

Oberhausen-Holten, den 15. Februar 1938.

Herrn Prof. Martin,
Herrn Dr. Hagemann,
Herrn Direktor Alberts,
Herrn Dipl. Ing. Wilke.

001081

2.5.2.38

Betr. Krackversuch der Kogasinfraktion 100 - 150°C und die Synthesen des Krackbenzins bei Temperaturen bis 50 und 70°C. (Versuch 11).

Kogasinfraktion 100 - 150°C, die folgende Siededaten (Analyse nach Engler) aufweist:

Siedebeginn 90°C, bis 100°C 2Vol%, bis 150°C 93,2Vol%,
Rückstand 6,0 Vol%, Verlust 0,7%

wurde bei 490°C unter einem Druck von 10 atü gekrackt. Bei der Einsatzmenge von 74 kg Kogasin pro Stunde betrug die Krackgasmenge 12 m³ pro Stunde. Das Rücklaufverhältnis war 1 zu 1,5. Erhalten wurden:

428 kg Leichtbenzin (Kompressorbenzin) s. Siedeanalyse.

114 kg Krackbenzin mit Siedebeginn von 37°C

542 kg Gesamtkrackbenzin im Verhältnis Leichtbenzin und Krackbenzin (über 40°C) wie 80% zu 20%.

122 kg Gasol mit 75,1% C₂H₆

und 1,8% C₂H₄

253 kg Leichtgasfraktion mit 12,8% C₃H₆

375 kg Gesamtkrackgas 17,4% C₂H₄

917 kg Gesamt-Krackprodukte verteilen sich auf 59% Benzin und 41% Krackgas.

(Einsatz in Krackanlage

1621 kg Kogasin,
917 kg Krackprodukte,
405 kg Rückstand abgenommen,
210 kg Verbleib in Wärmeaus-
tauschern, Filtern und
Pumpen.

1532 kg

89 kg Verlust.)

Siedeanalyse nach Engler im Krackbenzin über 40°C.

D ₂₀	0,631	
Siedeanalyse	37°C	
bis 50°C	15%	} D ₂₀ = 0,666 Olefine 77,5 Vol%
bis 60°C	36%	
bis 70°C	51%	
bis 80°C	68%	
bis 90°C	75%	
bis 100°C	81%	
bis 130°C	92%	über 100°C
		D ₂₀ = 0,699
		Olefine 60,0 Vol%
Rückstand	6%	
über 130°C		
Verlust	2%	

Analyse von Leichtbenzin (Kompressorbenzin).

bis	0°C	14 Vol%	14 Vol%	bis	0°C
0°C	10°C	16 Vol%	30 Vol%	"	10°C
10°C	20°C	8 Vol%	38 Vol%	"	20°C
20°C	30°C	11,3 Vol%	49 Vol%	"	30°C
30°C	40°C	4 Vol%	53,3 Vol%	"	40°C
40°C	50°C	5,6 Vol%	58,9 Vol%	"	50°C
50°C	60°C	10,8 Vol%	69,7 Vol%	"	60°C
60°C	70°C	10,5 Vol%	80,2 Vol%	"	70°C
70°C	80°C	6,7 Vol%	86,5 Vol%	"	80°C
80°C	90°C	4,2 Vol%	91,1 Vol%	"	90°C
90°C	100°C	3,0 Vol%	94,1 Vol%	"	100°C
100°C	110°C	2,7 Vol%	96,8 Vol%	"	110°C
110°C	120°C	0,3 Vol%	97,1 Vol%	"	120°C
120°C	130°C	0,3 Vol%	97,4 Vol%	"	130°C
130°C	145°C	0,2 Vol%	97,6 Vol%	"	145°C

Verlust 2,0% Rückstand 0,4 Vol%
Olefingehalt 77,5 Vol% vom über 30°C siedenden Anteil.

In der Synthese wurde das Gesamt-Krackbenzin gemischt aus Crackbenzin (unter 40°C) und Leichtbenzin im Anfallverhältnis 20% zu 80% eingesetzt. In zwei Versuchsreihen, bei denen sich die Polymerisationsbedingungen nur in der Temperatur unterscheiden, wurde das Crackbenzin mit 5% Aluminiumchlorid in der ersten Charge, und mit 1% Aluminiumchlorid in den nächsten Chargen unter Wiederverwendung der jeweils gebildeten Kontaktölschicht umgesetzt. (In Tabellen I und II Zusammenstellung der Versuchsergebnisse.)

Die Reaktion bis 50°C ergab mit der 3. Charge eine Abnahme der Aktivität des Kontaktöls unter Zugabe von 1% frischem AlCl_3 . Mit Abnahme der Schmierölausbeute stieg die Viskosität und die Polhöhe der gebildeten Öle. Bei der Reaktion bis 70°C blieb die Aktivität der Kontaktölschicht erhalten. Die Ausbeute und die Beschaffenheit veränderten sich im Gegensatz zur Reaktion bis 50°C nicht. (Vergl. Werte der Dichte und Viskosität.)

Tabelle III.

Reaktion	Schmierölmenge erhalten aus 80 kg Crackbenzin	Zugesetzte AlCl_3 -Menge	Verhältnis Öl zu AlCl_3
bis 50°C	27250 g	1200 g	22,7 : 1
bis 70°C	33840 g	1200 g	28,2 : 1

Ölanalysen. Die aus den Probedestillationen der Einzelversuche erhaltenen Öle wurden vermischt und auf folgende Daten untersucht

D_{20}	0,871	Bem. Das Öl ist noch nicht gebleicht. (unraffiniert).
V_{50}	50,1°E	
V.P.H.	2,68	
Flpkt.	235°C	
N.Z.	0,036	
V.Z.	0,250	
Rausbottom	0,165	

001084

Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen

Tabelle I.

Untersuchung des Anodenstroms der Wasserstoffkathode bei 1200 bis 2000

Versuchsbeschreibung	R.V. 1.1	R.V. 1.2	R.V. 1.3	R.V. 1.4	R.V. 1.5	R.V. 1.6	R.V. 1.7	R.V. 1.8
Temperatur	200 4 St.	200 4 St.	200 4 St.	200 4 St.	200 4 St.	200 4 St.	200 4 St.	200 4 St.
Konzentrationsverh.	500 8 St.	500 8 St.	500 8 St.	500 8 St.	500 8 St.	500 8 St.	500 8 St.	500 8 St.
Benutzungszeit	10 kg	10 kg	10 kg	10 kg	10 kg	10 kg	10 kg	10 kg
Zustand vor Versuch	500 g Al ₂ O ₃ Zugabe 4,7 g kg Kontaktöl	100 g Al ₂ O ₃ Zugabe 4,7 g kg Kontaktöl	100 g Al ₂ O ₃ Zugabe 4,7 g kg Kontaktöl	100 g Al ₂ O ₃ Zugabe 4,7 g kg Kontaktöl	100 g Al ₂ O ₃ Zugabe 4,7 g kg Kontaktöl	100 g Al ₂ O ₃ Zugabe 4,7 g kg Kontaktöl	100 g Al ₂ O ₃ Zugabe 4,7 g kg Kontaktöl	100 g Al ₂ O ₃ Zugabe 4,7 g kg Kontaktöl
Überschicht	7,0 kg	6,4 kg	9,5 kg	9,3 kg	10,1 kg	9,8 kg	10,0 kg	10,5 kg
Kontakthöhe nachs.	2,7 kg	4,2 kg	4,0 kg	5,1 kg	5,7 kg	5,4 kg	5,5 kg	5,1 kg
Probekonzentration	393 g	399 g	390 g	307 g	307 g	350 g	340 g	345 g
Elektrolyt bei 1000	125 g	117 g	167 g	150 g	140 g	170 g	195 g	205 g
Gasverbrauch	34,6 g	29,7 g	43 g	40,3 g	45,5 g	51 g	57 g	59,4 g
Elektrolyt bei 1200	150 g	200 g	275 g	28,75 g	40 g	40 g	51 g	48 g
Elektrolyt bei 1500	150 g	200 g	275 g	28,75 g	40 g	40 g	51 g	48 g
Elektrolyt bei 1700	150 g	200 g	275 g	28,75 g	40 g	40 g	51 g	48 g
Elektrolyt bei 1900	150 g	200 g	275 g	28,75 g	40 g	40 g	51 g	48 g
Elektrolyt bei 2000	150 g	200 g	275 g	28,75 g	40 g	40 g	51 g	48 g
Elektrolyt bei 2200	150 g	200 g	275 g	28,75 g	40 g	40 g	51 g	48 g
Elektrolyt bei 2400	150 g	200 g	275 g	28,75 g	40 g	40 g	51 g	48 g
Elektrolyt bei 2600	150 g	200 g	275 g	28,75 g	40 g	40 g	51 g	48 g
Elektrolyt bei 2800	150 g	200 g	275 g	28,75 g	40 g	40 g	51 g	48 g
Elektrolyt bei 3000	150 g	200 g	275 g	28,75 g	40 g	40 g	51 g	48 g
Elektrolyt bei 3200	150 g	200 g	275 g	28,75 g	40 g	40 g	51 g	48 g
Elektrolyt bei 3400	150 g	200 g	275 g	28,75 g	40 g	40 g	51 g	48 g
Elektrolyt bei 3600	150 g	200 g	275 g	28,75 g	40 g	40 g	51 g	48 g
Elektrolyt bei 3800	150 g	200 g	275 g	28,75 g	40 g	40 g	51 g	48 g
Elektrolyt bei 4000	150 g	200 g	275 g	28,75 g	40 g	40 g	51 g	48 g
Elektrolyt bei 4200	150 g	200 g	275 g	28,75 g	40 g	40 g	51 g	48 g
Elektrolyt bei 4400	150 g	200 g	275 g	28,75 g	40 g	40 g	51 g	48 g
Elektrolyt bei 4600	150 g	200 g	275 g	28,75 g	40 g	40 g	51 g	48 g
Elektrolyt bei 4800	150 g	200 g	275 g	28,75 g	40 g	40 g	51 g	48 g
Elektrolyt bei 5000	150 g	200 g	275 g	28,75 g	40 g	40 g	51 g	48 g
Elektrolyt bei 5200	150 g	200 g	275 g	28,75 g	40 g	40 g	51 g	48 g
Elektrolyt bei 5400	150 g	200 g	275 g	28,75 g	40 g	40 g	51 g	48 g
Elektrolyt bei 5600	150 g	200 g	275 g	28,75 g	40 g	40 g	51 g	48 g
Elektrolyt bei 5800	150 g	200 g	275 g	28,75 g	40 g	40 g	51 g	48 g
Elektrolyt bei 6000	150 g	200 g	275 g	28,75 g	40 g	40 g	51 g	48 g
Elektrolyt bei 6200	150 g	200 g	275 g	28,75 g	40 g	40 g	51 g	48 g
Elektrolyt bei 6400	150 g	200 g	275 g	28,75 g	40 g	40 g	51 g	48 g
Elektrolyt bei 6600	150 g	200 g	275 g	28,75 g	40 g	40 g	51 g	48 g
Elektrolyt bei 6800	150 g	200 g	275 g	28,75 g	40 g	40 g	51 g	48 g
Elektrolyt bei 7000	150 g	200 g	275 g	28,75 g	40 g	40 g	51 g	48 g
Elektrolyt bei 7200	150 g	200 g	275 g	28,75 g	40 g	40 g	51 g	48 g
Elektrolyt bei 7400	150 g	200 g	275 g	28,75 g	40 g	40 g	51 g	48 g
Elektrolyt bei 7600	150 g	200 g	275 g	28,75 g	40 g	40 g	51 g	48 g
Elektrolyt bei 7800	150 g	200 g	275 g	28,75 g	40 g	40 g	51 g	48 g
Elektrolyt bei 8000	150 g	200 g	275 g	28,75 g	40 g	40 g	51 g	48 g
Elektrolyt bei 8200	150 g	200 g	275 g	28,75 g	40 g	40 g	51 g	48 g
Elektrolyt bei 8400	150 g	200 g	275 g	28,75 g	40 g	40 g	51 g	48 g
Elektrolyt bei 8600	150 g	200 g	275 g	28,75 g	40 g	40 g	51 g	48 g
Elektrolyt bei 8800	150 g	200 g	275 g	28,75 g	40 g	40 g	51 g	48 g
Elektrolyt bei 9000	150 g	200 g	275 g	28,75 g	40 g	40 g	51 g	48 g
Elektrolyt bei 9200	150 g	200 g	275 g	28,75 g	40 g	40 g	51 g	48 g
Elektrolyt bei 9400	150 g	200 g	275 g	28,75 g	40 g	40 g	51 g	48 g
Elektrolyt bei 9600	150 g	200 g	275 g	28,75 g	40 g	40 g	51 g	48 g
Elektrolyt bei 9800	150 g	200 g	275 g	28,75 g	40 g	40 g	51 g	48 g
Elektrolyt bei 10000	150 g	200 g	275 g	28,75 g	40 g	40 g	51 g	48 g

Durchschnitt

Rechnung des Anodenstroms bei 2000 bis 3000

001085

Tabelle II.

Umsetzungen des Krackbenzins der Kohäsinfraction 100 - 150° bis 70°

Versuchsbeschieh.	P.V.II/1	P.V.II/2	P.V.II/3	P.V.II/4	P.V.II/5	P.V.II/6	P.V.II/7	P.V.II/8
Temperatur	200 4 St 300 4 St 700 4 St	200 4 St 300 4 St 700 4 St	200 300 700	-	-	-	-	-
Reaktionsdauer	10 kg	10 kg	10 kg	10 kg	10 kg	10 kg	10 kg	10 kg
Benzinmenge	100g AlO ₁ Zugabe 2,7 kg kg Kontakt- ol	100g AlO ₁ Zugabe 2,7 kg kg Kontakt- ol	100g AlO ₁ Zugabe 2,7 kg kg Kontakt- ol	100g AlO ₁ Zugabe 4,3 kg kg Kontakt- ol	100g AlO ₁ Zugabe 4,3 kg kg Kontakt- ol	100g AlO ₁ Zugabe 5,1 kg kg Kontakt- ol	100g AlO ₁ Zugabe 5,1 kg kg Kontakt- ol	100g AlO ₁ Zugabe 5,1 kg kg Kontakt- ol
Kontakt vor Umset- zung	8,1 kg	8,8 kg	9,4 kg	9,7 kg	9,9 kg	10,0 kg	9,8 kg	9,8 kg
Obere Schicht	2,4 kg	3,7 kg	4,3 kg	4,9 kg	5,1 kg	5,2 kg	5,5 kg	5,8 kg
Kontaktschicht	402 g	391 g	399 g	390 g	395 g	393 g	393 g	387 g
Probekontakt- schicht								
Probedestillat- menge	137 g	175 g	146 g	181 g	130 g	139 g	140 g	155 g
Destillat b. 180°	34%	43%	36,0	46,5%	35%	35%	37,7%	40%
Gew. v. Kerosin	17,5%	26,3%	20,0%	22,3%	25,0%	20,0%	24,0%	20,0%
Oligengehalt	0,692	0,692	0,689	0,692	0,686	0,684	0,683	0,677
Dichte b. 20°	0,878	0,878	0,876	0,875	0,875	0,873	0,875	0,873
Destillat b. 270°	52 g	47 g	66 g	50 g	73 g	80 g	62 g	49 g
Destillat b. 370°	13%	12%	16,5%	12,8%	18,5%	20%	16%	12,6%
Destillat b. 470°	212 g	164 g	184 g	158 g	171 g	173 g	173 g	183 g
Dichte b. 20°	0,878	0,878	0,876	0,875	0,875	0,873	0,875	0,873
Viskosität	2,75	2,75	2,75	2,75	2,75	2,75	2,75	2,75
Flammpunkt	228°	229°	229°	238°	240°	235°	241°	236°

Beilage zu der Besprechung der Versuchsergebnisse des Versuches 11

1.) Im Krackversuch 17 ist ein Ausgangsmaterial mit folgenden Siededaten: Siedebeginn 80°C, bis 100°C 3%, bis 150°C 50%, bis 230°C 90% hergestellt aus Restbenzin früherer Schmierölmsetzungen bei 520°C unter einem Druck von 10 atü gespalten. (Olefingehalt 27 Vol Dichte $D_{20} = 0,74$) Nach der Spaltung fielen an:

- 57% Krackbenzin
- 10% Treibgasfraktion (Gasol)
- 33% Leichtgasfraktion (Abgas).

Die Zusammensetzung des Krackbenzins war:

~~bis 20°C 33%, bis 50°C 55%, bis 100°C 94%~~
bis 120°C 97%, 68 Vol% Olefine.

Das erhaltene Krackbenzin wurde in 2 Chargen im techn. Versuchsbetrieb bei Temperatur und Reaktionszeiten wie folgt:

- 50°C 3 Stunden
- 80°C 2 Stunden
- 100°C 6 Stunden unter Zugabe von

0,8% $AlCl_3$ umgesetzt. Die Versuchsdaten waren:

Menge	Einsatz	obere Schicht	Kontaktöl Bildung	Sydeanalysen von oberem Schichtöl			
				bis 100	bis 180	370	über- 370°C
1/252	135 kg	134 kg	2 kg	18,8%	37,8%	51,4%	48%
1/253	193 kg	156 kg	35,5 kg	21 %	38,5%	51,6%	48%

Ölanalysendaten:

	D_{20}	V_{50}	V.P.H.
Charge 1/252	0,868	19,5°E	2,4
1/253	0,878	26,7°E	2,6

Kondensatbenzin-Umsetzung (7 Chargen bis 50°C, 2 Chargen bis 70°C) .

Versuchs- und Char- genbezeichnung	K.E./1	K.E./2	K.E./3	K.E./4	K.E./5	K.E./6	K.E./7	K.E./8	K.E./9
Kondensatbenzin	10 kg	10 kg	10 kg	10 kg	10 kg	10 kg	10 kg	10 kg	10 kg
Kontakt von Umset- zung	500g AlCl ₃ Zugabe 3,7 kg Kontaktöl	100g AlCl ₃ Zugabe 9,55 kg Kontaktöl	100g AlCl ₃ Zugabe 9,55 kg Kontaktöl	100g AlCl ₃ Zugabe 9,5 kg Kontaktöl	100g AlCl ₃ Zugabe 9,1 kg Kontaktöl	100g AlCl ₃ Zugabe 9,7 kg Kontaktöl	100g AlCl ₃ Zugabe 9,7 kg Kontaktöl	100g AlCl ₃ Zugabe 10,4 kg Kontaktöl	100g AlCl ₃ Zugabe 10,3 kg Kontaktöl
Temperatur	20-50°C	20-50°C	20-50°C	20-50°C	20-50°C	20-50°C	20-50°C	20-50°C	20-50°C
Reaktionsdauer	5 : 6 St	5 : 6 St	5 : 6 St	5 : 6 St	5 : 6 St	5 : 6 St	5 : 6 St	5 : 6 St	5 : 6 St
Obere Schicht	3,2 kg	7,25 kg	10,15 kg	10,5 kg	9,5 kg	9,3 kg	9,7 kg	10,1 kg	3,1 kg
Kontaktschicht n. Unterte	8,7 kg	9,55 kg	9,5 kg	9,1 kg	9,7 kg	10,0 kg	10,4 kg	10,3 kg	12,3 kg
Probekristallisation angewandte Menge	326 g	326 g	404 g	404 g	387 g	390 g	385 g	400 g	403 g
Destillat b. 180°C	36 g	46 g	73 g	73 g	146 g	170 g	195 g	94 g	193 g
Gew.% vom Einsatz	11%	14%	18%	18%	38%	44%	50%	23,5%	23%
Dichtgewicht bis Dichte b. 20°C 11500	17,54 0,859	16,73 0,857	15,4 0,857	15,4 0,857	20,4 0,855	23,4 0,850	29,4 0,862	28,4 0,865	20,4 0,869
Vorwurddestillation bis 200°C Destillat bis 370°C 5 mm	61g	54 g	98 g	125 g	56 g	65 g	80 g	77 g	96 g
Gew.% v. Einsatz	19%	16,5%	24%	31%	14,5%	16,7%	20,8%	19%	24%
n-01 über 370°	225 g	224 g	233 g	203 g	182 g	150 g	108 g	225 g	213 g
Gew.% v. Einsatz	69%	68,8%	57,8%	50%	47%	38,5%	28%	56%	52,8%
Beschaffenheit des n- 01es, Dichte b. 20°C	0,859	0,859	0,859	0,860	0,864	0,87	0,875	0,860	0,860
Viskosität b. 50°C	18,6°E	22,7°E	18,9°E	15,6°E	21,9°E	26°E	27°E	19,5°E	20,5°E
Viskositätspolhöhe	2,07	2,17	2,23	2,42	3,23	3,3	3,5	2,9	2,3
Flammpunkt	238°C	235°C	235°C	231°C	239°C	230°C	230°C	234°C	235°C

Die Ergebnisse stimmen mit denen des Versuches 11 im wesentlichen überein.

2.) In Tabelle IV sind Versuche mit Kompressorbenzin (hergestellt beim Krackversuch 9 ^{beim} Spalten von Dieselölfraktion, Kogasin über 220°C), das hauptsächlich aus einem Gemisch von Buten, Penten und Hexen besteht mit einem Siedepunkt von 95°C , im Temperaturbereich bis 50°C und bei 2 Chargen bis 70°C ausgeführt. Die Umsetzungen bis 50°C (und der ersten Charge mit 5% AlCl_3) unter Wiederverwendung der Kontaktölschicht bei Zugabe von 1% frischen AlCl_3 zeigen eine Abnahme der Aktivität des Kontaktes. Sie wird durch die Abnahme der Schmierölausbeute und durch die Veränderungen der Analysendaten deutlich gemacht. Die Ergebnisse stimmen mit den Krackbenzinumsetzungen ~~se~~ bis 50°C von Versuch 11 überein. Die Viskositätspolhöhe dieser Öle beträgt im Durchschnitt 2,6, d.h. es handelt sich um naphthenbasiische Öle, die in ihren Eigenschaften auf den aus niedrigsiedenden A-Kohle-Benzinen polymerisierten Ölen übereinstimmen.