonne ist eine Wiederaufkocherschleife vorzusehen.

Der Vakuumteil der Anlage besteht im wesentlichen aus einer Vorvakuumblase (18), zwei Hochvakuumblasen (16,17), Dampfstrahlern (13) zur Erzeugung des Vorvakuum und des Hoch-Vakuum, einem Oberflächenkondensator (19) zur Niederschägung von Brüdendampf und einem 2-Kammerheißwasserofen für einen Betriebsdruck von max. 200 atü zur indirekten Beheizung der Hoch-Vakuumblasen (16,17), drei Vorlagen für Vorlauf und Destillate und eine Vorlage für Rückstands-oel (20). Das Hochvakuum wird durch hintereinander geschaltete Dampfstrahlapparate unter einem Mindestdruck von 13 atü erzeugt. In jeder Blase ist zur Oelabwägung und zur Versprühung des Oeles in einer grossen Oberfläche eine Dampfbrause eingebaut. Die Menge an Zusatzdampf beträgt für jede Blase durchschnittlich 150 bis 200 kg/h. Das Einsatzmaterial durchläuft die Destillierblasen, wobei jede Blase bei einer anderen Temperatur betrieben wird. Es können somit entsprechend der Siedetemperatur zwei Destillate und das Rückstands-oel erhalten werden. Für die Stapelung der gewonnenen Oele sind drei heisbare Tanks zu je 500 m^3 Inhalt vorzusehen. Die in der Vorvakuum-Blase (18) verdampften Diesel-oelanteile werden nach ihrer Kondensation in eine Vorlage geleitet, aus der sie zum Treibstoffwerk oder zur Diesel-oelverladung gelangen.

Zur Kennzeichnung der Fraktionierleistung nach der Tagelanalyse sind folgende Festlegungen zu treffen:

Nach der Engler-Analyse sollen die bis zu 200°C siedenden Kohlenwasserstoffe ihren 95 %-Punkt bei 190°C haben und nicht mehr als 2 % über 200°C siedende Anteile enthalten. Die von 200 bis 330°C siedende Fraktion soll zur 95 % bis 320°C übergehen. Sie darf in ihrem Siedebeginn gleichfalls nach Engler gemessen nicht über 200°C liegen. Die zwischen 330 bis 400°C siedende Fraktion soll einen Flammpunkt von über 180°C aufweisen. Die Viskosität darf nicht über $2^{\circ}\text{E}/50^{\circ}\text{C}$ liegen. Bei der Destillation der Schmieröle darf die Viskositäts-Depression nach der Mischung der Destillationsprodukte gegenüber der Viskosität des Einsatzöles höchstens 5 % betragen.

Schmierölanlage Goe/Mat.

000085

8.) Ölbleichung.

Nach der Destillation können die an sich hellen Schmieröle noch einer besonderen Raffination mit einer geringen Menge Bleicherde unterworfen werden. Es genügt aber durchweg vor der Verladung eine Blankfiltration der Öle. Will man das destillierte Schmieröl, das an sich bereits eine helle Farbe hat, noch weiterhin aufhellen, oder will man es die Neutralisationszahl verbessern, so kann man das Öl mit 1 bis 2 % Bleicherde behandeln. Für diese Aufgabe sind zwei Rührkessel (23) mit je 15 m^3 Inhalt aufzustellen, die mit Heizschlangen zur Heizung des Bleicherde-Öl-Gemisches bis zu einer Temperatur von 100°C zu versehen sind. Die Bleichdauer beträgt bei 80°C ca. 20 Minuten; bei längerer Rührung verringert sich der Bleicherdeeffekt. Während dieser Zeit ist das Öl-Bleicherdegemisch stark durchzuführen. Nach Abstellen des Rührwerkes wird es der Filterstation (24) zugeführt. Als Filter dienen zwei kontinuierlich arbeitende Phoenix-Kesselfilter mit je 15 m^2 Filterfläche, die eine Außenheizung haben. Die Filtration wird bei der Bleichtemperatur durchgeführt (ca. 80°C). Die Rückspülzeiten sind ca. 15 bis 20 Minuten (s. unter 6). Die Filtrate gelangen in die Vorrattanks (30) mit ca. 200 m^3 Inhalt. Die Öle werden vor der Verladung nochmals einer Blankfiltration unterzogen.

Um bei der Bleichung die Einwirkung von Sauerstoff aus der Luft auszuschalten, ist zu empfehlen, als Schutzgas Stickstoff über das Öl zu geben. Wegen der hohen Löslichkeit der Kohlensäure im Schmieröl und der damit verbundenen Erhöhung der Neutralisationszahl kann Kohlensäure nicht verwendet werden. Zur Entfernung eines geringen Feuchtigkeitgehaltes kann man durch das Öl trockene Luft blasen. Dabei darf aber die Temperatur des Öles 50°C nicht übersteigen, da sonst das Öl oxydiert.

27.3.41

Schmieroelanlage - Goe/Mat.

000086

3.) Extraktion (25).

Der Dickschlamm aus den vier Phönix-Kessel-Filtern, der sowohl bei der Filtration des Reaktionsproduktes nach der Entchlorung als auch bei der Filtration der Schmieroele nach der Eleichung anfällt, wird in geeigneten Kammerfilterpressen mit Benzin extrahiert, damit der Kohlenwasserstoffanteil aus der Eleicherde und aus dem verbrauchten Zinkoxyd wiedergewonnen werden kann. Das Benzin wird nach der Extraktion aus den Feststoffen mit Schutzgas entfernt und wiedergewonnen. Als Extraktionsbenzin wird eine Fraktion im Siedebereich von 100 bis 200°C empfohlen. Der Dickschlamm wird in sechs runden Extraktionsfilterpressen (26) mit je 35 m² Filterfläche mit einem Nutzraum für Filterkuchen von ca. 500 Liter gegeben (s. Fließschema MBH 9). Die einzelnen Platten der Filterpressen sind mit in Nuten eingelegten Dichtungsringen aus benzinfesten, synthetischen Gummi gegenseitig abgedichtet. Als Pumpen dienen drei Duplex-Pumpen mit einem max. Betriebsdruck von 15 atü. Für das Ausgangs-Extraktionsbenzin und für das oelhaltige Benzin-Gemisch nach der Extraktion sind je eine Vorlage von 30 m³ Inhalt aufzustellen. Das Extraktionsbenzin wird von einer Extraktionspumpe mit einem max. Betriebsdruck von 15 atü durch die zu extrahierende Filterpresse gedrückt. Die Pumpe fördert das oelhaltige Benzin-Gemisch mindestens 5 bis 6 mal im Kreislauf durch die Filterpresse. Anschliessend wird nochmals solange mit frischem Benzin extrahiert, bis das abfliessende Benzin die Dichte des Ausgangs-Extraktionsbenzins erreicht hat. Von den zwei Extraktionspumpen ist die eine eine 4 stufige Kreiselpumpe mit elektr. Antrieb, die andere eine entsprechende Pumpe gleicher Leistung mit Dampftrieb. Zur Austreibung der restlichen Extraktionsbenzinmengen aus der Eleicherde wird ein Schutzgas, entweder Kohlensäure oder Stickstoff, das auf 60 bis 80°C vorgeheizt ist, mit einem Vordruck von 5 atü durch eine Extraktionsfilterpresse gegeben. Das im Gas befindliche Benzin muss durch einen Kühler von mindestens 100 m² Kühlfläche abgetrennt werden. Das dabei anfallende Benzin gelangt durch eine Pumpe in den Extraktions-Benzin-

Kreislauf wieder zurück. Das Gas wird in einem Gasometer von ca. 100 m³ Inhalt aufgefangen (1) und mit einem Kompressor (9) von einem Ansaugvermögen von 500 m³/h unter einem max. Betriebsdruck von 5 atü in eine 30 m³ fassende Druckvorlage gestapelt. Von dieser Vorlage aus kann das Schutzgas entweder in eine Extraktionsfilterpresse nach der erwähnten Vorwärmung gegeben oder zum Entleeren der Synthesen nach der Reaktion durch Überdruck verwendet werden. Für den Schutzgas-Kompressor ist noch ein Aggregat als Reserve aufzustellen.

Bei einer Schmierölproduktion von monatlich 1000 t sind allein zur Filtration des Polymerisationsproduktes nach der Entchlorung aus den Kesselfiltern täglich ca. 4000 Liter Dick-schlamm zu extrahieren. Für die Extraktion und Trocknung sowie für die Entfernung der extrahierten Bleicherde und Säuberung der Filterpresse sind pro Charge ca. 5 Stunden notwendig. Die extrahierte und getrocknete Bleicherde (Zinkoxyd) soll höchstens bis 2 % Kohlenwasserstoffanteile enthalten.

Das mit Öl angereicherte Extraktionsbenzin gelangt mittels einer besonderen Pumpe in dieselbe Vorlage, in der das ent-chlorte und filtrierte Polymerisationsprodukt fließt (27). Von hier aus wird das gemeinsame Produkt auf dem Wege zum Lager-tank (28) über eine Filterpresse von mindestens 25 m² Filter-fläche zur Blankfiltration gegeben, damit geringe Anteile rest-licher Bleicherde, die aus der Extraktion oder aus der Kelly-
entstammen können,
Filtration mitgeschleppt werden, vor Eintritt in die Destil-lation entfernt werden.