

Oberhausen-Holten, den 20. Juli 1937

000932

Herrn Prof. Martin,
Herrn Direktor Alberts,
Herrn Dipl.-Ing. Wilke, je besonders.

Betr.: Bisherige Destillationsergebnisse der Lurgianlage.

Aus den Ergebnissen der bei der Lurgi in Frankfurt-Hetternheim durchgeführten Destillationsversuche (vgl. Aktennotiz vom 22.1. und 19.6.) konnte infolge der durch ungenügende Kondensation der Öldämpfe hervorgerufenen Verluste keine exakte Beantwortung der Frage, ob bei der Destillation eine Cracking der Öle eintritt, gegeben werden. Beim Bau unserer Lurgiversuchsanlage war deshalb besonderer Wert auf ausreichende Kondensation gelegt worden. Im folgenden soll zunächst gezeigt werden, in welchem Masse jetzt Verluste vermieden werden konnten und wie dadurch eine genaue Feststellung etwa eingetretener Cracking erreicht werden konnte.

I. Destillationsverluste.

Zur Herabsetzung der Verluste war vor allem wichtig, die Temperatur der Stossleistenkühler so zu wählen, das eine Vernebelung der heissen Öldämpfe an den Kühlerwandungen in möglichst geringem Masse eintrat. Bei leichtsiedenden Fraktionen scheint eine Temperatur von 80°, bei hochsiedenden Fraktionen eine Temperatur von ca. 100° am besten zu sein. Zwischen Kühler und Dampfstrahler ist in unserer Anlage ein Raschigfilter eingeschaltet, das den grössten Teil der auch jetzt noch auftretenden Ölnebel zurückhält. Ein kleiner Teil der Ölnebel kommt erst im Wasserbehälter bei der Kondensation des Dampfstrahlerdampfes zur Abscheidung.

Bei der Destillation von Rohöl, das einen Flammpunkt von nur 170° hatte und noch beträchtliche Mengen an Dieseltreibstoff enthielt (-- diese Fraktion soll eigentlich schon vorher völlig abgeschnitten werden --), waren im Raschigfilter und Wasserbehälter 2-7 Gew%,

im Mittel etwa 4 Gew% von der Einsatzmenge zu finden. Der grösste Teil dieser Ölmenge, etwa 75 %, befand sich im Raschigfilter. Die unangewiesenen Verluste betragen meist 0 %. (vgl. die folgende Tabelle!)

| Öl im Raschigfilter und Wasserbehälter | | | Unangewiesener Verlust |
|--|-----------------|--------|------------------------|
| Gew.% vom Einsatz | V ₅₀ | Flpkt. | Gew.% vom Einsatz |
| 2,4 | — | — | 1 |
| 2,5 | 9,4°E | 200°C | 0 |
| 7,2 | 9,0°E | 211°C | 0 |
| 5,1 | 9,7°E | 188°C | 1 |
| 5,0 | 7,5°E | 170°C | 0 |
| 1,8 | — | 201°C | 0 |

Das Öl aus Raschigfilter und Wasserbehälter hatte eine Viskosität von durchschnittlich 9°E und einen Flammpunkt von 170°-210°. Es ist also nicht als Fertigöl zu verwenden, sondern muss, da es je eine Mischung der verschiedenen Fraktionen darstellt, nochmal mitangewiesen werden.

Bei der Destillation von dickeren Ölen lagen die Verhältnisse noch günstiger. So wurden z.B. bei der Destillation eines 21°E-Fertigöles aus der alten Destillationsanlage, aus dem ein 3°E- und ein 6,5°E-bezw. 8,5°E-Öl als Destillatöle und ein 65°E-bezw. ein 35°-Öl als Rückstandsöl gewonnen wurde, folgende Daten erhalten:

| | | |
|--|-----------|-------------|
| Gesamteingesetzte Ölmenge: | 3565,5 kg | |
| An Destillat- bzw. Rückstandsölen gewonnen : | 3492,4 kg | = 97,9 Gew% |
| Öl aus Raschigfilter und Wasserbehälter: (davon 90 % aus dem Raschigfilter) | 70,0 kg | = 2,0 Gew% |
| Unangewiesene Verluste : | 3,1 kg | = 0,1 Gew% |

Das aus dem Raschigfilter stammende Öl hatte eine Viskosität von 6-7°E, entsprach also etwa einem Ölgemisch aus sämtlichen Destillatfraktionen. Daher lag auch der Flammpunkt nicht so hoch wie der einer entsprechenden scharfgeschnittenen Ölfractionen sondern statt bei 235-245° bei nur 200-210°.

II. Crackung bei der Destillation.

Nach praktisch also vollständiger Ausschaltung der unange-

wiesenen Verluste (-die Versuche in Frankfurt ergaben durchschnittlich etwa 8 Gew% unangewiesene Verluste!) konnte man auch die noch ungeklärte Frage nach der Erfüllung der uns von der Lurgi gegebenen Garantie bezüglich der Viskositätsdepression durch Cracking der Öle untersucht werden. Die Lurgi hat uns ja bekanntlich die Garantie gegeben, dass bis zu einem Rückstandsöl mit der Viskosität $V_{50} = 60^{\circ}E$ die Viskositätsdepression 5 % nicht übersteigt. Die folgende Zusammenstellung zeigt, dass bis zu einer Öltemperatur von 300° - dieser Temperatur entspricht bei der Destillation von Rohöl ein Rückstandsöl von $V_{50} = 50-70^{\circ}E$ - eine Cracking überhaupt nicht eintritt, dass bis zu Öltemperaturen von 320° mit Rückstandsölen von ca. $100^{\circ}E$ eine Viskositätsdepression von höchstens 5 % zu beobachten war und dass erst bei Öltemperaturen von 340° eine nennenswerte Cracking mit einer Viskositätsdepression von ca. 10 % stattfindet.

| Öltemp. °C | Rückstands- öl $V_{50}^{\circ}E$ | Einsatzöl | | Mischprobe | | Ver- luste in Gew. % | Viskosi- tätsän- derung % |
|---------------|-------------------------------------|-------------------|--------|-------------------|--------|-------------------------------|------------------------------------|
| | | $V_{50}^{\circ}E$ | Flpkt. | $V_{50}^{\circ}E$ | Flpkt. | | |
| 300° | 50 | 10,7 | 163 | 10,6 | 165 | 0,0 | - 1 % |
| 300° | 56 | 10,7 | 163 | 11,1 | 169 | 0,0 | + 4 % |
| 300° | 68 | 9,4 | 170 | 10,1 | 172 | 1,11 | (+ 7 %) |
| 300° | 70 | 9,4 | 170 | 9,4 | 170 | 0,0 | + 0 % |
| 300° | 91 | 10,1 | 172 | 10,6 | 169 | 1,11 | (+ 5 %) |
| 300° | 93 | 10,1 | 172 | 10,5 | 169 | 1,11 | (+ 4 %) |
| 305° | 44 | 6,8 | 243 | 6,8 | 213 | 1,01 | (+ 0 %) |
| 320° | 100 | 10,1 | 172 | 9,6 | 167 | 0,1 | - 5 % |
| 320° | 103 | 10,1 | 172 | 9,7 | 173 | 0,0 | - 4 % |
| 320° | 110 | 10,1 | 172 | 10,3 | 169 | 0,0 | + 2 % |
| 340° | 136 | 27,4 | 255 | 24,4 | 242 | 0,9 | -11 % |

Die von der Lurgi gegebene Viskositätsgarantie wird also ohne weiteres eingehalten.

III. Destillat in von Rohöl.

Im folgenden sollen noch einige Ergebnisse von Destillationen mit Rohöl besprochen werden. Tabelle 1 bringt zunächst eine Zusammenfassung einiger Versuche mit demselben Rohöl ($V_{50} = 10,1^{\circ}E$, Flpkt. = 172°). Diese Versuche unterscheiden sich durch die verschieden große Menge an Einspritzdampf und zwar beträgt die Menge des zugegebenen Dampfes 30-100 Gew% des Destillatgewichtes. Wie man aus Tabelle 1

Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten

und aus Figur 1 erkennt, ändert sich mit wechselnder Dampfmenge die Siedekurve in erheblichem Masse. Bei erhöhter Dampfzugabe tritt eine stark beschleunigte Verdampfung ein und die Siedekurve verlagert sich nach oben. Das bedeutet, da man betrieblich eine doppelte wertvolle Regulierbarkeit besitzt, die es beispielsweise gestattet, durch Erhöhung der Dampfzugabe bei niedrigen Temperaturen ohne Cracking sehr viscoser Rückstandsöle zu erreichen.

Andererseits ist es aber nicht möglich, solange man nicht mit genau demselben Dampf-Destillationsverhältnis arbeitet, aus der Öltemperatur in der Blase Rückschlüsse auf die Viskosität der betreffenden Destillat- bzw. Rückstandsfraction zu ziehen. Dagegen ergibt sich, wie Figur 2 zeigt, eine deutliche Abhängigkeit der Rückstandsölviskosität von der Menge des bereits abdestillierten Öles (natürlich nur auf ein ganz bestimmtes Ausgangsrohöl bezogen). Ausserdem lässt sich, wie Figur 3 zeigt, eine ähnliche Abhängigkeit zwischen der Viskosität von verhältnismässig kleinen Destillatfraktionen und der Menge des abdestillierten Öles in Gew.% aufstellen. Diese letztere Beziehung wird umso genauer, je grösser die Temperaturgrenzen der einzelnen Fraktionen werden. Immerhin ermöglicht uns diese Darstellungsweise aus der Siedekurve oder auch bei demselben Dampf-Destillatverhältnis aus der Öltemperatur eine einigermaßen genaue Angabe über Destillat- bzw. Rückstandsölviskosität bei der betreffenden Temperatur zu erhalten. (vgl. Figur 1!) Voraussetzung ist allerdings immer ein Rohöl der gleichen Zusammensetzung.

Wie aus Tabelle 2 und aus Figur 4 hervorgeht, die die Ergebnisse von 3 Versuchen mit einem anderen Rohöl ($V_{50} = 10,7^{\circ}\text{E}$, Flpkt. 163°) wiedergeben, liegen bei diesem Rohöl Siedekurven, Destillat- und Rückstandsviskositäten schon anders. Auch hier ersieht man wieder den Einfluss der zugesetzten Wasserdampfmenge.

Interessant an den Siedekurven der beiden Rohöle ist der verhältnismässig grosse Anteil an hochsiedenden, hochviskosen Ölen. Dies ist bisher nie so recht in Erscheinung getreten, da es mit der alten Öldestillationsapparatur nicht möglich war, eine saubere Trennung der verschiedenen Ölfraktionen durchzuführen. So enthielt z.B. ein 10°E -Destillatöl, wie eine Destillation dieses Öles in der Lurgianlage zeigte, noch über 30 Gew.% eines Öles mit der Viskosität von über 40°E ! Als Folge davon erscheinen die schlechten Flammpunkte der damaligen Fertigöle (vgl. Seite 5).

5

Aus den Abb. 1 und 4 lässt sich die Aufteilung der beiden bisher untersuchten Rohöle in die verschiedenen Ölfractionen mit einiger Genauigkeit ablesen, z.B. in folgende Fraktionen:

| | Rohöl I | Rohöl II |
|---------------------------------------|----------|----------|
| Dieseltreibstoff | 15 Gew.% | 10 Gew.% |
| Spindelöl ca. 2°E/V ₅₀ | 10 " | 10 " |
| Mittelöl I ca. 4°E/V ₅₀ | 10 " | 10 " |
| Mittelöl II ca. 10°E/V ₅₀ | 15 " | 15 " |
| Schweröl I ca. 20°E/V ₅₀ | 10 " | — |
| Schweröl III ca. 55°E/V ₅₀ | — | 55 " |
| Schweröl IV ca. 100°E/V ₅₀ | 40 " | — |

Wie schon eingangs erörtert, soll der Anteil der Vorfraktion bei der Hochvakuumdestillation in Zukunft möglichst unter 5 % gehalten werden.

IV. Flammunkte und Viskositäten der Fertigöle.

Zum Schluss sei noch kurz auf eine Abhängigkeit zwischen dem Flammpunkt des Rückstandsöles und der Öltemperatur in der Blase eingegangen, die für alle Öle Gültigkeit hat. Figur 5 bringt die bisher gemessenen Werte. Man erkennt, dass mit steigender Öltemperatur der Unterschied zwischen Flammpunkt und Öltemperatur immer kleiner wird, ja sich sogar umkehrt. Dies mag seinen Grund darin haben, dass bei der Flammpunktsbestimmung ein Tiegel eine Cracking bei Cracking bei Temperaturen von 300° und darüber bei unseren Ölen doch schon nicht mehr unberücksichtigt bleiben darf.

In Figur 6 sind Viskositäten und Flammunkte der bisherigen in der Lurgiapparatur hergestellten Destillatfertigöle zusammengestellt.

Als Vergleich ist die entsprechende Kurve der in der alten Öldestillationsapparatur hergestellten Fertigöle eingetragen.

| Alte Öldestillation | | Lurgianlage | |
|---------------------|--------|-----------------|--------|
| V ₅₀ | Flpkt. | V ₅₀ | Flpkt. |
| 5°E | 200°C | 5°E | 225°C |
| 10°E | 225°C | 10°E | 255°C |
| 15°C | 235°C | 15°E | 270°C |
| 21°E | 250°C | 21°E | 280°C. |

gez. Kolling

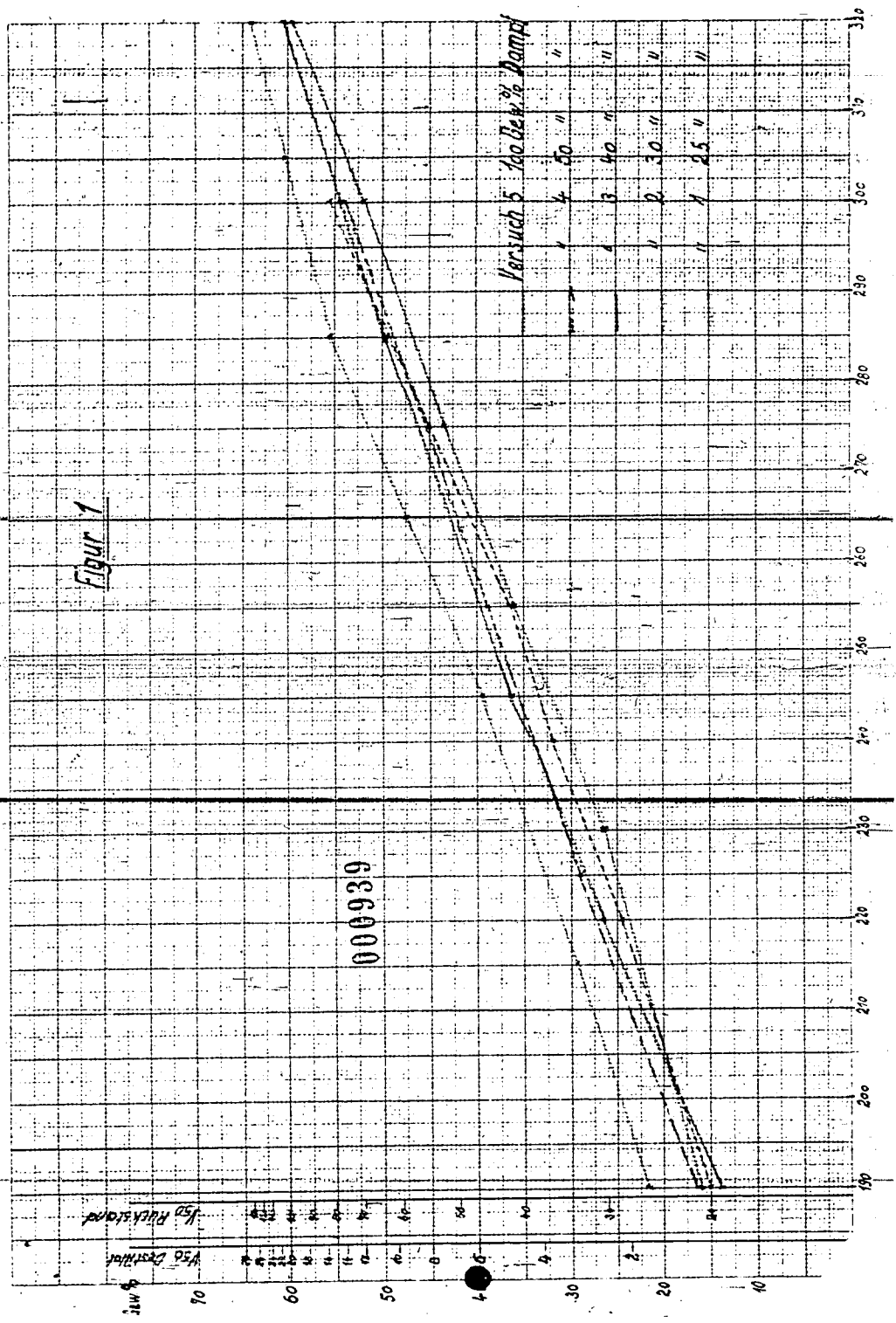
Ddr.: Cl, Goe, Kg.

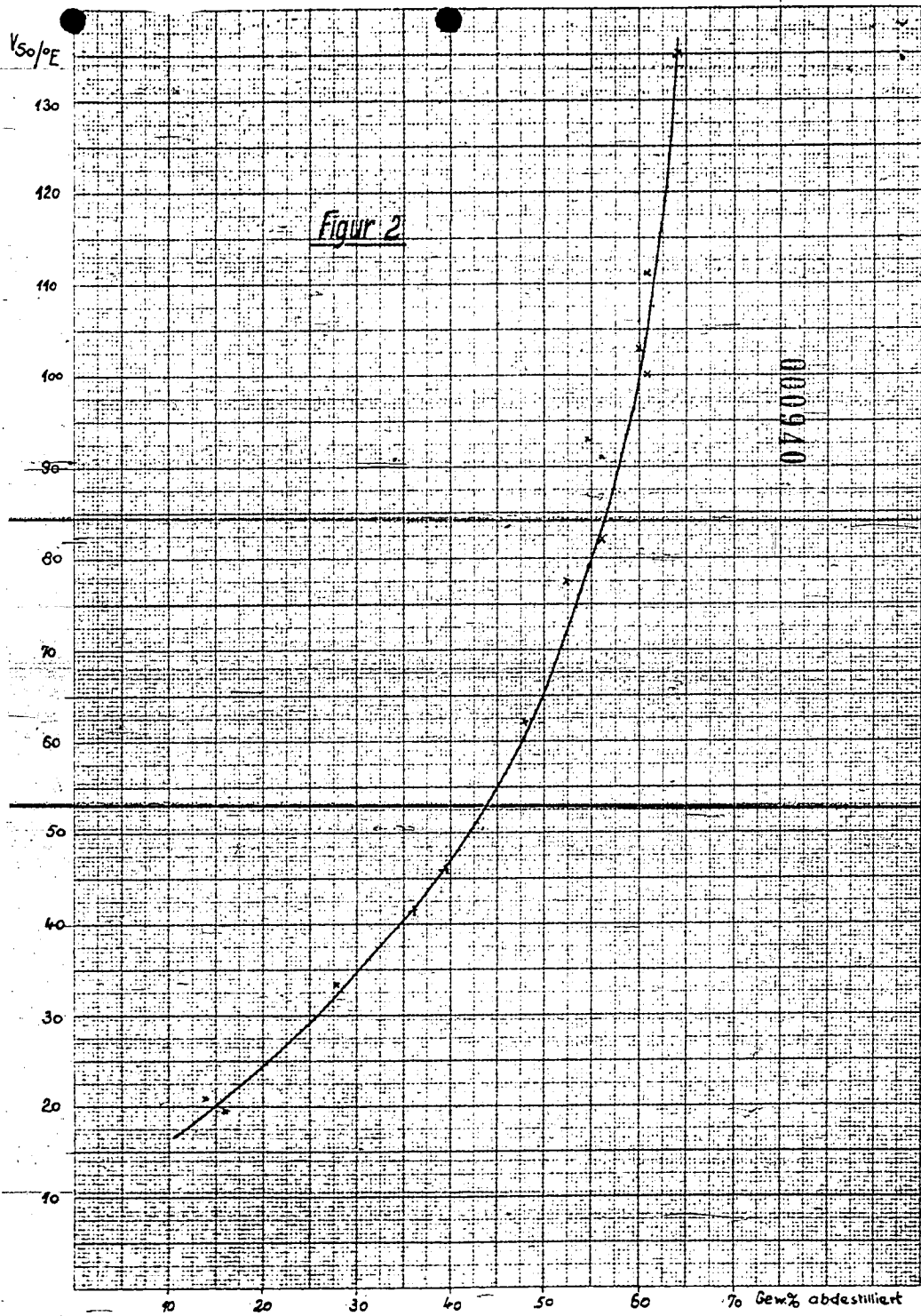
000937

Tabelle 1

| Dampf- ausgabe | Versuch I | | Versuch II | | Versuch III | | Versuch IV | | Versuch V | | | | | | | | | | |
|-------------------|-----------|--------|------------|--------|-------------|--------|------------|--------|-----------|--------|------|------|------|------|------|------|------|------|-----|
| | 25 % | 30 % | 30 % | 40 % | 40 % | 50 % | 50 % | 50 % | 100 % | 100 % | | | | | | | | | |
| Utemp. | Gew.% V | Flpkt. | Gew.% V | Flpkt. | Gew.% V | Flpkt. | Gew.% V | Flpkt. | Gew.% V | Flpkt. | | | | | | | | | |
| 190° | 16.0 | 1.44 | 128 | 15.1 | 1.44 | 133 | 14.0 | 1.38 | 129 | 16.8 | 1.45 | 128 | 21.8 | 1.53 | 136 | | | | |
| R ≈ 190 | 19.8 | 220 | | | 20.9 | 235 | | | | | | | | | | | | | |
| bis 2150 | | | | 24.5 | 2 | 67 | 187 | 26.5 | 2.48 | 184 | | | | 29.2 | 2.92 | 198 | | | |
| bis 2250 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| bis 2300 | 27.7 | 3.05 | 198 | | | | | | | | 29.0 | 2.97 | 200 | | | | | | |
| R ≈ 2300 | 33.5 | 264 | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| bis 2400 | | | | 32.0 | 3 | 85 | 211 | | | | | | | | | | | | |
| bis 2450 | | | | | | | | 36.8 | 5.10 | --- | | | | 39.5 | 5.50 | 236 | | | |
| R ≈ 2450 | | | | | | | | | | | | | | | | 45.9 | 290 | | |
| bis 2550 | 36.3 | 5.9 | 232 | 36.5 | 4 | 93 | 223 | | | | 39.0 | 5.8 | 233 | | | | | | |
| R ≈ 2550 | 41.9 | 283 | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| bis 2650 | | | | | | | | | | | | | | | | 47.6 | 9.4 | 250 | |
| R ≈ 2650 | | | | | | | | | | | | | | | | 62.6 | 306 | | |
| bis 2750 | 43.7 | 9.7 | 252 | 45.3 | 8 | 18 | 247 | | | | 45.6 | 9.6 | 256 | | | | | | |
| bis 2850 | | | | | | | | 49.5 | 10.6 | 253 | | | | | | 55.7 | 14.9 | 262 | |
| R ≈ 2850 | | | | | | | | | | | | | | | | | | 81.7 | 310 |
| bis 3000 | 52.3 | 15.4 | 268 | 55.8 | 15 | 4 | 266 | 54.7 | 16.8 | 277 | 54.3 | 15.9 | 273 | | | | | | |
| R ≈ 3000 | 77.6 | 310 | | | | | 91.1 | 320 | | | | | | | | | | | |
| bis 3050 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| R ≈ 3050 | | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
| bis 3200 | 59.7 | 21.3 | 262 | | | | | 60.8 | 21.1 | 260 | | | | | | | | | |
| R ≈ 3200 | 103.0 | 319 | | | | | | 110.5 | 324 | | | | | | | | | | |

| | Versuch VI | | | Versuch VII | | | Versuch VIII | | |
|------------------|------------|-----------------|--------|-------------|-----------------|--------|--------------|-----------------|--------|
| Dampf- zugabe | 45 % | | | 30 % | | | 25 % | | |
| Öltemp. | Gew. % | V ₅₀ | Flpkt. | Gew. % | V ₅₀ | Flpkt. | Gew. % | V ₅₀ | Flpkt. |
| bis 190° | | | | 10.4 | 1.36 | 123 | 10.2 | 1.28 | 111 |
| R > 190° | | | | | 20.4 | 246 | | | |
| bis 200° | 15.6 | 1.81 | 123 | | | | | | |
| bis 210° | | | | 16.8 | 1.63 | 178 | | | |
| R > 210° | | | | | 24.7 | 267 | | | |
| bis 220° | 25.3 | 1.97 | 182 | | | | 18.5 | 1.55 | 170 |
| bis 245° | | | | 26.6 | 3.55 | 219 | | | |
| R > 245° | | | | | 33.3 | 289 | | | |
| bis 250° | | | | | | | 26.8 | 3.73 | 215 |
| R > 250° | | | | | | | 30.5 | | 288 |
| bis 255° | 35.8 | 4.9 | 232 | | | | | | |
| bis 275° | 41.1 | 8.3 | 256 | | | | | | |
| bis 295° | | | | 41.1 | 7.7 | 251 | | | |
| R > 295° | | | | | 49.5 | 311 | | | |
| bis 300° | 46.0 | 11.2 | 263 | | | | 39.7 | 7.6 | 244 |
| R > 300° | | 56.2 | 321 | | | | 48.1 | | 312 |



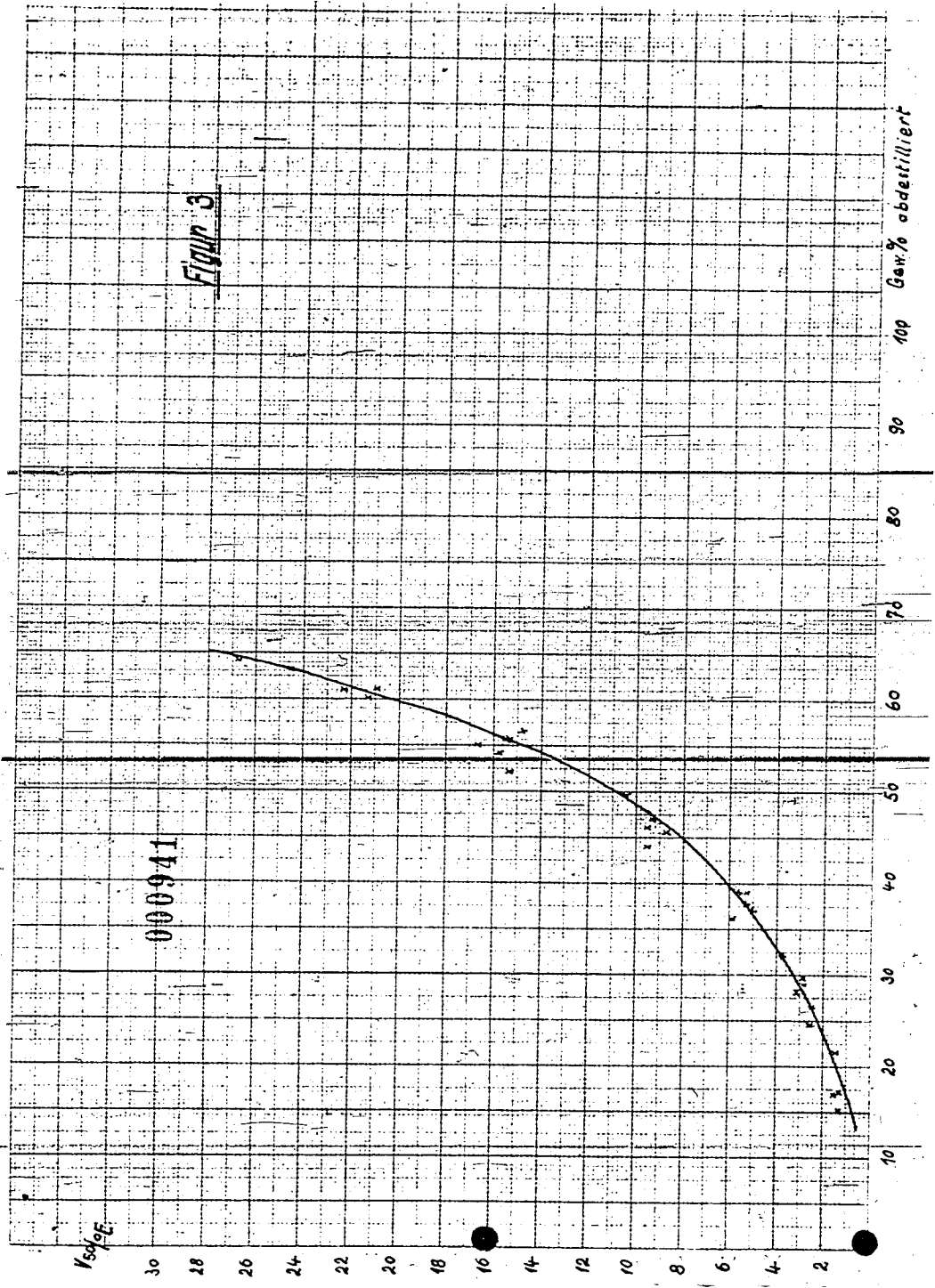


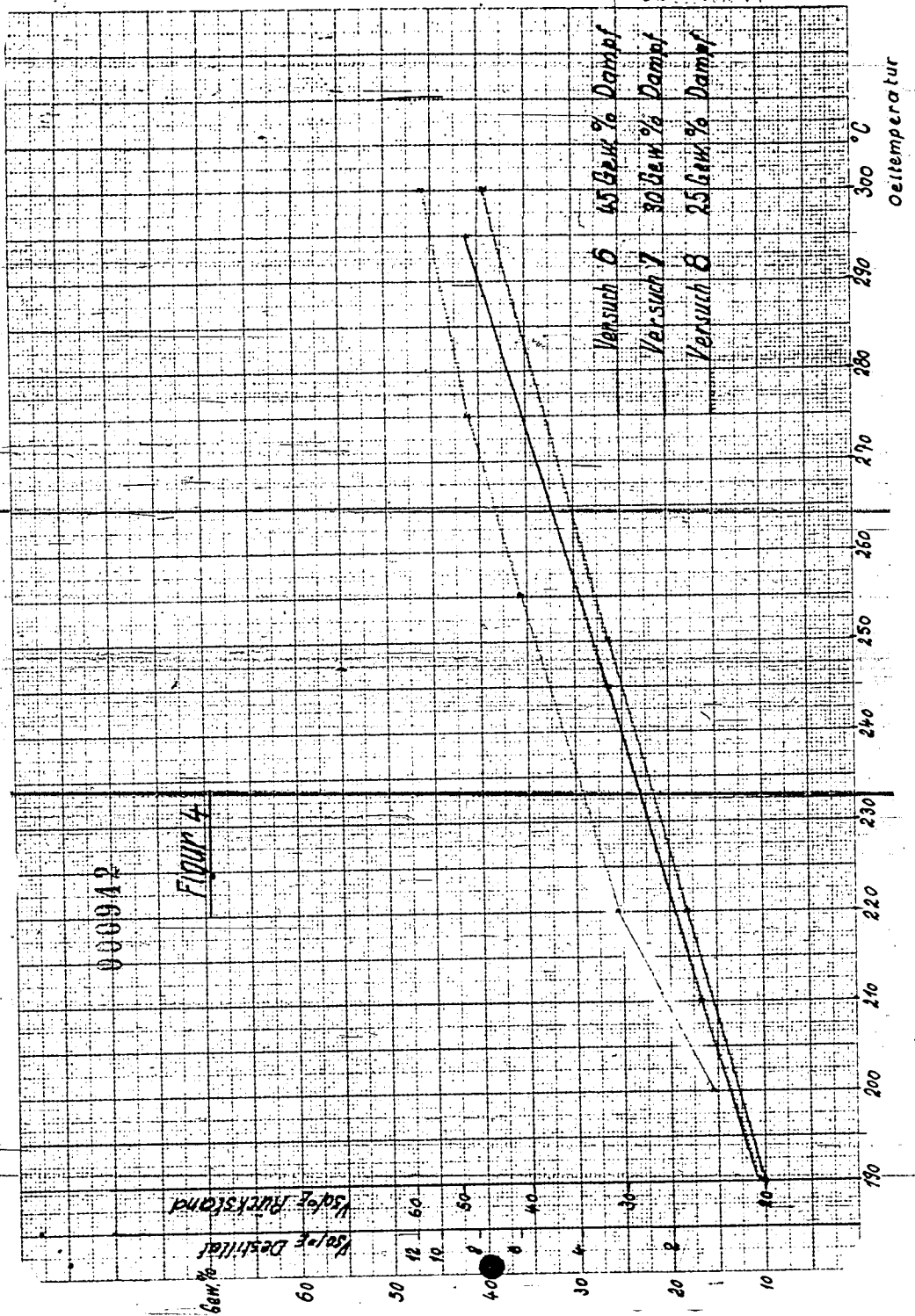
V_{50}^{95}

000941

FIGUR 3

100 Gew% abdestilliert





Flammpunkt
(vom Rückstandsöl)

Figur 5

