

31. Oktober 1942

1000031

623100 001352

Abt. HL - Ol./Fk.

J. W. P. 11. 123

Herren Professor Martin
Dr. Hagemann
Direktor Alberts
Dr. Goethe

Betr.: Schmierölbildung aus den Restolefinen der Ölsynthese

Bekanntlich werden nach den Erfahrungen des Labors und Betriebes nicht alle olefinischen Kohlenwasserstoffe des Crackbenzins bei der Synthese erfasst; vielmehr bleibt ein geringer Anteil der umgesättigten im Restbenzin zurück, der zwar nur einige wenige Prozente des ungesättigten Ausgangsmaterials ausmacht, da wenig Restbenzin anfällt, dessen Konzentration im Restbenzin jedoch immerhin beachtlich erscheint. Über diese Konzentration macht der Betrieb "Ölanlage" für den Lauf dieses Jahres folgende Angaben:

Ø Olefine im Restbenzin
der Ölproduktion

1942	Januar	9,4 %
	Februar	10,5 %
	März	9,7 %
	April	8,8 %
	Mai	8,6 %
	Juni	7,5 %
	Juli	8,4 %
	August	7,5 %
	September	7,1 %
	Oktober	7,4 %

Veranlasst durch Herrn Professor Martin (Schr. v. 25.8.42) haben wir uns mit der Frage beschäftigt, wie weit die sogenannten Restolefine auch noch zur Schmierölbildung zu bringen sind bzw. welche Qualität das so hergestellte Schmieröl besitzt. -

Aus früheren Orientierungsversuchen des Hauptlabors und Betriebes geht hervor, dass, im Grossen und Ganzen gesehen, die Polhöhe dieses durch Nachpolymerisation gewonnenen Restöles schlechter ist als die des Hauptproduktes. Diese Wertdifferenz wird geringer, wenn es sich um ein olefinreicheres, also primär schlecht ungesetztes Benzin handelt. -

Wir haben noch einmal einige Synthesversuche durchgeführt und sind hierbei von einem Restbenzin ausgegangen, das im Grossbetrieb im Oktober ds. Js. anfiel. Mit einem Olefingehalt von etwa 10 % liegt das Material etwas günstiger als der Betriebsdurchschnitt. Sonstige Analysendaten sind aus Anlage 1 ersichtlich.

Zur Herstellung von Öl wurde dieses Restbenzin gemäss Anlage 2 mehrfach nacheinander

- 1) unbehandelt
- 2) nach Neutralisation mit Natronkalk bei 200°
- 3) nach Neutralisation gemäss 2) und Raffination über Tonerde bei 200°

ohne vorausgegangene Entschlackung mit AlCl₃ polymerisiert.

528100 001353

Wie die Zahlen der Anlage 2 erkennen lassen, werden die Olefine des Restbenzins weitgehend bei der Umsetzung erfasst; ihre Konzentration sinkt von 10 auf 1 - 2 %. Als Produkt entstehen neben etwas Kontaktöl rund 3 % n-Cl und etwas mehr - etwa 4 % - Oldestillat. Die Polhöhe des n-Oles liegt bei 2,5. Die schlechte Qualität dieses Oles bietet also keinen Anreiz zu seiner Gewinnung. Auch erhebt sich die Frage, ob bei einer solch geringen Ausbeute der Aufwand an $AlCl_3$, Entchlorungs-substanzen, Wärme für mengenmässig ungünstige Destillationen nach wirtschaftlich ist.

Ein Nachpolymerisieren erübrigt sich umso eher, je mehr es im Grossbetrieb gelingt, den Gehalt an Restolefinen noch weiter zu senken. Wirft man einen Blick auf das umfangreiche Zahlenmaterial des Versuchslaboratoriums, so sind bei einer einfachen Umsetzung im Rührgefäss, so wie ja auch die Betriebsanlage arbeitet (d.h. Prinzip der Einzelcharge und des Gleichstroms) oft tiefere Zahlen als die anfangs genannten 7 - 8 %, so 4 - 5 % oder noch weniger erreicht worden. Ohne Zweifel zeigen sich aber andere Benzine der Polymerisation nicht so leicht zugänglich; und es bleiben bis 20 % Olefine unverändert.

Der wesentlichste Faktor, der die völlige Erfassung der ungesättigten Kohlenwasserstoffe begünstigt, ist sicher der Einsatz an $AlCl_3$. Folgende Reihe zeigt diese Beziehung deutlich:

Das Ausgangsgerackbenzin hatte 70 % Olefine:

$AlCl_3/100$ Benzin	Olefine/100 Restbz.	Restbenzin	von Olefinen nicht umgesetzt
1 %	62 %	74 %	65 %
2,5 %	42 %	31,2 %	19 %
3 %	15 %	18, - %	3,9 %
3,5 %	14 %	17,7 %	3,5 %
4 %	5 %	12, - %	0,9 %
6 %	3 %	13,3 %	0,6 %

Ferner wirken sich günstig aus: Öftere Erneuerung des Kontaktöles, Reinigen des Benzins mit Tonsil, Entfernen der Feuchtigkeit durch Trocknung, Senken der NZ und VZ durch Neutralisation, selbstverständlich Intensivierung der Rührung, sodass Benzin und Katalysator sich innig durchdringen. Auch das Arbeiten im Gegenstrom in mehreren Gefässen, also eine grundsätzlich andere Fahrweise würde zu einer besseren Ausnutzung der Restolefine führen.

Anlagen.

[Handwritten signature]

Analyse eines Restbensins aus Betrieb

1) Enkeldestillation

siedet ab	40°	60 Vol %	122°
5 Vol. %	54	70	139
10	60	80	151
20	71	90	162
30	81	95	173
40	93	Siedekz.	110,1
50	107		

2) Feinschnittanalyse

Fraktion	Vol %	Gew. %	d ₂₀	Olefine	n _D ²⁰	IK
Tiefk.	19,8	17,4	0,600	-	-	-
51 - 51	2,8	2,6	660	9	1,3780	-
51 - 82	18,2	18,-	684	8	3868	2,02
82 - 110	21,-	21,6	706	11	3969	2,03
110 - 135	9,5	9,9	716	11	4029	2,05
135 - 160	14,6	15,4	725	11	4079	2,07
160 - 174	8,6	8,1	734	9	4114	2,11
Restd. 174	6,5	7,-	738	6	4138	2,11

Das Tiefkondensat besteht vor allem aus: 84,5 % C₃ und 13,1 % C₄

3) Sonstige Zahlen:

d ₂₀	= 0,692
Olefine	= 10 %
n _D ²⁰	= 1,3945
IK	= 2,04
Cl ₂ lt. Verbr.	= 694 mg/kg
NE	= 0,07
VE	= 0,16

betr.: Ütbildung aus Restbenzin

Die aus dem Betrieb "Ölanlage" stammende Probe mit 10 4 Olefinen wurde ohne vorausgegangene Entchlorung, 2 oder 3mal nacheinander mit $AlCl_3$ unter Benützung des entstandenen Kontaktöles zur Olaynschicht: 1) Entchlorung 2) normale Destillation 3) Vakuumdestillation bis 200 (D) 5 mm Hg. Vorbehandlung erfolgte in Gasphase über aktiver Tonerde bei 200 °C.

	unbehandelt	neutralisiert 200	neutralisiert 200 vorbehand. 200
Benzin NZ	0,07	0,-	0,-
" VZ	0,16	0,-	0,01
Anzahl Synthesen	3	2	2
ges. Einsatz Benzin	8050 g	2500 g	2500 g
$AlCl_3$ Synthese I	1,7 %	1,5 %	1,5 %
" " I und II	0,86	0,75	0,75
erhitzen	8 Std. 50-60°	7 Std. 50-60°	7 Std. 50-60°
Kontaktöl neu Ø	1,58 %	2,- %	1,8 %
Restolefine	1,5 %	1,5 %	1,5 %
Destillatöl	4,61 %	3,75%	4,2 %
n-Öl	3,27 %	2,45%	2,8 %
" V ₅₀	8,-°	8,-°	7,7°
" VPH	2,53	2,47	2,42