

TITLE PAGE

66. Besprechungsbericht über die in Op. (Dr. Klein)  
ausgearbeitete Krackung mit Al Cl<sub>3</sub>.  
Consultation report on the cracking process  
(Dr. Klein) worked out at Op with Al Cl<sub>3</sub>.

Frame Nos. 385 - 388

Hochdruckversuche  
Lu 558

9. August 1941  
14. August 1941 Hr/R

*J. f. Peters*  
*Stu* *W* *et*

Besprechungsbericht über die in Op (Dr. Klein)  
ausgearbeitete Krackung mit Al Cl<sub>3</sub>.

385

Ort der Besprechung: Lu 558

Zeit: 9.8.1941 10<sup>20</sup>

Anwesend:

Dr. Klein, Op (KW-Versuche)

Dir. Dr. Pier

Frl. Dr. Höring } zeitweise

Dr. Donath

Dr. Free

Hochdruckversuche

Herr Dr. Klein berichtete über seine Versuche zur Krackung H<sub>2</sub>-reicher Erdölfraktionen mit Al Cl<sub>3</sub>. Statt des z.B. von der Gulf Refining Corp. benutzten wasserfreien Al Cl<sub>3</sub> wurde ein teilweise hydrolysiertes oder mit NH<sub>3</sub> behandeltes Al Cl<sub>3</sub> angewandt, dessen Herstellung durch 15 Min. langes Liegenlassen einer dünnen Schicht von Al Cl<sub>3</sub> an der Luft bei einem Taupunkt von 14°C erfolgte. Die entsprechende Behandlung mit NH<sub>3</sub> geschieht durch Hebensinanderlagern von mit NH<sub>3</sub> beladenen Silikagel und Al Cl<sub>3</sub>. Wasser- bzw. NH<sub>3</sub>-Bestimmungen in vorbehandeltem Al Cl<sub>3</sub> sind nicht gemacht worden.

Verarbeitet wurde eine von 300 bis 400° siedende Fraktion von Eruchsaler Öl, die nach A-hydrierung der darin enthaltenen weniger Olefine das äusserst niedrige spez. Gewicht von 0,820/20° hatte (13,4% H<sub>2</sub>).

1000 cc dieser aufhydrierten Fraktion wurden nach Zusatz von 104 g Al Cl<sub>3</sub> (H<sub>2</sub>O-haltig) = 13 Gew.-% im Kolben mit Rückflusskühler erhitzt, wobei die Temperatur bis auf 260°C anstieg. Die bis 200° siedenden Anteile wurden kontinuierlich abgezogen.

Es wurden erhalten aus

1000 cc Einsatz

850 cc Rohbenzin (E=200°)

120 cc Flüssiggas

970 cc

oder gewichtsmässig aus

814 g Einsatz

597 g = 73,1% Rohbenzin

81,4g = 10,0% Flüssiggas

678,4g = 83,1%

Das Flüssiggas besteht im wesentlichen aus Butan (mit ca 80%  $i\text{-C}_4\text{H}_{10}$ ), der Propananteil ist sehr gering. Olefine sind nicht vorhanden.

Der an 100 fehlende Rest von 16,9% besteht aus Trockengas und Koke. Das Trockengas enthält nur sehr wenig  $\text{O}_2$ .

#### Aufarbeitung des Rohbenzins.

Das Rohbenzin wurde auf Dampfdruck 0,49 stabilisiert, wobei sich die Ausbeute auf

59 Gew.% stabilis. Benzin  
+ 12,5 " "  $\% \text{C}_4\text{H}_{10}$

versch. b.:

Das Reinbenzin (E=200°) hatte nur 0,001% S, kein Cl, die Jod-Zahl 0, spez. Gew. = 0,725 und etwa 35 bis 40 % bis 100° siedende Anteile. O.Z. (Motor) = 65, mit 0,1 % Pb = 85.

Wenn man berücksichtigt, dass das Crackbenzin olefinfrei ist, ist die Benzinausbeute gegenüber den üblichen Crackverfahren als hoch zu bezeichnen. Sie bleibt aber weit hinter den Ausbeuten der Hydrierung zurück.

#### Herstellung von L-Benzin.

Bei geringer Änderung der Arbeitsweise, die angeblich zu einer höheren Ausbeute an bis 150° siedenden Anteilen führt, wurden aus 814 g des gleichen Ausgangsöls

872 cc Rohbenzin (E=200°) und

112 cc Flüssiggas erhalten.

Das Rohbenzin wurde in L-Benzin (E=150°) und Schwerbenzin (150-200°) zerlegt. Es wurden bezogen auf Einsatz, erhalten:

59,3 Gew.% L-Benzin (E=150°)

8,7 " " Schwerbenzin 150-200°

12,6 " "  $\text{C}_4$

80,6 Gew.%

Das auf Dampfdruck 0,1 gestellte L-Benzin hatte Jod-Zahl = 0, O.Z. (Motor) = 70, mit 1 cc Pb = 89 und etwa 65 % bis 100° siedende Anteile. Es war praktisch frei von Aromaten und hatte nur wenig Naphthene, muss also in der Hauptsache isoparaffinisch sein. Bei längerem Lagern in Sonnenlicht trat keine Farbänderung ein.

Herr Dr. Klein hält es für wahrscheinlich, dass man bei unveränderter Ausbeute in L-Benzin mit Dampfdruck 0,45 und einer Grundoktanzahl von 71 herstellen kann.

Das Schwerbensen 150-200° ist ebenfalls aromatenfrei, hat aber 50 % Naphthene. Bei Rückführung würde sich dieser Anteil mit entsprechendem Verlust ebenfalls in L-Benzin umwandeln lassen.

Für die Herstellung von L-Benzin muss das Ausgangsöl aufhydriert werden.

Die bisherigen Versuche wurden in Glas- bzw. Eisenkolben von 2 Ltr. Inhalt ausgeführt. Der entstehende Koks setzt sich zusammen mit dem  $AlCl_3$ -Rückständen bei Anwendung eines Rührers gut ab und lagert sich nicht an den Gefäßwänden an. Die Wärmeübertragung würde nach Ansicht von Dr. Klein keine Schwierigkeiten machen. Für die vollständige Umwandlung der verarbeiteten Bruchsaler Ölfraction war eine Reaktionszeit von nur 3 bis 4 Stunden erforderlich. Korrosionserscheinungen an den Eisapparaturen wurden nicht festgestellt.

Für die Krackung kann technisches, eisenhaltiges  $AlCl_3$  zum Preise von RM 0,22/kg verwendet werden. Unter Verzicht auf jegliche Regeneration des  $AlCl_3$  wäre mit einer Belastung von 2,8 Pfennig/kg Einsatzöl zu rechnen (4,1 Pfennig/kg Autobenzin, 4,7 Pfennig/kg L-Benzin bei 59,3 Gew.% Ausbeute).

Der  $AlCl_3$ -Zusatz beträgt 13 Gew.% bezogen auf Einsatz. (Die Gulf Refining Corp. gibt 8 % an). Pro kg Autobenzin wären 190 g  $AlCl_3$ , pro kg L-Benzin (bei 59,3 Gew.% Ausbeute) 220 g  $AlCl_3$  erforderlich.

Regenerationsversuche zur teilweisen Wiedergewinnung des  $AlCl_3$  sind in Op nicht gemacht worden! Herr Dr. Klein hält die Regeneration nur dann für lohnend, wenn eine  $AlCl_3$ -Anlage mit der Krackanlage verbunden wird. Abgabe der Rückstände an eine betriebsfremde Stelle zwecks Aufarbeitung erscheint nicht vorteilhaft.

Außer der zwischen 300 und 400° siedenden Bruchsaler Ölfraction wurde mit noch besserer Ausbeute (weniger Rückstand und Gas) eine Leuchtölfraction verarbeitet, wofür aber keine Zahlen gegeben wurden.

Über  $H_2$ -arme Öle, Kogatinfraktionen und Schwerbensine liegt kein Material vor, doch werden bei  $H_2$ -armen Ölen die Ausbeuten durch erhöhte Koksbildung nach Ansicht von Dr. Klein ungünstiger werden.

Dr. Pier fragt, ob versucht wurde, das  $AlOCl_2$  durch  $HCl$  und  $Al$  (nach früheren Versuchen von Dr. Galle) zu ersetzen.

Dr. Klein verneint dies, glaubt aber, dass man damit wohl ähnliche Ausbeuten erhalten würde.

Dr. Pier schlägt ferner vor,  $H_2$ -arme Öle, sowie einzelne Ölfractionen vom Schwerbenzin bis zu den hochsiedenden Anteilen in die Versuche einzubeziehen, da das  $H_2$ -reiche Bruchsalz Öl keinen Anhalt über allgemein gültige Ausbeuten gibt. Der Hochdruck wird die betreffenden Öle zur Verfügung stellen.

Dr. Klein sagt die Lieferung von etwa 5 Ltr. seines Crackbensins für ID-Versuche zu.

gez. Free