

3448 - 30/501 - 69

42

LUB. OIL SYNTHESIS

(Polymerisation Stage)

Ruhrbenzin-Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten

O.-Holten, den 6. Mai 1939

Ölanlage Goe./Lr.

A.111

43

Verw.
Tgb. Nr. 4888 ✓
Eing. 6/5.39

Herrn Direktor A l b e r t s !

Betr.: Kurzer Bericht über Versuche für die kontinuierliche Polymerisation.

Im folgenden wird Ihnen ein Bericht gegeben über die ersten Versuche zur kontinuierlichen Gestaltung der Schmierölsynthese. Die Versuche wurden in 2-Liter-Glaskolben durchgeführt, in denen je ein gleichlaufendes-Rührwerk eingebaut ist. In jedem Kolben wurde 1 kg Benzin eingesetzt. Die Kolben waren miteinander verbunden. Durch Überdruck mit Stickstoff auf den Benzinvorratsbehälter wurde ein kontinuierliches Durchfließen von Benzin bzw. obere Schicht erreicht. Die nacheinander geschalteten Kolben waren jeweils auf eine erhöhte Temperatur erhitzt. Da zu dieser Zeit der Versuchsdurchführung noch kein Crackbenzin zur Verfügung stand, wurde einmal mit T.V.P.-Benzin, das andere Mal mit Kreislaufbenzin Fraktion bis 150°C gearbeitet.

Die beiliegenden Tabellen zeigen, daß bei den Versuchen mit 2, 3 und 4 Kolben die Ölausbeute nicht erreicht wird, wie sie unter den gleichen Bedingungen bei der chargenweise Umsetzung erzielt wurde.

Weitere Versuche mit einer abgeänderten Glasapparatur sind bereits im Gange.

G. Albert

Kontinuierliche Umsetzung von Kreislaufbenzin der Fraktion bis 150°C, I.

Versuch mit 2 Kolben, die auf 40°C u. 70°C gehalten werden.
Kolbeninhalt an Benzin: 1 kg Benzin pro Kolben.
Benzindurchflußzeit: 2 kg in 12 Stunden.

Versuch mit 1 Kolben, der auf 70°C gehalten wurde. Der auf 40°C erhitzte Kontakt des 1. Kolbens von nebenstehenden Versuch wurde auf 70°C gebracht.
Benzindurchflußzeit: 1 kg in 12 Std.

Probe nach	2. Abschnitt						Benzindurchflußzeit: 1 kg in 12 Std.
	1. Abschnitt 5 % AlCl ₃	24 Std.	36 Std.	48 Std.	60 St.	72 Std. (12 Std.)	
obere Schicht, D ₂₀ bis 150°C	0,758	0,771	0,763	0,752	0,737	0,727	0,723-
150 bis 180°C	48,2%	40,2%	45,8%	55,5%	61,5%	69,5%	70,0%
Restolefine	9,1%	5,8%	10,0%	7,7%	5,7%	4,5%	6,0%
180 bis 350°C	40,0%	28,0%	43,8%	50,0%	51,3%	58,0%	60,0%
Spindelöl 350°C b.	5,0%	5,8%	2,8%	6,1%	4,4%	4,7%	3,3%
Schmieröl über 370°C	2,5%	2,4%	2,0%	1,5%	1,5%	1,0%	1,2%
D ₂₀	32,4%	43,9%	35,4%	29,0%	23,2%	19,8%	18,0%
V ₅₀	0,842	0,843	0,844	0,845	0,846	0,847	0,847
V.P.H.	13,27°C	16,4°C	20,4°C	21,35°C	21,88°C	21,7°C	20,4°C
	1,64	1,63	1,58	1,64	1,70	1,63	1,75
				Abnahme der Ölausbeute und der Ölqualität.			geringe Ölausbeute.

Kontinuierliche Umsetzung von Kreislaufbenzol der Fraktion bis 150°C,

Versuch mit 3 Kolben, die auf 25, 50 und 80°C gehalten wurden. Kolbeninhalt an Benzin: 1 kg Benzin pro Kolben. Benzindurchflußzeit: 3 kg in 12 Stunden.

Zum Vergleich dazu diskontinuierliche Umsetzungen bei 25, 50 und 80°C.

Probe nach	2. Abschnitt										1. Um- setzung mit 5 % AlCl ₃	2. Um- setzung 1 % AlCl ₃	3. Um- setzung 1 % AlCl ₃	4. Um- setzung
	1. Abschnitt													
	12 Stunden	16 St.	24 St.	48 St.	60 St.	72 St.	84 St.	12 Std.	24 St.	36 St.				
obere Schicht D ₂₀ bis 150°C	0,791	0,781	0,776	0,790	0,774	0,779	0,776	0,808	0,815	0,812	0,807			
150-180°C	26,9 %	29,6 %	34,9 %	33,1 %	34,2 %	33,9 %	34,1 %	21,5 %	17,0 %	19,5 %	20,0 %			
Restolefine	5,5 %	2,7 %	3,9 %	3,5 %	5,6 %	3,4 %	5,7 %	7,5 %	6,3 %	6,0 %	7,0 %			
180 - 350°C	15,0 %	27,5 %	31,0 %	24,0 %	32,0 %	27,5 %	32,5 %	10,0 %	12,5 %	16,0 %	15,0 %			
Spindelöl 350 - 370°C	8,0 %	8,3 %	6,7 %	5,4 %	4,1 %	6,1 %	3,7 %	8,0 %	6,3 %	6,5 %	5,5 %			
Schmieröl über 370°C	3,1 %	2,7 %	2,2 %	2,2 %	2,1 %	2,8 %	2,5 %	3,1 %	5,5 %	5,0 %	4,7 %			
D ₂₀	54,5 %	52,5 %	51,5 %	55,8 %	49,1 %	53,0 %	52,0 %	59,5 %	63,2 %	61,2 %	60,3 %			
V ₅₀	0,842	0,841	0,844	0,842	0,842	0,841	0,842	0,842	0,840	0,841	0,842			
	11,77 ^o E	12,96 ^o E	19,7 ^o E	21,61 ^o E	18,8 ^o E	15,64 ^o E	12,93 ^o E	9,7 ^o E	10,12 ^o E	13,4 ^o E	16,4 ^o E			
V.P.H.	1,65	1,68	1,70	1,70	1,74	1,74	1,72	1,63	1,68	1,65	1,70			

Die Ülausbeute der chargenweisen Umsetzung wird bei kontinuierlicher Umsetzung nicht erreicht.

Kontinuierliche Umsetzung von Kreislaurbenzin der Fraktion bis 150°C, III.
 Versuch mit 4 Kolben, die auf 25, 50, 80 und 100°C gehalten werden.
 Kolbeninhalt an Benzin: 1 kg Benzin pro Kolben.
 Benzindurchflußzeit: 4 kg in 12 Stunden.

Analyse des Kreislaurbenzins.
 Fraktion bis 150°C

D₂₀ = 0,690, Olefine 66 %.

BIS	D ₂₀	Olefine
40 - 60°C	0,644	70 Vol.-%
60 - 80°C	0,663	68 " "
80 - 100°C	0,682	66 " "
100 - 120°C	0,698	64 " "
120 - 140°C	0,712	61 " "
140 - 150°C	0,721	59 " "

Probe nach	2. Abschnitt					
	1 % AlCl ₃					
	1. Abschnitt	24 Std.	36 Std.	48 Std.	60 Std.	72 Std.
obere Schicht, D ₂₀	0,795	0,795	0,796	0,802	0,798	0,797
bis 150°C	32,0 %	30,0%	26,0%	26,7%	26,0%	27,0%
150 - 180°C	4,2 %	5,4%	5,0%	4,3%	5,3%	4,8%
Restolefine	7,5 %	10,0%	7,5%	7,3%	11,0%	13,0%
180 - 350°C	5,1 %	5,4%	6,8%	5,5%	7,1%	6,0%
Spindelöl 350 bis 700°C	2,1 %	2,7%	3,1%	2,7%	3,8%	4,1%
Schmelzöl über 370°C	56,2 %	56,0%	58,0%	59,7%	57,3%	58,0%
D ₂₀	0,842	0,842	0,843	0,843	0,842	0,843
V. H.	12,1°E	13,57°E	15,37°E	15,4°E	17,14°E	14,2°E
	1,70	1,72	1,71	1,70	1,72	1,75

bis 40°C	3,2 Vol.-%
bis 60°C	26,7 " "
bis 80°C	41,9 " "
bis 100°C	61,3 " "
bis 120°C	75,8 " "
bis 140°C	95,2 " "

Johannes Stien
 Chemisches Institut
 Universität Gießen

Kontinuierliche Umsetzung von TVP - Benzin, 2. Blatt.

Versuch mit 2 Kolben, die auf 30°C, 70°C gehalten werden.

Kolbeninhalt an Benzin: 1 kg Benzin pro Kolben.

Benzindurchfluß mit: 2 kg Benzin in 12 Stunden.

Probe nach:	1. Abschnitt		2. Abschnitt	
	5 % Al Cl ₃		1 % Al Cl ₃	
	12 Std.	24 Std.	36 Std.	48 Std.
obere Schicht, D ₂₀	0,767	0,773	0,765	0,762
bis 150°C	36 %	34 %	38 %	44,2 %
150 - 180°C	20 %	18 %	16,4 %	18,2 %
Restolefine	25,4 %	21,2 %	30 %	46,5 %
180 - 350°C	12 %	13 %	14 %	10,5 %
Spindelöl 350-370°C	3,4 %	3,5 %	3,2 %	3,4 %
Schmieröl über 370°C	28 %	30 %	27,5 %	23 %
D ₂₀	0,870	0,868	0,869	0,874
V ₅₀	13,67°E	11,71°E	13,6°E	11,3°E
V.P.H.	2,39	2,40	2,45	2,50
Ölausbeute et- was geringer als im Fall 1	Abfall der Ölausbeute und Ölqualität nach kürzerer Laufzeit als im Falle 1 mit Höchsttemperatur von 80°C			

Analyse des TVP - Benzins aus Tank S 3

D ₂₀ = 0,713	Olefine 55 Vol. %
bis 40°C	1,2 Vol. %
" 60°C	14,4 Vol. %
" 80°C	25,6 Vol. %
" 100°C	35,4 Vol. %
" 120°C	47,4 Vol. %
" 140°C	60,0 Vol. %
" 160°C	73,2 Vol. %
" 180°C	88,0 Vol. %

Im Vergleich dazu
2 diskontinuierliche
Umsetzungen bei 20°,
50°, 70°C in den Syn-
thesekeßeln der Groß-
anlage

Kontinuierliche Umsetzung von T.V.P.-Benzin, 1. Blatt.
Versuch mit 3 Kolben, die auf 20, 50, 80°C gehalten werden. Kolbeninhalt an Benzin: 1 kg Benzin pro Kolben.
Benzindurchfluß mit: 3 kg Benzin in 12 Stunden.

1. Versuchsabschnitt. 5 kg Benzin durchgesetzt in 20 Stunden 5 % AlCl ₃ = 250 g verteilt auf 3 Kolben	2. Abschnitt 6 kg Benzin in 24 Stunden ohne AlCl ₃ -Zugabe		3. Abschnitt 6 kg Benzin in 24 Stunden 1 % AlCl ₃ , je kg Benzin 10 g		2. Umsetzung Kontaktöl-Aktivität				
	20 Stunden	40 Std.	44 Std.	48 Std.		56 Std.	60 Std.	68 Std.	22 Std.
Probemacher:	28 Std.	40 Std.	44 Std.	48 Std.	56 Std.	60 Std.	68 Std.	22 Std.	66 Std.
obere Schicht, D ₂₀ bis 150°C	0,774 31 %	0,773 31 %	0,770 34 %	0,769 38,5 %	0,767 36 %	0,766 41 %	0,745 45 %	-	-
150 bis 180°C	17 %	17 %	16,4 %	13,5 %	17 %	17 %	20 %	28 %	28 %
Restolefine	29 %	32,5 %	30 %	34 %	25 %	55 %	41 %	16 %	17 %
180 bis 350°C	15 %	14 %	14,5 %	14 %	14,5 %	15 %	13 %	13 %	8 %
Spindelöl 350-370°C	4 %	4,3 %	4,7 %	4,5 %	4,8 %	4,8 %	4,5 %	16 %	25,5 %
Schmieröl über 370°C	33 %	33,7 %	28,3 %	28,7 %	26,2 %	21,7 %	16,5 %	5,1 %	4,6 %
D ₂₀	0,868	0,869	0,870	0,871	0,871	0,876	0,882	27 %	23,1 %
V ₅₀	16,1°E	16,1°E	16,8°E	16,3°E	12,2°E	21,2°E	20,7°E	0,875	0,883
V.P.H.	2,30	2,40	2,38	2,42	2,6	2,62	2,73	19°E	17,1°E
Flammpunkt	236°C	234°C	239°C	230°C	230°C	-	-	2,34	2,36
Bemerkungen:	Umsetzung entspricht dem diskontinuierlichen Prozess.			gute Aktivität des Kontaktes, aber Anstieg der Polhöhe.			Trotz Al Cl ₃ -Zugabe starke Aktivitätsabnahme, Abfall der Ölausbeute und Ölqualität.		