

Abt. HL/Kg/Bch.

Oberhausen-Holtten, den 13. Juli 1937.

Herrn Prof. Martin,
Herrn Direktor Alberts,
Herrn Dipl.-Ing. Wilke,
Herrn Dr. Goethel,

je besonders.

Betr.: Ermittlung der Ölausbeute der Synthese aus dem spezifischen Gewicht der "oberen Schicht".

Um über den Verlauf der Polymerisation während der Ölsynthese Aufschluss zu gewinnen, wurden zu verschiedenen Zeiten aus dem Synthesekessel Proben von der "oberen Schicht" gezogen. Diese Proben enthielten grössere Mengen feinverteiltes Kontaktöl, da sie während des Rührens aus dem Synthesekessel gedrückt wurden. Nach dem Absitzen des Kontaktöles oder nach erfolgter Bleichung und Filtration im Druckfilter wurde das spez. Gewicht der "oberen Schicht" ermittelt. Beide Werte stimmten recht gut überein.

Mit der gebleichten "oberen Schicht" wurde die übliche Labordestillation durchgeführt, das bei 5 mm Hg als Rückstand $>200^{\circ}\text{C}$ zurückbleibende Öl, das sog. "n-Öl", wurde auf V_{50} , Flammpunkt und D_{20} untersucht.

Die Tabellen 1 - 5 bringen die Ergebnisse dieser Untersuchungen, in den Abbildungen 1 - 5 sind einige Daten wie V_{50} vom "n-Öl", D_{20} von der "oberen Schicht", Restolefingehalt des Benzins, "n-Öl"-Ausbeute in Gew. % usw. in Abhängigkeit von der Reaktionsdauer der Synthese aufgetragen. Man erkennt u. a. den Abfall der Ölviskosität bei steigender Reaktionszeit und steigender Temperatur, das Ansteigen der "n-Öl"-Ausbeute und damit zusammenhängend das Abnehmen des bis 150° siedenden Benzinanteiles.

Wichtig ist aber vor allen Dingen, dass eine deutliche Abhängigkeit zwischen der Dichte der "oberen Schicht" und der "n-Öl"-Ausbeute (d. h. Gew. % über 200° bei 5 mm Hg siedende Ölannteile) besteht. Die Syntheseprobe wurden zu ganz verschiedenen Zeiten und bei Synthesechargen mit verschiedenen Ausgangs-crackbenzinen gezogen. Wie

Abb. 6 zeigt, ordnen sich jedoch alle Werte recht gut ein, sodass es jetzt möglich sein wird, aus der Dichte einer zur bestimmten Zeit aus dem Reaktionskessel gezogenen Probe der "oberen Schicht" mit ziemlicher Genauigkeit auf die "n-Öl"-Ausbeute zu dieser Zeit, also auf den Grad der Umsetzung zu schliessen und darnach die Synthesen zu fahren.

Hollmann

Anlagen

Tabelle 1
Versuch 1/129.

| Probe nach Std. | 1 | 2 | 4 | 6 | 8 1/2 | 11 |
|---|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| D ₂₀ der "oberen Schicht" | 0,718 | 0,723 | 0,748 | 0,754 | 0,760 | 0,775 |
| Siedeanalyse der "oberen Schicht" | | | | | | |
| Siedebeginn (°C) | 48° | 35° | 40° | 45° | 40° | 58° |
| Gew.% bis 150° (760 mm Hg) | 41,4 | 42,3 | 33,7 | 32,7 | 26,1 | 19,2 |
| Gew.% von 150°- 180° siedend (760 mm Hg) | 23,2 | 23,1 | 25,5 | 21,2 | 22,5 | 19,0 |
| Gew.% bis 180° siedend (5 mm Hg) | 19,3 | 18,1 | 19,4 | 20,0 | 20,8 | 21,9 |
| Gew.% von 180- 200° siedend (5 mm Hg) | 2,1 | 2,1 | 2,9 | 3,2 | 3,7 | 4,0 |
| Gew.% > 200° sie- dend-Gew.% "n-Öl" (5 mm Hg) | 13,4 | 13,8 | 18,1 | 22,6 | 26,5 | 35,7 |
| Verluste | 0,6 | 0,6 | 0,4 | 0,1 | 0,4 | 0,2 |
| "n-Öl" | | | | | | |
| D ₂₀ | 0,881 | 0,881 | 0,876 | 0,873 | 0,868 | 0,861 |
| V ₅₀ (°E) | 26,0 | 31,0 | 26,6 | 19,1 | 17,2 | 11,7 |
| V.P.H. | 2,48 | 2,42 | 2,22 | 2,40 | 2,58 | 2,20 |
| Flpkt. (°C) | — | — | — | 246° | — | 250° |

Tabelle 2
Versuch 1/161.

81

| Probe nach Std. | 2 | 4 | 6 | 9 | 11 |
|---|-------|-------|-------|-------|-------|
| D ₂₀ der "oberen Schicht" | 0,737 | 0,770 | 0,783 | 0,791 | 0,798 |
| Siedeanalyse der "oberen Schicht" | | | | | |
| Siedebeginn(°C) | 40° | 40° | 48° | 48° | 60° |
| Gew.% bis 150° siedend (760 mm Hg) | 45,4 | 28,7 | 22,2 | 18,3 | 16,0 |
| Gew.% von 150-180° siedend (760 mm Hg) | 27,2 | 21,4 | 19,4 | 16,3 | 18,2 |
| Gew.% bis 180° siedend (5 mm Hg) | 11,3 | 11,7 | 12,1 | 14,4 | 11,3 |
| Gew.% von 180-200° siedend (5 mm Hg) | 1,7 | 1,8 | 1,6 | 1,0 | 1,6 |
| Gew.% 200° siedend-Gew.% "n-Öl" (5 mm Hg) | 13,7 | 35,8 | 44,7 | 49,8 | 52,0 |
| Verluste | 0,7 | 0,4 | 0,0 | 0,2 | 0,9 |
| "n-Öl" | | | | | |
| D ₂₀ V ₅₀ (°E) | 0,878 | 0,863 | 0,862 | 0,860 | 0,860 |
| | 22,8 | 19,7 | 21,4 | 19,2 | 18,1 |

Tabelle 3
Versuch 1/162.

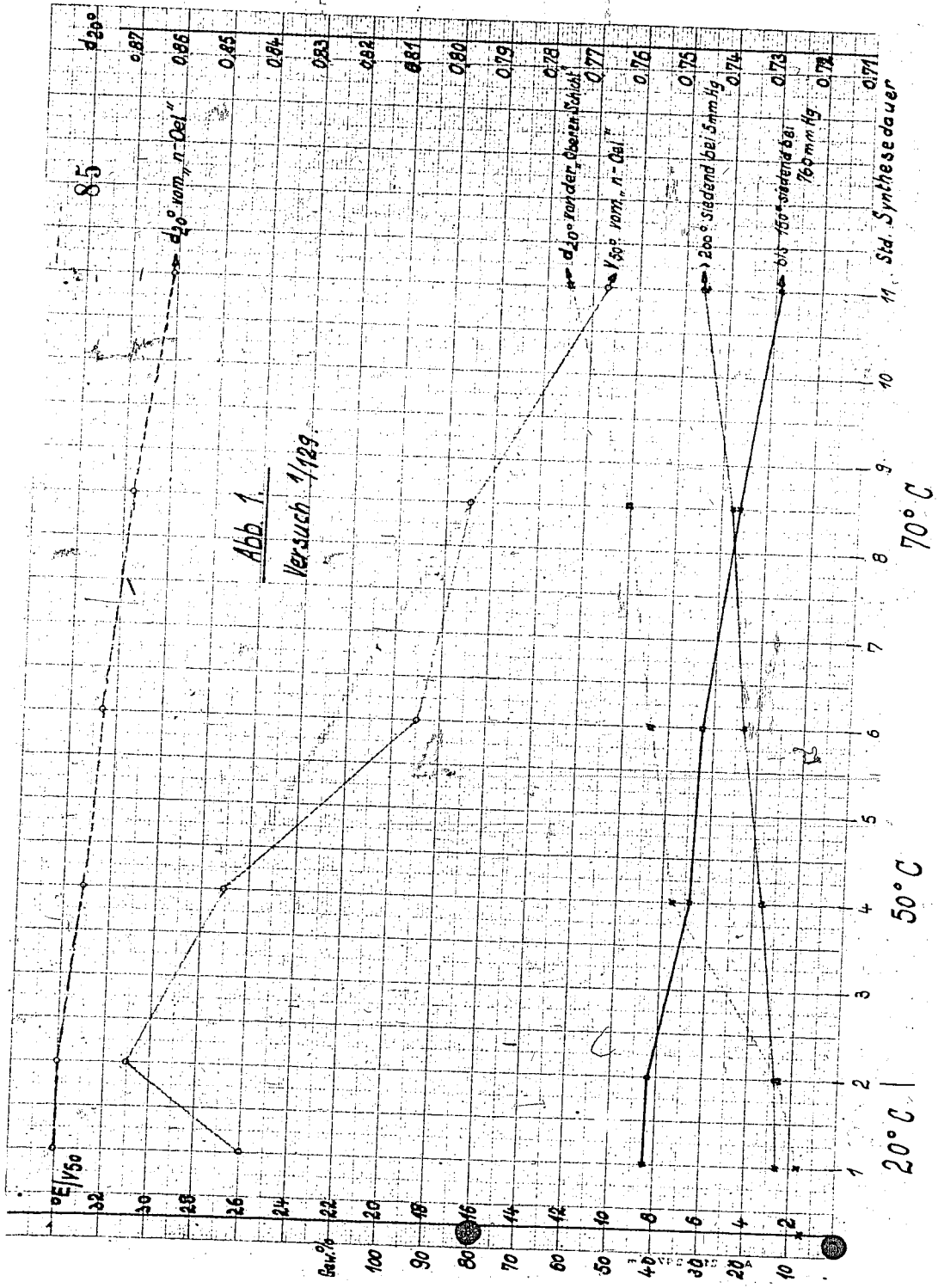
| Probe nach Std. | 4 | 6 | 9 | 10 | 11 |
|---|-------|-------|-------|-------|-------|
| D ₂₀ der "oberen Schicht" | 0,783 | 0,784 | 0,794 | 0,793 | 0,794 |
| Siedeanalyse der "oberen Schicht" | | | | | |
| Siedebeginn (°C) | 46° | 50° | 56° | 52° | 56° |
| Gew. % bis 150° siedend (760 mm Hg) | 21,1 | 20,6 | 14,5 | 14,5 | 15,2 |
| Gew. % von 150-180° siedend (760 mm Hg) | 21,5 | 20,1 | 18,2 | 18,5 | 17,9 |
| Gew. % bis 180° siedend (5 mm Hg) | 13,3 | 11,8 | 14,7 | 14,2 | 13,6 |
| Gew. % von 180-200° siedend (5 mm Hg) | 1,5 | 2,3 | 2,7 | 2,7 | 3,4 |
| Gew. % > 200° siedend - Gew. % "n-Öl" (5 mm Hg) | 42,5 | 45,2 | 38,8 | 49,3 | 49,6 |
| Verluste | 0,1 | 0,0 | 1,1 | 0,8 | 0,3 |
| "n-Öl" | | | | | |
| D ₂₀ | 0,860 | 0,857 | 0,857 | 0,858 | 0,858 |
| V ₅₀ (°E) | 23,1 | 20,3 | 23,6 | 23,2 | 22,4 |
| Flpkt. (°C) | 253 | 252 | 265 | 265 | 265 |

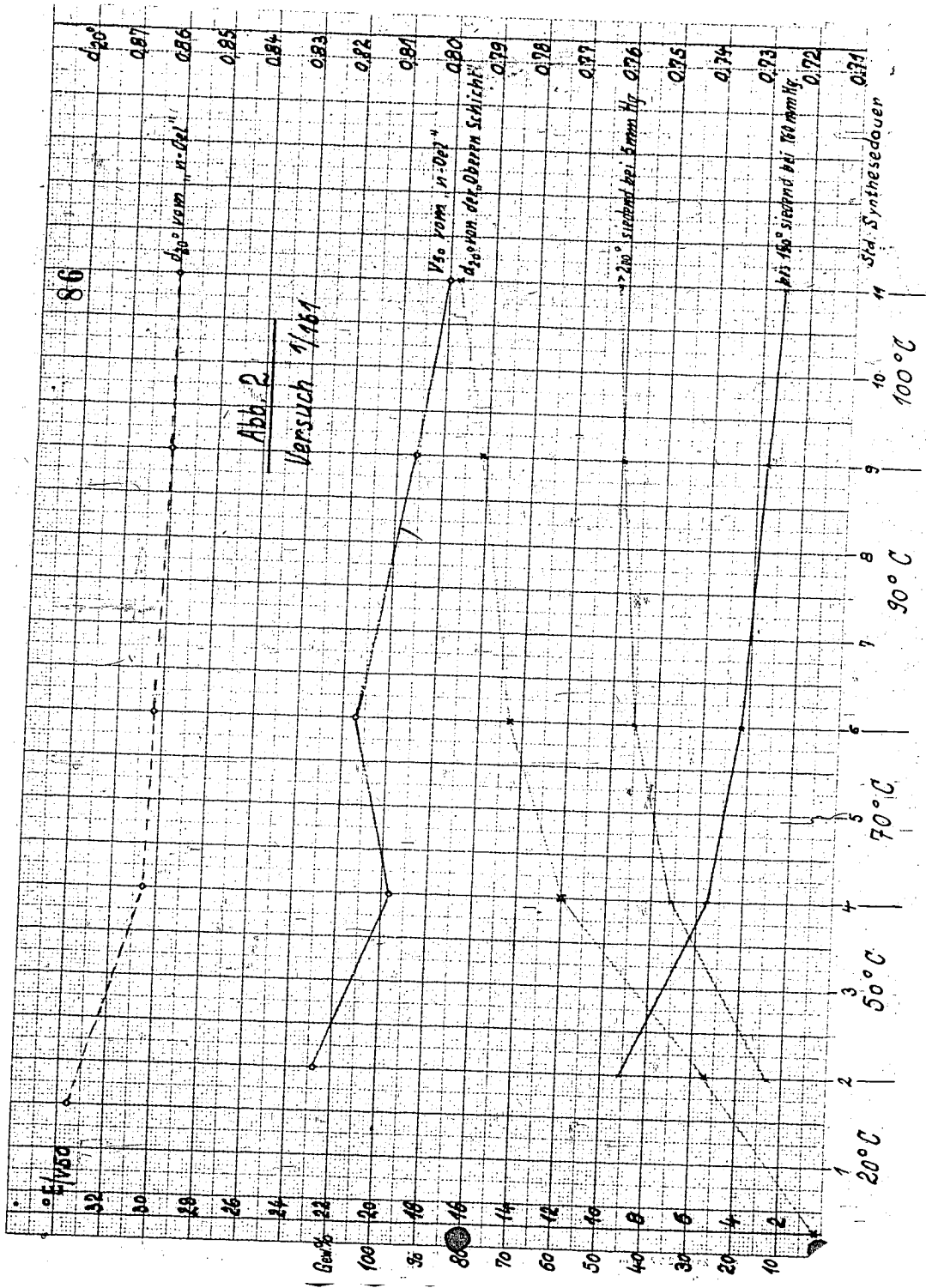
Tabelle 4
Versuch 2/224.

| Probe nach Std. | 1 | 4 | 9 | 13 |
|---|----------|----------|----------|----------|
| D ₂₀ der "oberen Schicht" vor dem Bleichen | 0,756 | 0,786 | 0,806 | 0,813 |
| nach dem Bleichen | 0,758 | 0,788 | 0,808 | 0,814 |
| Siedeanalyse der "oberen Schicht" | | | | |
| Siedebeginn (°C) | 30° | 30° | 25° | 30° |
| bis 150° siedend (760 mm Hg) | 40,4Gew% | 25,3Gew% | 15,7Gew% | 12,1Gew% |
| Restolefingehalt | 56 Vol% | 48 Vol% | 20 Vol% | 6 Vol% |
| von 150°-180° siedend (760 mm Hg) | 11,1Gew% | 9,0Gew% | 6,7Gew% | 5,4Gew% |
| bis 180° siedend (5 mm Hg) | 19,1Gew% | 21,1Gew% | 17,5Gew% | 17,6Gew% |
| von 180-200° siedend (5 mm Hg) | 3,0Gew% | 2,9Gew% | 3,8Gew% | 5,9Gew% |
| 200° siedend "n-Öl" (5 mm Hg) | 25,6Gew% | 41,5Gew% | 56,0Gew% | 58,6Gew% |
| Verluste | 0,8Gew% | 0,2Gew% | 0,3Gew% | 0,4Gew% |
| "n-Öl" | | | | |
| D ₂₀ | 0,867 | 0,860 | 0,858 | 0,858 |
| V ₅₀ (°E) | 34,1 | 24,3 | 24,0 | 25,3 |
| Flpkt. (°C) | 279 | 278 | 279 | 281 |

Tabelle 4 5
Versuch 2/236

| Probe nach Std. | 5 | 8 | 10 | 11 |
|---|--------|--------|--------|--------|
| D ₂₀ der "oberen Schicht" | 0,789 | 0,804 | 0,812 | 0,820 |
| Siedeanalyse der "oberen Schicht" | | | | |
| Gew.% bis 150° siedend (760 mm Hg) | 30,2 | 23,3 | 27,8 | 13,1 |
| Restolefingehalt | 52Vol% | 44Vol% | 26Vol% | 24Vol% |
| Gew.% von 150-180° siedend (760 mm Hg) | 6,9 | 5,6 | 4,2 | 4,1 |
| Gew.% bis 180° siedend (5 mm Hg) | 15,5 | 15,4 | 15,1 | 13,9 |
| Gew.% von 180-200° siedend (5 mm Hg) | 3,4 | 4,5 | 5,1 | 2,2 |
| Gew.% > 200° siedend = Gew.% "n-Öl" (5 mm Hg) | 43,9 | 51,1 | 57,5 | 66,2 |
| Verluste | 0,1 | 0,1 | 0,3 | 0,5 |
| "n-Öl" | | | | |
| D ₂₀ | 0,868 | 0,865 | 0,864 | 0,864 |
| V ₅₀ (°E) | 22,1 | 19,5 | 18,8 | 14,5 |
| Flpkt. (°C) | 251 | 250 | 248 | 228 |





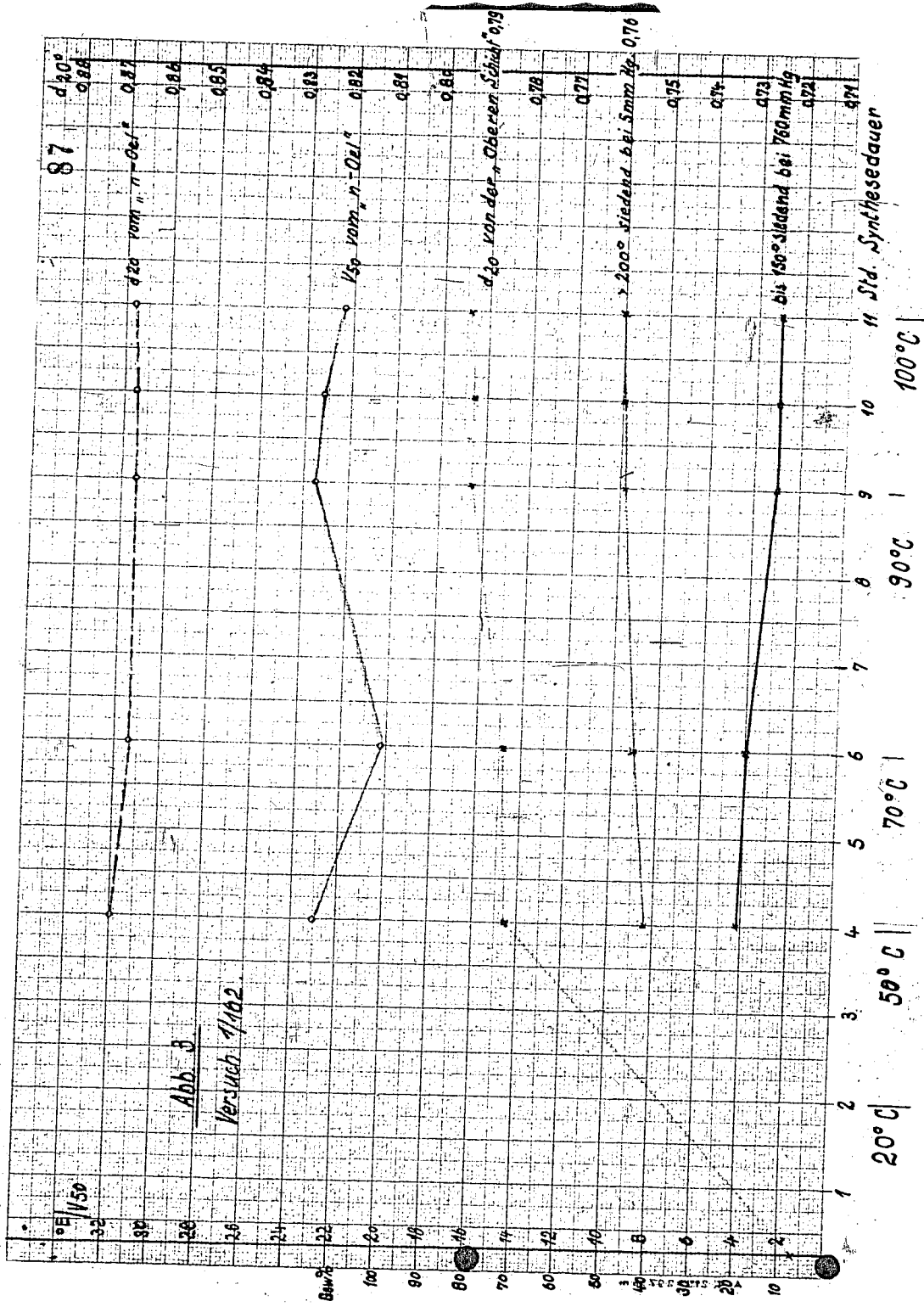
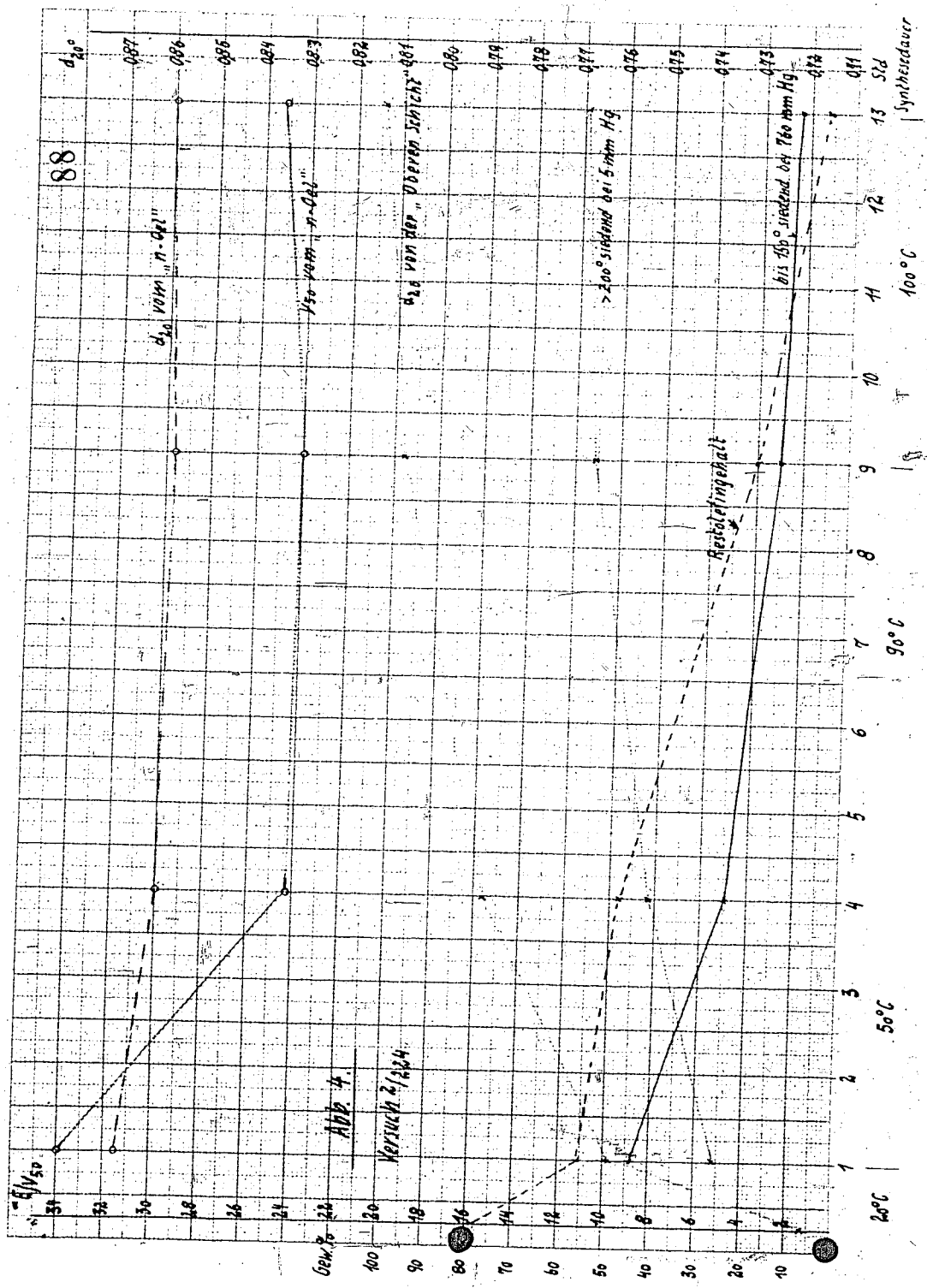


Abb. 3
Versuch 1/102

87 d₂₀ 0.887
 d₂₀ vom "n-Oel" 0.887
 0.886
 0.885
 0.884
 0.883
 1/50 vom "n-Oel" 0.882
 0.881
 0.880
 d₂₀ vander "Oberen Schicht" 0.79
 0.78
 0.77
 > 200° siedend bei 5mm Hg = 0.76
 0.75
 0.74
 d₂₀ bis 150° siedend bei 760mm Hg
 0.73
 0.72
 0.71

20°C | 50°C | 70°C | 90°C | 100°C
 1 2 3 4 5 6 7 8 9 10 11 Std. Synthesedauer



88

d_{20}^0

d_{20}^0 vom "n-Gel"

d_{20}^0 vom "n-Gel"

d_{20}^0 von der "Dampfdruckkurve"

> 200° siedend bei 5 mm Hg

bis 150° siedend bei 760 mm Hg

Synthesdauer
 13 12 11 10 9 8 7 6 5 4 3 2 1

100°C

90°C

50°C

20°C

Gew. %

100

90

80

70

60

50

40

30

20

10

0

1

2

3

4

5

6

7

8

9

10

11

12

13

14

15

16

17

18

19

20

21

22

23

24

25

26

27

28

29

30

31

32

33

34

35

36

37

38

39

40

41

42

43

44

45

46

47

48

49

50

51

52

53

54

55

56

57

58

59

60

61

62

63

64

65

66

67

68

69

70

71

72

73

74

75

76

77

78

79

80

81

82

83

84

85

86

87

88

89

90

91

92

93

94

95

96

97

98

99

100

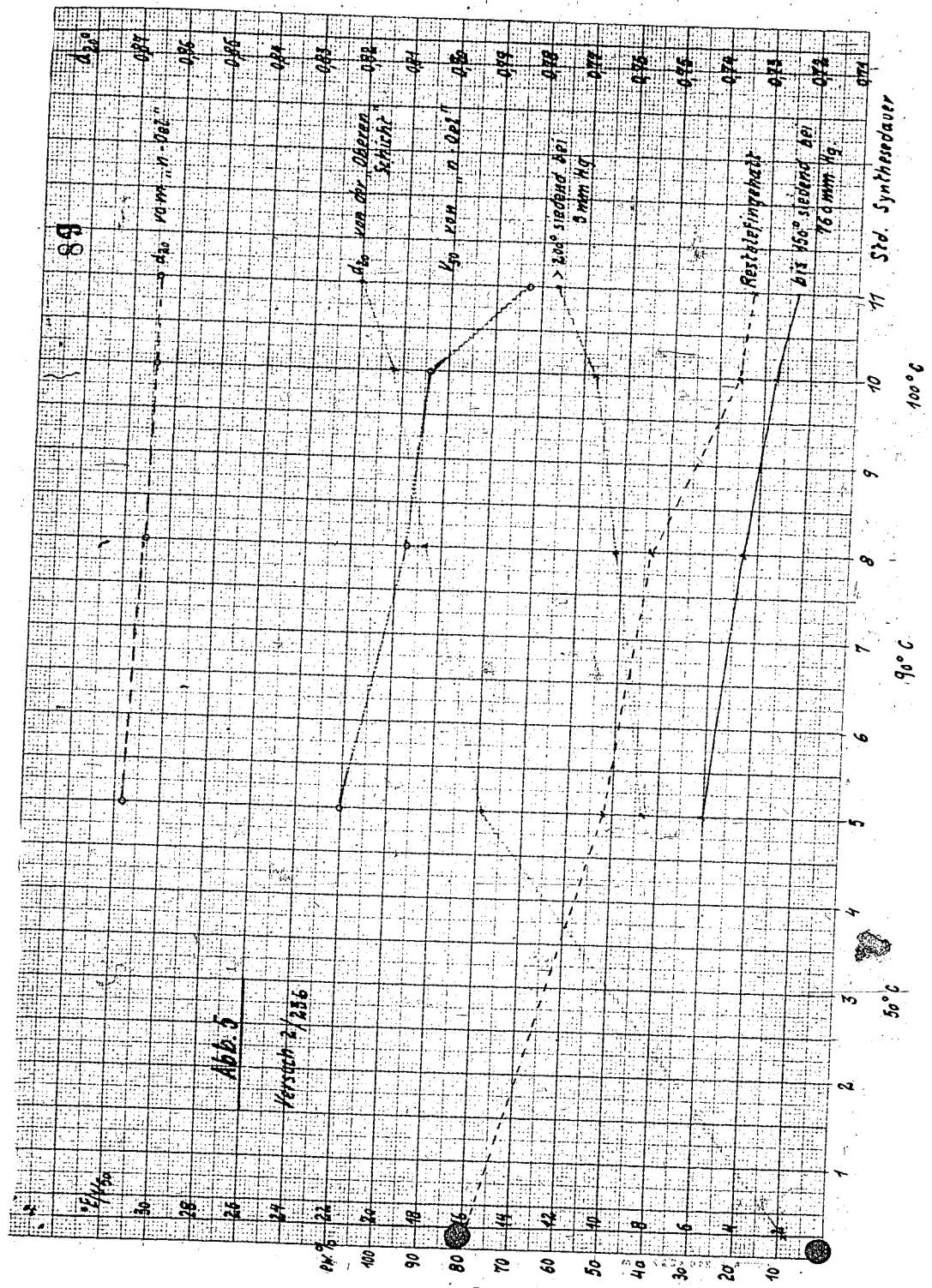


Abb. 5

Versuch 2/256

100%

0%

98

96

94

92

90

88

86

84

82

80

78

76

74

72

70

68

66

64

62

60

58

56

54

52

50

48

46

44

42

40

38

36

34

32

30

28

26

24

22

20

18

16

14

12

10

8

6

4

2

0

100

98

96

94

92

90

88

86

84

82

80

78

76

74

72

70

68

66

64

62

60

58

56

54

52

50

48

46

44

42

40

38

36

34

32

30

28

26

24

22

20

18

16

14

12

10

8

6

4

2

0

100

98

96

94

92

90

88

86

84

82

80

78

76

74

72

70

68

66

64

62

60

58

56

54

52

50

48

46

44

42

40

38

36

34

32

30

28

26

24

22

20

18

16

14

12

10

8

6

4

2

0

100

98

96

94

92

90

88

86

84

82

80

78

76

74

72

70

68

66

64

62

60

58

56

54

52

50

48

46

44

42

40

38

36

34

32

30

28

26

24

22

20

18

16

14

12

10

8

6

4

2

0

100

98

96

94

92

90

88

86

84

82

80

78

76

74

72

70

68

66

64

62

60

58

56

54

52

50

48

46

44

42

40

38

36

34

32

30

28

26

24

22

20

18

16

14

12

10

8

6

4

2

0

100

98

96

94

92

90

88

86

84

82

80

78

76

74

72

70

68

66

64

62

60

58

56

54

52

50

48

46

44

42

40

38

36

34

32

30

28

26

24

22

20

18

16

14

12

10

8

6

4

2

0

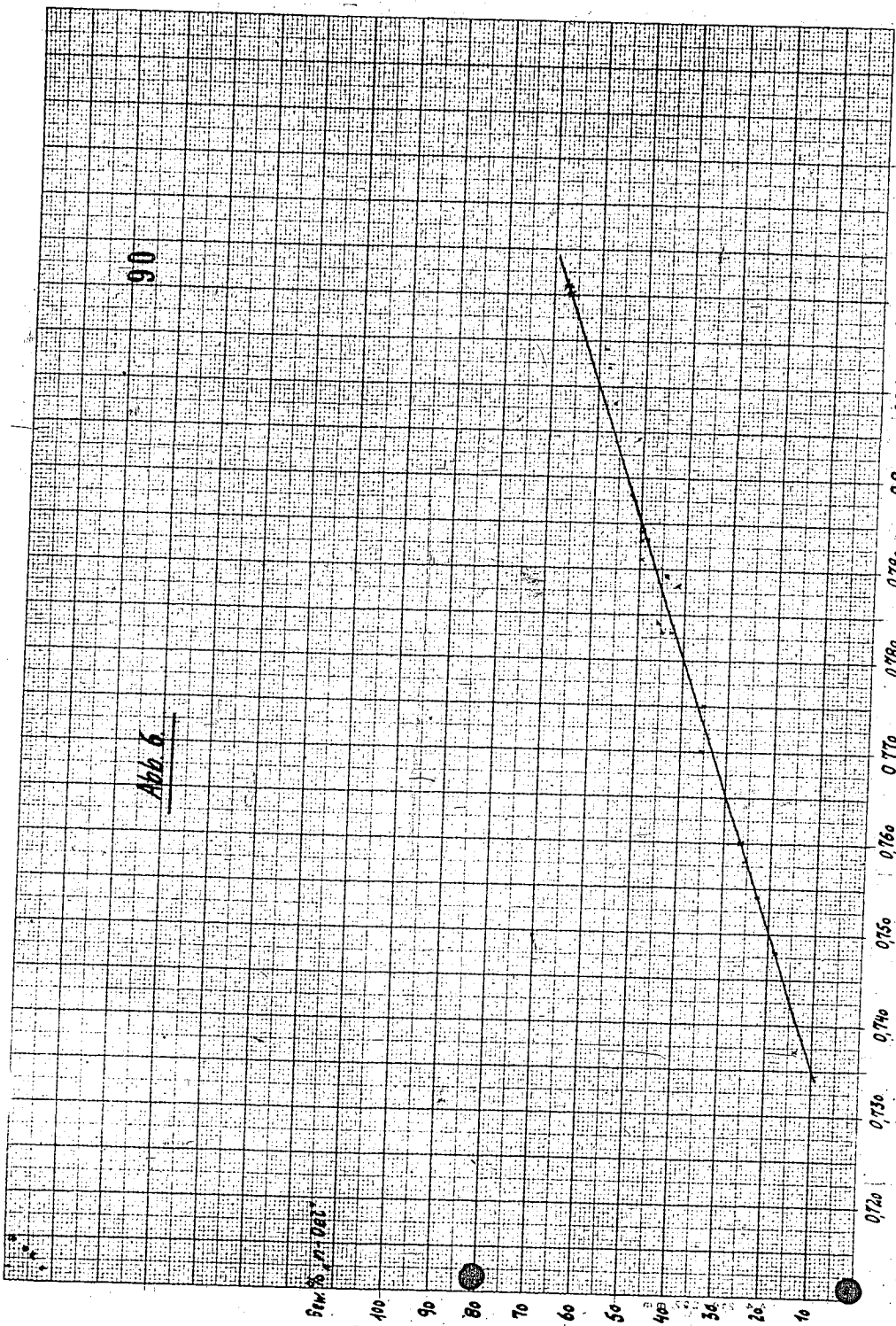


Abb. 5

90

Oberer Schicht