

Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten
Abt. HL/Goertz.

den 25. Januar 1938.

1132
31.1.38.

- Herrn Professor Martin,
- " Dr. Hagemann,
- " Direktor Alberts,
- " Direktor Waibel,
- " Dipl. Ing. Wilke,

2. Bericht über einen Bilanzversuch im Schmierölversuchs-
betrieb (7. Versuch).

Als Kogasinausgangsfraction wurde ein von 220 bis 320°C siedendes "Dieselöl" verwendet. Die Auswertung der Crackung ist in diesem Bericht im einzelnen nicht angeführt. Im folgenden sind nur die erhaltenen Crackprodukte zusammengestellt.

Trockenbenzin (= stabiles Crackbenzin nach der Trocknung mit Chlorcalcium)	5210.0 kg
Kondensatbenzin (= Anteil aus der 1. Kompressorstufe 6 atü bei 100°C)	1280.5 "
Gesamt-Crackbenzin = 75 Gew.% d. Crackprod.	6490.5 kg
Gasol = 11.2 " "	962.8 "
Abgas = 13.2 " "	1145.3 "
Asphaltrückstand = 0.6 " "	51.5 "
Gesamtmenge der Crackprodukte	8650.1 kg

Von dem Gesamtbenzin in der Menge von 6490.5 kg wurden nur 5841 kg in die Synthese eingesetzt. Der restliche Anteil verteilt sich im Arbeitsgang wie folgt:

in Synthese eingesetzt	5841.0 kg
in den Trockentürmen verblieben	398.0 "
als Schutzschicht auf Kontaktschicht am Ende des Versuches	142.0 "
als Rest im Tankfass	19.0 "
abgedampft, im NH ₃ -Kühler aufgefangen	3.0 "
Summe der Anteile	6403.0 kg

Bei der Lagerung des Benzins ist ein Verlust von 87 kg festzustellen.

Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holtten

In 27 Chargen wurden 5841 kg Crackbenzin eingesetzt. Erhalten wurden

an ungebleichter oberer/Schicht	5697 kg
am KW-stoffanteil in Kontaktöl (ohne $AlCl_3$)	133 "
	<hr/>
5830 "	
als unangewiesener Verlust bei der Synthese gleich 0.2 Gew.% der Einsatzmenge	11 "
	<hr/>
Einsatzmenge	5841 kg

In die Entchlörung wurden 5725 kg eingesetzt. Diese Menge von 5725 kg ist aus dem Grunde 28 kg höher als die hergestellte Menge der ungebleichten oberen Schicht, weil zum Anmischen von Zinkoxyd und Tonsil vor dem Ansetzen jeder Charge einige Kilogramm mehrmals eingesetzt werden. Erhalten wurden

an entchlörtem Filtrat	5546 kg
am KW-stoffanteil in Entchlörungsschlamm (ohne Festsubstanz)	103 "
	<hr/>
	5749 kg

Bei der Entchlörung trat kein Verlust auf.

In die Rohöldestillation wurden 5618 kg eingesetzt. Es fielen an

an Benzin I bis $150^{\circ}C$	261 kg
an Benzin II über $150^{\circ}C$	1065 "
an Rohöl	4162 "
an gasförmigen Bestandteilen (C_4 -Fraktion hauptsächlich enthaltend, Litergewicht 1.4)	50 "
	<hr/>
Gesamtdestillationsprodukte	5538 "
als unangewiesener Verlust bei der Destillation gleich 1.4 Gew.% der Einsatzmenge	80 "
	<hr/>
Einsatzmenge	5618 kg

Vakuumdestillation des Rohöles.

In diesem Versuch wurde das Rohöl in den aufgestellten Apparaten der beiden Systeme 1. der Lurgi und 2. der pipe-still-Destillation (wie sie im Hauptlabor entwickelt wurde) destilliert. Die Ergebnisse sind in folgenden Tabellen zusammengestellt:

- a) In die Lurgiapparat wurden eingesetzt: 1422 kg Rohöl mit einer Viscosität V_{50} von $4.5^{\circ}E$ und einem Flammpunkt von $150^{\circ}C$.

Fraktion	Menge kg	Gew. % vom Einsatz	Beschaffenheit		Ölkartei-Nummer der Produkte mit Vollanalysen.
			V ₅₀	Flpkt.	
Kernfrak.	203.5	14.25	1.4 ⁰ E	140 ⁰ C	---
1. Frakt.	207.0	14.5	2.01	186	1227
2. "	222.0	15.6	3.2	214	1228
3. "	320.0	22.5	7.05	250	1233
Rückstd.	401.0	28.2	33.8	300	1234
Frakt. + Rückstd.	1353.5	95.4			
Rohölverl. im Filter	45.5	3.3			
Verlust	23.0	1.6			
Einsatz- menge	1422 kg	100 %			

b) In der Pipe-stilé-Apparatur wurden eingesetzt: 2725 kg
Rohöl.

Frakt.- bezeichnung	Menge kg	Gew. % vom Einsatz	Beschaffenheit		Ölkartei-Nummer der Produkte mit Vollanalysen.
			V ₅₀	Flpkt.	
Öldestil- lat I	782	28.7	1.9 ⁰ E	150 ⁰ C	---
Rückstd. I	1915	20.2	10.5	230	1226
	2697				
Verlust	30	1.1			
	2725 kg	100 %			
Öldest. I Einsatz	782				
Öldestil- lat II	475	60.8	1.5 ⁰ E	140 ⁰ C	---
Rückst. II	308	39.4	3.75	190	---
	783	100.2			

Die Lurgi-Vorfraktion und das Öldestillat II aus der pipe-
stilé-Destillation enthalten über 370⁰C siedende Anteile, die als
Schmieröl anzusprechen sind, in folgender Menge:

Öldestillat II	200 kg
Vorfraktion der Lurgi-Destillat.	53 "
zusammen	253 kg

Ruhrchemie Siedeanalyse von Oldestillat II. Die Siedeanalysen wurden durch
 Oberherg. Probdestillation im Vacuum bei 5 mm Hg ausgeführt. Die Daten
 wurden auf Barometerstand umgerechnet.

Siedebeginn 180°C

bis	300	1.6 Vol%	
"	320	4.0 "	
"	345	25.0 "	, 24.4 Gew. %
"	370	59.0 "	, 57.9 "
Über	370		42.0 "

Der Olanteil über 370°C hat folgende Daten:

Dichte bei 20°C 0.849
 Viscosität bei 50° 3.30°E
 Flammpunkt 205°C

Siedeanalyse von Lurgi-Vorfraktion.

Siedebeginn 205°C

bis	230	1.2 Vol%	
"	270	6.4 "	
"	320	24.4 "	
"	345	46.4 "	, 42.9 Gew. %
"	370	76.4 "	, 74.1 "
Über	"		25.8 "

Der Olanteil über 370°C hat folgende Daten:

Dichte bei 20°C 0.842
 Viscosität bei 50° 3.50°E
 Flammpunkt 210°C

Rechnet man die Ölmengen, die in den beiden Vorfraktionen
 enthalten sind, zu den destillierten Ölen dazu, so ergeben sich
 folgende Zusammenstellungen:

a) für die Lurgi-Destillation:

Menge d. Fraktion	Art des Öles	Ölkartei Nr.	Beschaffenheit		Proz.-Aufteilung des Schmierölanteiles a dest. Rohöl (1204 kg)
			V50	Flpkt.	
207.0 kg	Spindel- 81	1227	2.01°	186°	17.2 Gew. %
222.0 "	Leicht- 81	1228	3.2	214	18.5 "
53.0 "	"		3.5	210 x)	4.4 "
321 "	Mittel- 81 1	1233	7.05	251	26.6 "
401.0 "	Schwer- 81 2	1234	33.8	298	33.3 "

1204.0 kg Schmierölanteil des Rohöles
 = 89% der dest. Rohölmenge 100.0 Gew. %

x) Diese Analysendaten stammen von den Ölproben, die in der Glas-
 apparatur bei der Probdestillation erhalten wurden

1204.0 kg Schmierölanteil des Rohöles
= 89 % der dest. Rohölmenge
150.6 " unter 370°C siedender Anteil
= 11 % der dest. Rohölmenge

1354.5 kg destillierte Rohölmenge
45.5 " Rohölrest im Filter
22.0 " Destillationsverlust

1422.0 kg Einsatzmenge

b) für die pipe-stilé-Destillation:

Menge d. Fraktion	Art des Öles	Ölkartei-Nr.	Beschaffenheit V ₅₀	Flpkt.	Proz. Aufteilung des Schmierölanteiles v. dest. Rohöl (2423 kg)
200.0 kg	Leichtöl	--	3.3°	205° x)	8.2 Gew. %
308.0 "	"	--	3.75	190	12.7 "
1915.0 "	Mittelöl	1226	10.5	230	79.1 "

2698.0 kg Schmierölanteil des Rohöles
= 89.6 % der dest. Rohölmenge
275.0 " unter 370°C siedender Anteil
= 10.4 % der dest. Rohölmenge

2698.0 kg destillierte Rohölmenge
27.0 " Destillationsverlust (1.0%)

2725.0 kg Rohöleinsatz

Aus dem Rohöl sind noch 90 % als Schmieröl zu gewinnen.

In folgenden Tabellensind die Analysendaten der Lurgi-destillationsprodukte getrennt von pipe-stilé-Destillationsölen aufgeführt:

Ölkartei-Nr.	1227	1228	1233	1234	
Dichte bei 20°	0.833	0.841	0.851	0.865	Öle aus der Lurgi-Destillation.
Visc. bei 50°	2.01°	3.16°	7.05°	33.8°	
Visc. Polhöhe	1.83	1.85	2.03	1.97	
Flammpunkt	186°C	214°C	251°C	298°C	
Neutralis.-Zahl	0.017	0.029	0.029	0.057	
Verseifgs.-Zahl	0.114	0.114	0.114	0.114	
Ölkartei-Nr.	1226	Leichtöl-Rohöle (Rückst. '81 II)			
Dichte bei 20°	0.849	0.849			Öle aus der pipe-stilé-Destillation
Visc. bei 50°	10.48°E	3.75°E			
Visc. Polhöhe	1.81	1.82			
Flammpunkt	230°C	190°C			
Neutralis.-Zahl	0.029	0.018			
Verseifgs.-Zahl	0.117	0.108			

A/5 50099 XII 37

Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten

Die Flammpunkte der Produkte aus der Lurgi-Destillation liegen gegenüber denen aus der pipe-stile-Destillation höher, während die Viscositätspolhöhen der Öle aus der letzteren Destillation im Vergleich zu den Motorenölen aus der Lurgi-Apparatur günstiger ist.

Die n-Öle der Probedestillationen (gleich den über 370°C siedenden Anteilen) ergeben im Durchschnitt eine Viscosität bei 50°C von 7.8°E. Bestimmt man mit Hilfe des Mischungsdiagramms nach Ubbelohde die Viscosität der Mischöle aus den pipe-stile- und den Lurgi-Destillationsprodukten, so ergibt sich im

1. Fall eine Viscosität von 8.1°E und im
2. Fall eine Viscosität von 7.4°E.

Im Mittel stimmen die Daten mit dem entsprechendem Wert der Probedestillationen überein. Wichtig ist, dass das gesamte anfallende Schmieröl als Automotorenöl von einer Viscosität um 8°E bei 50°C in Rechnung zu setzen ist. Dieselöl lässt sich entsprechend der ausgeführten Lurgi-Destillation

- zu einem Drittel in ein Kompressorenöl,
- zu einem Viertel in ein Automotorenöl (Winteröl),
- zu einem Viertel in ein leichtes Maschinenöl

überführen, der Rest von rund 17 % fallen als Spindelöl an, das z.B. zur Schmierfetherstellung verwendet werden kann.

Ausbeute an Öl.

Aus 4162 kg Rohöl lassen sich bei vollständiger Aufarbeitung 3667 kg Öl gewinnen (1204 kg Öl Lurgidestillation plus 2433 kg pipe-stile-Destillation plus 40 kg Öl aus Rohöl-Rest). Auf 5841 kg Crackbenzin bezogen entspricht diese Ölmenge einer Ausbeute von 62.7 Gew.%. Von den Probedestillationen der oberen Schichten aus den einzelnen Synthesechargen ergibt sich als Durchschnittswert eine Ölausbeute von nur 60.5 %. Rechnet man mit der Crackbenzinmenge von 6490 kg, so erhält man bei gleicher Ausbeute eine Ölbildung von 4070 kg Öl. Auf 3650 kg Kogasin (ohne Crackverluste gerechnet) bezogen findet man in Übereinstimmung mit dem unter gleichen Bedingungen ausgeführten Versuch 6 eine Ausbeute von 47 %.

Zusammenstellung der bei der Ölherstellung erhaltenen Produkte
zur Bestimmung des Arbeitsverlustes.

Kontaktöl	133 kg
KW-Stoffe im Entchlörungs- schlamm	103 "
Benzinfraktion I	261 "
" II	1065 "
gasförmige Bestandteile der Destillation	50 "
Ölmenge der Lurgi-Destillation	1204 "
" " pipe-stilö-Destill.	2423 "
Rohölrest im Filter	45 "
Über 370 C siedender Anteil) (Dieselkraftstofffraktion))	275 "
	151 "
<hr/>	
Gesamtmenge der Produkte	5710 kg

Der Arbeitsverlust bei der Herstellung der Öle beträgt 131 kg gleich 2.25 %. In dieser Aufstellung ist die Ölbleichung nicht mit enthalten, da die destillierten Öle zum Teil später gebleicht werden.

Menge der Hilfsstoffe.

In den 27 Chargen wurden 39 kg $AlCl_3$ verwendet, auf Crackbenzin bezogen entspricht diese Menge 0.67%. Das Verhältnis $AlCl_3$ zu Schmieröl beträgt 1 zu 94.

Für die Entchlörung wurden 34 kg Tonsil und 34 kg Zinkoxyd verbraucht. Auf Öl bezogen wird 0.92 % Zinkoxyd angewandt.

Die Bedingungen in der Synthese.

Während der Reaktionszeit von 11 Stunden wurde die Reaktionstemperatur 3 Stunden lang auf $50^{\circ}C$,
2 " " " $80^{\circ}C$ und
6 " " " $100^{\circ}C$ eingestellt.

Mit Ausnahme von 3 Chargen wurde auf Crackbenzin bezogen 0.5 Gew.% $AlCl_3$ eingesetzt (s. Menge der Hilfsstoffe).

