

Ruhrchemie Aktiengesellschaft

A 5/5a 50000 VI 37

Oberhausen-Holten, den 9. November 1937

Verw. III.

Tgb. Nr. 668

Cing. 12.11.37

Herrn Prof. Martin,
 Herrn Dir. Alberts,
 Herrn Dir. Waibel,
 Herrn Dipl.-Ing. Wilke,
 Herrn Dr. Kolling

je besonders.

Betr.: Bericht über einen Bilanzversuch im Schmieröl-
 versuchsbetrieb.

Von einem Versuch im Schmierölversuchsbetrieb sind im
 folgenden die vom Kogasin bis zum fertigen Öl enthaltenen Zahlen-
 werte bilanzmässig zusammengestellt:

Versuch A.V.6. Krackanlage: 220° bis 320° C siedendes „Dieselöl“
 von RB bezogen als Einsatz: 9546 kg
 Trockenbenzin=stabiles Krackbenzin
 nach Ca Cl₂ Turm 5895 kg 65,0 %
 Kondensatbenzin=aus der 6. stü
 Kompr. Stufe bei 10° 978 kg 10,8 %
 Gasöl 1011 kg 11,2 %
 Gesamtbenzin 6873 kg
 bei der Krackung erhalten Abgas 1088 kg 12,1 %
 = 75,8 % des Einsatzes. Krack=Ashaltrückstand 81 kg 0,9 %
 gesamte Krackprodukte 9053 kg 100,0 %

493 kg Verlust beruht zum grossen Teil
 auf Fehler im Messen der Einsatzmengen.

In Synthese wurden in 31 Chargen eingesetzt: 6874 kg
 Erhalten wurden an ungebleichter oberer Schicht 6540 kg
 an Kontaktöl (ohne AlCl₃-Gehalt) 90 kg
 Verlust (siehe Bemerkung über Verluste) 244 kg
 Einsatz 6874 kg

In Entchlörung wurden neu eingesetzt 6366 kg
 Auf Lager verblieben an ungebleichter oberer Schicht 205 kg
 Erhalten wurden an entchlörtem Filtrat 6571 kg
 Im Entchlörungsschlamm waren enthalten 6285 kg
 (ohne Festsubstanz) 76 kg
 Verlust 5 kg
 Einsatz 6366 kg

In Rohöldestillation wurden eingesetzt an
entöhlter oberer Schicht

1. Fraktion (Benzin I bis 150°C)	6307 kg
2. Fraktion (Benzin über 150°C)	275 kg
Rohöl	1274 kg
Verlust	4632 kg
	<u>126 kg</u>
	6307 kg

In Vakuumdestillation (der Lurgi-Apparatur)
wurden an Rohöl eingesetzt

als Rest an Rohöl verblieben (nicht eingesetzt)	4579 kg
	<u>42 kg</u>
Gesamt Rohöl	4621 kg

Die Destillation wurde auf 2 verschiedene Weisen durch-
geführt: einmal wurde nacheinander aus dem Destillat der je-
weils vorher durchgeführten Destillation ein bestimmter Öl-
anteil als Rückstandsöl abgetrennt, das 2. Mal wurde ver-
sucht, durch einmalige Destillation den gesamten Ölanteil
aus dem Rohöl zu gewinnen. (Fall 2 unter "Ausbeute an Öl".)

	1. Destillation	2. Destillation	3. Destillation
Einsatz	4579 kg Rohöl	1110 kg Destil-	308 kg Destil
Rückstand	3412 kg	264 kg lat I	286 kg lat II
Destillat	1110 kg	308 kg	514 kg
Rest im Filter	41 kg	16 kg	11 kg
Verlust	16 kg	22 kg	+ 3 kg
	<u>4579 kg</u>	<u>1110 kg</u>	<u>308 kg</u>

Zusammenstellung der Gesamtdestillation.

		‰ vom Gesamtöl, Einsatz	von Einsatz	Durchschnitts- Viscosität und Flammpunkt	Öl-Fraktion Nummer
Rückstandsöl I	3412 kg	74,5)	3962 kg	7,5-10 ^o E über 225 ^o C	(1210 1211)
II	264 kg	5,8)		2,5-3,3 ^o E über 205 ^o C	1218
III	286 kg	6,2)	36,5 %	1,8-2,0 ^o E über 180 ^o C	1224
Öl-Destillat III	514 kg	11,2			
Rest im Filter	68 kg	1,5			
Gesamtverlust	35 kg	0,8			
<u>4579 kg</u>		<u>100 %</u>			

Zur <u>Ölbleichung</u> wurden eingesetzt	3478 kg
Anfall von gebleichtem Öl	3391 kg
Ölanteil im Ölkuchen (ohne Festsubstanz)	68 kg
Verlust beim Bleichen	19 kg
	<u>3478 kg</u>
noch nicht gebleichtes Öl auf Lager	476 kg
	<u>3954 kg</u>

Zusammenstellung zur Festimmung des gesamten Verlustes bei der
Ölherstellung.

Benzin I	275 kg	
Benzin II über 15 ^o C	1274 kg	
K-W-stoffe im Entchlorungsschlamm)	76 kg	
K-W-stoffe im Kontaktöl	90 kg	
Rest im Rohöl	42 kg	Gesamtmenge
Destillat III	514 kg	an K-W-stoffen 6479 kg
Rest im Filter	68 kg	<u>Verlust 395 kg</u>
Ölanteil im Ölkuchen	68 kg	Einsatz an 6874 kg
gebleichtes Öl auf Lager	3391 kg	Krackbenzin in
ungebleichtes Öl auf Lager	476 kg	Synthese
	<u>6479 kg</u>	

+) Die im Entchlorungsschlamm (76 kg) und im Ölkuchen (68 kg) enthaltenen Kohlenwasserstoffe können zu 90 % durch Extraktion gewonnen werden.

Der Hauptanteil des Verlustes trat bei der Synthese in einer Menge von 244 kg auf. Dieser Verlust war bedingt durch Undichtigkeiten in der Stopfbüchse (Versuch mit Simmerring) und durch ungenaues Messen von Kondensatbenzin beim Füllen der Synthesekessel. Sieht man von diesen Unzulänglichkeiten ab, die für die nächsten Versuche beseitigt wurden, so verringert sich der Verlust auf 150 kg. Der grösste Teil ist bei der Rohöldestillation durch unvollständige Kondensation der leichtsiedenden Fraktion entstanden. In einer grösseren Anlage ist dieser Verlust gering, (s. bei der Zusammenstellung der erhaltenen Produkte) da es sich dort lohnt, diese Gasfraktionen zu gewinnen.

Ausbeute an Öl.

Für die Öl-Ausbeute ergibt sich aus den Probedestillationen der einzelnen Chargen im Labor bei 5 mm bis 200° im Dampf gemessen ein Durchschnittswert von 62,2 % mit einem Öl von einer V_{50} von 7,35°E (V.P.H. 1,85) (67,0 % sieden über 180°C bei 5mm Hg). Auf Kogasin gerechnet ohne Berücksichtigung der zufälligen Verluste in der Krackanlage ergibt sich aus den Laborbestimmungen eine Öl-Ausbeute von 47 %.

Die durch Anfarbeitung betrieblich wirklich gewonnene Ölmenge ist 3962 kg. Rechnet man das Öl dazu, das ausserdem noch anfiel, nämlich

130 kg aus dem ungebleichten Rest der oberen Schicht

58 kg aus dem undestillierten Rohöl vom ~~KUNSTSTOFF~~
Lurgidestillationsfilter und

36 kg aus dem undestillierten Rohöl-Rest, so ergibt sich eine Gesamtölmenge von 4186 kg. Die Probedestillation des Öldestillates III (siehe unten) hat ergeben, dass davon noch 13 % über 200°C bei 5 mm Hg sieden, also 13 % n-Öl enthalten sind. Aus den 514 kg Öldestillat lassen sich daher noch 67 kg Öl gewinnen, damit erhöht sich die Gesamtölmenge auf 4253 kg. Die Ausbeute an Öl, auf 6874 kg Krackbenzin bezogen, beträgt 62 %, auf 9053 kg Kogasin bezogen 47 % in Übereinstimmung mit den oben angegebenen Werten, die sich aus den Durchschnittsproben im Labor ergeben.

Eine Übereinstimmung findet sich auch in der Viscosität des Öles. Mischt man die bei der Aufarbeitung erhaltenen Öle im Anfallverhältnis (43 % Öl 1210, 43 % Öl 1211, 6,7 % Öl 1218, 7,3 % Öl 1224), so erhält man ein Öl mit einer V_{50} von $7,37^{\circ}E$ und einem Flammpunkt von $229^{\circ}C$ (s. bei n-Öl $V_{50} = 7,35^{\circ}E$).

Die folgenden in der Lurgi-Destillationsapparatur durchgeführten Probedestillationen des Rohöls zeigen, dass das Rohöl bis zu 90 % direkt in ein Autoöl überführt werden kann (Durchschnittswert 89 %).

kg Einsatz	$^{\circ}C$ Temp.	Vak. mm Hg	Gew.-% Rückstand	$^{\circ}E$ V_{50}	$^{\circ}C$ Flpkt.	kg/h Dampf	kg Dampf/ 100 kg Öl-Dest.
80	165°	3 mm	87,8	7,89	232°	3,0	13,1
71	165°	3 mm	90,1	7,81	228°	2,75	19,6

Das gleiche Verhältnis Rohöl zu Gesamtschmieröl ergibt sich aus den gewonnenen bzw. zu gewinnenden Ölmengen:

Rohöl:	Gesamtöl:
gewonnene Menge 4632 kg	
aus 205 kg obere Schicht 150 kg	4253 kg
Gesamtrohöl 4782 kg	Verhältnis 100 : 89

Menge der Hilfstoffe.

In den 31 Chargen wurden 34 kg $AlCl_3$ verwendet; diese Menge entspricht auf Krackbenzin 0,5 %. Das Verhältnis $AlCl_3$ zu Öl beträgt 1 zu 125.

Für die Entchlorung wurden 40,5 kg Zinkoxyd und 40,5 kg Tonsil eingesetzt. An Tonsil waren ausserdem 102 kg für die Ölbleichung notwendig. Nach vollständiger Ölbleichung stellt sich der gesamte Tonsilverbrauch auf 167 kg gleich rund 4 % auf Gesamtöl bezogen.

Beschaffenheit der erhaltenen Kohlenwasserstoffe.

1) Benzinfraktion I.

Das bei der Rohöldestillation bis $150^{\circ}C$ abdestillierte

Restbenzin hat folgende Daten: $D_{20} = 0,708$; Olefingehalt 14 Vol%; Siedeanalyse: Siedebeginn 37°C .
20 Vol% bis 57°C , 40 Vol% bis 80°C , 58 Vol% bis 100°C ,
75 Vol% bis 119°C , 95 Vol% bis 160°C .

Der Klopffwert des Benzins ergibt sich aus folgenden Werten der Fraktionen:

	D_{20}	Olefingehalt	Oktanzahl nach Rese- arch Methode
Fraktion bis 100°C	0,694	19 %	56 O.Z.
bis 120°C	0,698	18 %	53 "
bis 140°C	0,702	18 %	51,5 "

2) Benzinfraktion II.

Bei der Rohöldestillation sind durchschnittlich bis 180°C bei 20 mm Hg (entsprechend 300°C) das Restbenzin als Benzin II abdestilliert. Die Durchschnittsprobe hat folgende Daten: $D_{20} = 0,739$; Olefingehalt 8 Vol%; Siedeanalyse: Siedebeginn bei 75°C ; bis 140°C 3,8 Vol%, bis 160°C 8,8 Vol%, bis 180°C 29 Vol%, bis 200°C 68 Vol%, bis 220°C 85 Vol%, bis 260°C 97 Vol%.

3) Öldestillat III.

Das in der Lurgidestillation gewonnene Destillat hat folgende Siedelage: (Bestimmung durch Vakuumdestillation bei 3 mm Hg) Siedebeginn bei 200°C ; bis 250°C 0,6 Vol%, bis 280°C 8 Vol%, bis 300°C 19,5 Vol%, bis 330°C 36 Vol%, bis 350°C 61 Vol%, bis 370°C 86 Vol%, (Über $370^{\circ}\text{C} = 200^{\circ}\text{C}$ 5 mm Hg rechnet als n-Öl) bis 380°C 97 Vol%. Die Dichte ist 0,815, der Stockpunkt $-58,5^{\circ}\text{C}$ (1).

4) Schmieröl.

Von den 3962 kg bei der Lurgidestillation angefallenen Ölen wurden 86 Gew% (3412 kg) als Rückstandsöl 1 erhalten, das zu fast gleichen Teilen in 2 Öle mit den Ölkartei-Nummern 1210 und 1211 gemischt wurde.

Analysen von	1210	1211
D ₂₀	0,853	0,851
V ₅₀	9,4 ^o E	9,0 ^o E
V.P.H.	1,84	1,75
V. Index	100	105
Stokpkt.	- 35 ^o C	- 40 ^o C
Flpkt.	251 ^o C	246 ^o C
N.Z.	0,015	0,011
Vers.Z.	0,049	0,056
Ramsbottom	0,068	0,070
Emulgierbarkeit	em. nicht	em. nicht
Druckfestigkeit	270 kg/cm ²	270 kg/cm ²

Die Analysen der beiden Leichtölfractionen ergaben folgende Werte:

	Öl 1218	Öl 1224
D ₂₀	0,840	0,830
V ₅₀	3,54 ^o E	1,993 ^o E
V.P.H.	1,9	1,60
Flpkt.	221 ^o C	187 ^o C
Emulgierbarkeit	em. nicht	em. nicht

5) Zurückbleibende Krackprodukte:

a) Gasol. Die durchschnittliche Zusammensetzung ist:

C₂H₄ 26 %, C₃H₆ + C₄H₈ 47 %, C_nH_{2n+2} 40 %, Inert-Gas (N₂, H₂, CO, O₂) 1,0 %, C-Zahl 2,7.

b) Abgas. Die Analyse ergibt im Durchschnitt folgende

Zahlen: C₂H₄ 26 %, C₃H₆ (+ C₄H₈) 15 %, C_nH_{2n+2} 54 %, Inert-Gas 5 %. C-Zahl 1,63.

c) Asphaltückstand. Folgende Durchschnittswerte:

D₂₀ vom Gesamtprodukt 0,84
Siedebeginn 255^oC, 20 Vol% Siedepunkt bei 300^oC
50 Vol% bei 340^oC
90 Vol% bei 360^oC

Dichte D₂₀ der letzten 50 % 0,89

D₂₀ der letzten 10 % 0,995

Zusammenstellung der erhaltenen Produkte.

Rechnet man mit einem Krackeinsatz von 9053 kg, so ergibt sich folgende Aufteilung:

		% der Gesamtmenge	
Krackgasol	1011 kg	11,2 %	
Abgas	1088 kg	12,0 %	
Asphaltrückstand	81 kg	0,9 %	
Benzin I	284 kg	3,1 %	
Benzin II	1315 kg	14,5 %) 19,6 %
Öldestillat	461 kg	5,1 %	
K-W-stoffe im Kontaktöl	90 kg	1,0 %	
zu extrahierende K-W-stoffe aus Entchlörungschlamm	76 kg	0,8 %	
Gesamtöl	4253 kg	47,0 %	
Verlust bei der Ölherstellung	394 kg	4,4 %	
Gesamtmenge	9053 kg	100,0 %	

Nach dem Durchschnittswert der Probedestillationen der 31 Chargen ist mit einem Anfall von 475 kg Benzin I (gleich 5,25 % der Kogasinsmenge) zu rechnen. Der Hauptanteil des Arbeitsverlustes besteht nach dieser Aufstellung aus Benzin I.

Die Menge des Benzin II und des Öldestillats (19,6 % der Ausgangsmenge) lässt sich bei einer Durchführung einer Zweitkrackung nach dem Ergebnis eines entsprechenden Versuches wiederum bis zu 34 % auf Schmieröl verarbeiten, so dass in diesem Falle mit einer Gesamtölausbeute von 4850 kg gleich 53,5 % des Ausgangskogasins zu rechnen ist.

Goethel

Hansen