

6778

Oberhausen-Holten, den 16. Dezember 1943
Abt. HL Cl/Se.

Herren Professor Dr. Martin
Direktor Dr. Hagemann
Direktor Dr. Schuff
Dr. Goethel.

20.12.43

1565

Betrifft: Modellversuch zu der vorgesehenen Ölproduktion
unter Einsatz von Crackbenzin in Mischung
mit Kreislaufbenzin.

(Zweiter Teil)

Die nachstehenden Versuche beziehen sich auf die durch eine Planung genau festgelegte Umstellung unserer Ölproduktion; nach Fertigstellung der entsprechenden betrieblichen Anlagen soll nicht mehr Crackbenzin allein, sondern ein bestimmtes Gemisch von

- 1) Crackbenzin aus Dieselöl
- 2) Crackbenzin aus Paraffingatsch
- 3) Kobalt-Kreislaufbenzin

als Ausgangsprodukt für die Ölsynthese dienen. Da der Betrieb als Endprodukt einen Brightstock von $V_{50} = 50^{\circ}E$ liefern soll, müssen auch in den Versuchen des Laboratoriums die Bedingungen herausgearbeitet werden, unter denen bei der Polymerisation möglichst hochviscose n-Öle entstehen.

Über die Feindestillation und die wichtigsten analytischen Daten der drei obigen Benzinproben berichteten wir unter der gleichen Überschrift bereits am 27. Januar 1943. Die dort gemachten Angaben müssen jedoch in Bezug auf den Typ 3) = Co-Kreislaufbenzin ergänzt werden. Das in dem 1. Bericht diskutierte Material stammte aus der Zeit des 5. - 26. Produktionstages, war also ein junges Ofenprodukt mit, hinsichtlich der Polymerisation, besonders günstigen Eigenschaften. Um nun ein Öl zu erhalten, das möglichst dem Einsatz der durchschnittlichen Ofenproduktion entspricht, wurde als 4. Mischungs-komponente ein Kreislaufbenzin hinzugenommen, das aus der letzten Arbeitsperiode der 22. Füllung Ofen 10 stammte, in der also der Kobaltkontakt stark gealtert war; für das Planungsgemisch 1) bis 3) wurde, da die Druckversuchsanlage einen effektiv gezogenen Durchschnitt nicht zur Verfügung stellen konnte, das junge und alte Ofenprodukt im Verhältnis 1 : 1 vereinigt. Mit dieser Mischung gleicher Teile befinden wir uns bezüglich der Kreislaufkomponente auf der sicheren Seite; denn nach Auffassung der DVA liegt der Mittelwert der gesamten Ofenproduktion näher an dem Verhältnis 2 jung : 1 alt.

Im vorliegenden Schriftsatz bringt Anlage 1 ergänzende Angaben über das alte Kobaltbenzin, Anlage 2 - 8 die Ergebnisse zahlreicher Reihensynthesen, die mit dem Planungsgemisch und Teilen desselben im Laboratoriumsmaßstab durchgeführt wurden.

Zum Einsatz in diese Synthesen kamen die verschiedenen Benzine nicht etwa in der tatsächlich vorliegenden Zusammensetzung; vielmehr wurden die Siedefraktionen C₆ bis C₈, C₉ und C₁₀ etc. durch Destillation abgetrennt und in dem Mengenverhältnis wieder vereinigt, wie es aus der Anlage 1 des Berichtes v. 27.1.43 gemäß Planung ersichtlich ist.

Zu den einzelnen Versuchsabschnitten bemerken wir:

Untersuchung des Kreislaufbenzine, alter Ofengang

(Anlage 1)

Der Qualitätsunterschied zwischen jungem und altem Ofenprodukt geht aus folgender Gegenüberstellung hervor:

	<u>alt</u>	<u>jung</u>
1) <u>Mischungsverhältnis</u> in Gew. %		
A.K.-Benzin	46 %	33 %
Ölkondensat	54 %	67 %
2) <u>SP-Zahlen</u> im Gesamtbenzin		
C ₆	59 %	69 %
C ₈	56 %	68 %
C ₁₀	47 %	54 %

Was im letzten Bericht von den übrigen drei Benzinproben hinsichtlich der Siedekurve des Ausgangsmaterials im Sektor C₅ bis C₁₀ gesagt wurde, gilt ebenso für die 4., aus der letzten Ofenproduktion stammende Probe, daß nämlich auch dieses Benzin nach seiner ursprünglichen Zusammensetzung weniger kurze Ketten und mehr lange Ketten enthält, als im Programm vorgesehen ist. Durchgängig ist also in der Planung das Mengenverhältnis der verschiedenen Kohlenwasserstoffgruppen sehr vorsichtig festgelegt worden.

Allgemeine Bemerkungen zu den Syntheseversuchen

(Anlage 2 bis 8)

Alle Kohlenwasserstoffgemische vom Typ Crackbenzin wurden vor der Polymerisation mit Natronkalk neutralisiert und mit Tonsil geklärt; beide Operationen erfolgten in der Kälte. Alle Kreislaufbenzine erfuhren eine Vorbehandlung mit konzentrierter, kalter HCl-haltiger Zinkchloridlauge; hierdurch sank die OH-Zahl auf 0,0 bis 0,6. Der jeweilige Benzineinsatz in die Synthese betrug 500 g, wobei insgesamt folgendes Mischungsverhältnis zu Grunde gelegt war:

9,75 Gew.T.	Dieselcrackbenzin	C ₆ bis C ₈
9,42 "	Paraffin-crackbenzin	"
36,05 "	Kreislaufbenzin	"
11,00 "	Dieselcrackbenzin	C ₉ und >C ₉
15,00 "	Paraffin-crackbenzin	"
18,78 "	Kreislaufbenzin	C ₉ und C ₁₀
100,00 Gew.T.		

Als Katalysator wurde nicht chemisch reines, sondern technisches $AlCl_3$ verwandt, das auch dauernd im Betrieb zur Anwendung kommt; nur besteht der Unterschied, daß das Chlorid im Kleinversuch fein gemahlen wurde, während die Ölanlage gleich die stückigen Brocken verarbeitet.

In den Versuchsreihen der Anlagen 2 - 5 setzten wir, wenn nicht anders vermerkt, die Synthese 1 ohne Kontaktvorlage mit $AlCl_3$ allein an; diese Reihen sind also dadurch charakterisiert, daß die Menge des im Reaktionsgemisch vorliegenden Kontaktöles dauernd steigt. Die auf den Anlagen 2 - 5 wiederkehrenden Angaben " $AlCl_3/100$ Benzin" beziehen sich auf Synthese 2 bis 5, nicht auf 1.

Dagegen wurden bei den Reihen der Anlage 7 und 8 stets 500 g, also 100 Gew.T. Kontaktöl je 100 Gew.T. Benzin vorgelegt.

Synthesen mit der Fraktion C_6 bis C_8 der verschiedenen Benzine.

(Anlage 2)

Die Versuche dieser Anlage beziehen sich auf die Ausführungsform der Planung, aus den kurzen Ketten $C_6 - C_8$ Autoöle von $V_{50} = 7^\circ$ herzustellen. Also hohe Synthesetemperatur! In jeder Reihe vereinigten wir bei Synthese 2 bis 5 Benzin und Kontaktöl bei Zimmertemperatur und fügten alsdann das $AlCl_3$ in 4 Staffeln innerhalb 1 Std. dem Polymerisationsgemisch zu. Nach der 1. Staffel stieg die Temperatur infolge der einsetzenden Reaktionen um 20° , sie wurde dann rasch auf 65° hochgetrieben.

Wie aus den Zahlen ersichtlich, ergeben die kurzkettigen Anteile der verschiedenen Benzintypen selbst bei Steigerung der Polymerisationstemperatur noch verhältnismäßig hochviscose Öle von $V_{50} = 18 - 19^\circ$; nur das Kreislaufbenzin aus altem Ofengang (Nr. IV) hängt, mit bedingt durch $AlCl_3$ -Mangel, mit 23,1 % n-Ölausbeute und $6,4^\circ E$ weit zurück. Vereinigt man den Siedestreifen C_6 bis C_8 aus den beiden Crackbenzintypen und dem jungen Kreislaufbenzin zu einem Gemisch, so fällt lt. Versuch 3491 ein n-Öl an mit:

$V_{50} = 18,9$

$VPH = 1,76$

Als Polhöhe errechnet sich aus den Ölsynthesen der einzelnen Benzine I bis III ein Mittelwert von 1,78.

Da die Viscositäten unter den gewählten Polymerisationsbedingungen noch zu hoch ausfielen, wurden entsprechende Zulaufsynthesen durchgeführt. Läßt man (Anlage 2, letzte Zeile) das Gemisch der drei Benzine I, II und III bei 65° innerhalb 2 Std. in das vorgelegte Kontaktöl = 50 % des Benzineinsatzes einlaufen und gibt innerhalb weiterer 3 Std. das $AlCl_3$ gestaffelt zu, so sinkt die V_{50} von 11 in der Synthese 1 stetig ab bis $6,8^\circ$ in Synthese 5. Es können also wahrscheinlich die gewünschten Autoöle durch Zulauf hergestellt werden. Unter gleichen Bedingungen fanden wir

3487	=	2	Zulaufsynthesen	V_{50}	=	ca.	$9^\circ E$
3489	=	2	"		=	ca.	$11^\circ E$
3485	=	2	"		=	ca.	$9^\circ E$

Synthesen mit der Fraktion ab C₉ der verschiedenen Benzine.

(Anlage 3)

Hier sind im Bereich der Planung die längeren C-Ketten einzeln oder in Mischung verarbeitet.

Wie bei den weiteren Reihenversuchen Anlage 4 und 5 erfolgte die Ölbildung hauptsächlich bei 15°C, zum Schluß wurde das Gemisch auf 65° aufgeheizt. Die Vereinigung von Benzin und Kontaktöl in Synthese 2 - 5 vollzog sich bei Zimmertemperatur, die nachträgliche Zugabe von AlCl₃ innerhalb 1 Std. in vier Staffeln. Durch Kühlung konnte die Temperatur von 15°C exakt gehalten werden.

Die höchste Viscosität liefert das Benzin II = Crackbenzin aus Paraffingatsch (V₅₀ = 27,8°), während beim Kreislauftyp mit Alterung des Ofenkontaktes die V₅₀ von 11,5 auf 8,8° zurückgeht.

Interessant ist ein Vergleich der Anlage 2 und 3 bezüglich der erreichten Viscositäten.

<u>Benzin Nr.</u>	<u>kurze Ketten 65° Anlage 2</u>	<u>längere Ketten 15° Anlage 3</u>
I	V ₅₀ = 17,9°	V ₅₀ = 19,9°
II	18,5°	27,8°
III	19,1°	11,5°
IV	6,4°	8,8°
I + II + III	18,9°	20,3°

Bei den Crackbenzinen überwiegt der günstige Einfluß der tiefen Synthesetemperatur: trotz längerer Ketten steigt die Viscosität. Bei den jungen Kreislaufbenzinen liefern die langen Ketten dagegen dünnere Öle als die kurzen. Im Gemisch I bis III setzt sich in der Kaltsynthese der gute Einfluß der Crackbenzine durch: die V₅₀ steigt auf 20 - 21°E. Dagegen tritt auf beiden Anlagen klar der schädliche Einfluß zu Tage, den das alte Kreislaufbenzin IV auf die Viscosität ausübt.

Im Einzelnen bemerken wir:

I 3488: In drei Synthesen wurde Kontaktöl aufgenommen; wie Restolefine und Ausbeute andeuten, ist die AlCl₃-Menge zu knapp bemessen.

II 3490: Crackbenzin aus Paraffingatsch ist im allgemeinen und auch hier durch besondere Polymerisationswilligkeit ausgezeichnet. Da in den 5 Synthesen die Viscosität des n-Öles eine ausgesprochen fallende Tendenz hat, ist im Dauerbetrieb nicht mit einem so günstigen Wert wie 27,8° zu rechnen.

IV 3554: Das Material aus der letzten Produktion des Ofens 10 läßt sich insofern schlecht verarbeiten, als die Neubildung von Kontaktöl immer mehr stockt: 6,2 5,2 5,- 0,4 0,2 %.

Polymerisation der beiden Kreislaufbenzine, C₆ bis C₁₀:

(Anlage 4)

Vereinigt man im jungen bzw. alten Ofenprodukt die kurzen und längeren Ketten zu der Gesamtbreite von C₆ bis C₁₀, so zeigt die Polymerisation wieder die erhebliche qualitative Überlegenheit des über dem frischen Kobaltkontakt gewonnenen Kreislaufbenzins:

	<u>junger Ofengang (I)</u>	<u>alter Ofengang (II)</u>
V50	17,9° und 16,3°	8,4°
VPH	1,67 " 1,65	1,94

Bei der Reihe 3557 wurde das AlCl₃ = 2,7 % nach Vereinigung des Benzins mit dem bereits gebildeten Kontaktöl nachträglich, in mehreren Portionen zugegeben. Als wir im Versuch 3570 die AlCl₃-Gabe auf 3,5 % erhöhten und auf einmal zusetzten, sank überraschenderweise der Mittelwert der Viscosität von 17,9 auf 16,3°.

Mischt man gleiche Teile des jungen und alten Ofenproduktes, so entsprechen (3563) Viscosität und Polhöhe der erhaltenen Öle dem arithmetischen Mittel aus beiden Typen.

Synthesen mit dem Planungsgemisch ohne Kontaktölvorlage, Brightstockanteile.

(Anlage 5 und 6)

In dieser Gruppe sind nur Gemische der beiden Crackbenzine mit Kreislaufbenzin polymerisiert; letzteres wurde als junges, als altes Ofenprodukt oder als gleichteiliges Gemisch von jungem und altem Ofenprodukt eingesetzt.

Synthesebedingungen:

Benzone und Kontaktöl bei 15° vereinigen, nachträglich AlCl₃ zugeben und zwar bei Versuch 3571 auf einmal, sonst gestaffelt, innerhalb 1 Std. Die 1. Synthese nur mit AlCl₃ anfahren, also steigende Kontaktölmengen; in der 5. Synthese betrug die vorgelegte Kontaktölmengen, bezogen auf 1 Benzineinsatz:

3493	38 %
3556	31 %
3556a	32 %
3558	26 %
3558a	33 %
3571	40 %

Wie die Zahlenwerte der Anlage 5 erkennen lassen, wirkt sich auch hier wieder die Anwesenheit des alten Ofenproduktes im Benzingemisch ungünstig aus:

<u>Mischungskomponente</u>	<u>V50</u>
junges Ofenprodukt	19,1°
altes "	13,3°
1/2 jung, 1/2 alt	17,7 u. 14,9°

Was die Polhöhe betrifft, so liegen die gefundenen Werte stets günstiger, als sie sich aus den Ölen, die wir mit den einzelnen Benzinkomponenten erhielten, nach der Mischungsregel errechnen:

<u>Versuch</u>	<u>ber.</u>	<u>gef.</u>
3493	1,66	1,63
3556	1,79	1,77
3556a	1,79	1,72
3558	1,72	1,70
3558a	1,72	1,67
3571	1,72	1,70

Bei der Auswertung des wichtigen Versuches 3571, in dem das komplette Planungsgemisch auf Öl verarbeitet wurde, ist zu beachten, daß die V50 in der Synthesereihe fallende Tendenz hat = 18,8 → 17,5 → 17,1 → 16,5°E. Der Wert 17,7° kann demnach nicht als tatsächliches Mittel angenommen werden. Dies würde bedeuten, daß lt. Anlage 6 eine Brightstockausbeute von 50 % je 100 n-Öl nicht ganz erreicht wird. - Enthält das Ausgangsbenzin die Kreislaufkomponente lediglich als junges Ofenprodukt, so sind aus dem n-Öl von V50 = 19,1° etwa 54 % 50er Brightstock gewinnbar. Liegt sie im Syntheseeinsatz nur als altes Ofenprodukt vor, so beträgt der Gehalt des n-Öles 38 %

Betrachtet man die Ölausbeuten der in Anlage 5 aufgeführten Synthesereihen, so fällt auf, daß bis auf Versuch 3493 die Restbenzine noch verhältnismäßig viel Olefine enthalten; ihre Konzentration liegt zwischen 11 und 23 %. Wir kommen auf diese Feststellung später noch zurück. Festzuhalten ist, daß die Ausbeute an n-Öl aus dem kompletten Planungsgemisch bestenfalls 48,3 % beträgt; dieser Wert entspricht 77 % der eingesetzten Olefine, ist also nicht als schlecht zu bezeichnen.

Polymerisation des kompletten Planungsgemisches bei 20 bis 30° unter Vorlage konstanter Kontaktölmengen.

(Anlage 7 und 8)

Die Synthesereihen der Anlagen 7 und 8 unterscheiden sich von allen bisher hier besprochenen Versuchen dadurch, daß dem Planungsgemisch vor jeder Polymerisation die gleiche Gewichtsmenge gebrauchtes Kontaktöl zugesetzt wurde. Wir haben bei zahlreichen, mit Crackbenzin allein durchgeführten Synthesen mit dieser Maßnahme gute Erfolge gehabt. Und zwar stieg die Viscosität des erzeugten n-Öles mit der Menge des konstant vorgelegten Kontaktöles. Wir geben zwei Beispiele:

6784

<u>Erste Synthesereihe</u>	<u>Kontaktöl vorgelegt</u>	<u>V₅₀ des n-Öles, °</u>
2,5 % AlCl ₃ , 8 Std. 15°, 2 Std. 50°	10 %	17,3°
	40 %	17,8°
	100 %	22,3°
<u>Zweite Synthesereihe</u>		
4 % AlCl ₃ , 12 Std. 15°, 2 Std. 50°	25 %	30,7°
	40 %	34,3°
	100 %	37,9°

Gerade bei tiefen Temperaturen, bei denen die zähe Beschaffenheit des Kontaktöles und der gebildeten oberen Schicht die Durchdringung dieser beiden flüssigen Phasen behindert, wirkt es sich auf Umsatz und Viscosität günstig aus, wenn das eingebrachte AlCl₃ von vorneherein weitgehend verteilt wird.

Bei den Synthesen der Anlage 7 und 8 waren 100 % Kontaktöl vorgelegt; kaltes Benzin und kaltes Kontaktöl wurden vereinigt, dann 3,5 - 5 % AlCl₃ auf einmal zugegeben. Die Synthesetemperatur betrug bei Anlage 7 genau 20°, bei Anlage 8 30°C, nach 10 Std. erhöhten wir die Temperatur auf 60°. Der Vergleich der beiden Arbeitstemperaturen ergibt als Mittelwert aus neun Versuchen:

	<u>20°C</u>	<u>30°C</u>
n-Öl je 100 Planungsgemisch	Anl. 7	Anl. 8
" " 100 Olefine	50,7	49,7
" " V ₅₀	80 %	79 %
	17,4°	16,7°

Durch die Vorlage des Kontaktöles ist also die mittlere Ausbeute von

$$\frac{45,4 + 48,3}{2} = 46,9 \%$$

(Anlage 5) um 3 bis 4 % gestiegen; die Vorlage von Kontaktöl hat sich demnach günstig ausgewirkt. Trotzdem liegen die Konzentrationen der im Restbenzin ermittelten SP-Werte bei 14 bis 16 %. Vielleicht ist diese Zahl bedingt durch alkoholische Reste, die nach der ZnCl₂-Behandlung noch im Ausgangsbenzin verblieben sind.

Was die Arbeitstemperatur betrifft, so zeigen sich 20°C gegenüber 30°C als, wenn auch in geringem Maße, überlegen.

Zusammenfassung

Bei der Polymerisation der Komponenten des Planungsgemisches zeigte es sich, daß das aus der letzten Ofenproduktion stammende Co-Kreislaufbenzin die Viscosität des gewinnbaren Öles viel ungünstiger beeinflusst als das im frischen Ofen erzeugte Benzin.

Um hochviscose Öle zu erhalten, muß die Polymerisation bei tiefer Temperatur, möglichst 20°C und unter reichlichem Einsatz von AlCl₃ durchgeführt werden. Gegen Schluß der Synthese wird das Gemisch auf mindestens 60° hochgeheizt, um 1) die Umsetzung zu vollenden und 2) das Kontaktöl für weitere Umsetzungen zu aktivieren. Es empfiehlt sich, der besseren Verteilung wegen eine reichliche Menge gebrauchten Kontaktöles vorzulegen.

Die Fragen, in welcher Reihenfolge AlCl₃, Kontaktöl und Benzin zu vereinigen sind bzw. ob man durch gestaffelte oder einmalige Zugabe von AlCl₃ die höchste Viscosität erreicht, sind noch nicht ganz entschieden. Ihre Beantwortung wird wohl durch die Größenordnung des Syntheseeinsatzes beeinflusst, also letzten Endes erst im Großbetrieb abgeschlossen.

Im Laboratoriumsmaßstab wurde mit dem kompletten Planungsgemisch bestenfalls eine n-Ölausbeute von

50,7 %/100 Bz = 80 %/100 Olefine

sowie eine Viscosität von

$V_{50} = 17,4^\circ$ entsprechend etwa 45 % Brightstockanteilen

Clav

Kreislaufbenzin über Co-Kontakt; altes Ofenprodukt. 6786

Das Produkt stammt aus der letzten Periode des mit Wassergas durchgeführten Kreislaufdauerversuches im Ofen 10, 22. Füllung, und zwar aus der Zeit vom 1. - 9. Juli 43. Gemischt waren 170 Kg. A K Benzin (45,4% der flüssigen Ofenprodukte) mit 200 Kg Ölkondensat (53,4%)

1) Analyse: $d_{20} = 0,731$ Olefine = 47% $n_{D_{20}} = 1,4098$

2) Feinschnittanalyse

3552

Fraktion		Vol% %	Gew %	d_{20}	$n_{D_{20}}$	Olefine
						%
<C ₅	Tiefkond.	2,5	2,2	0,640	-	-
C ₅	31 bis 51	6,8	6,1	647	1,3692	60
C ₆	51 " 82	11,6	10,8	669	3810	59
C ₇	82 " 110	10,2	9,5	672	3978	54
C ₈	110 " 135	11,5	11,1	697	4030	56
C ₉	135 " 160	10,-	10,-	720	4100	50
C ₁₀	160 " 184	9,6	9,7	731	4160	47
C ₁₁	184 " 197	4,5	4,6	743	4252	44
C ₁₂	197 " 225	5,7	6,-	763	4247	38
C ₁₃	225 " 246	4,-	4,2	757 ?	4261	36
C ₁₄	246 " 264	3,3	3,5	765	-	-
C ₁₅	264 " 283	3,2	3,4	772	4321	30
C ₁₆	283 " 298	2,9	3,1	778	4350	30
C ₁₇	298 " 312	2,9	3,2	784	4369	29
C ₁₈	312 " 334	2,4	2,6	790	4387	Paraffin
-	334 " 352	2,5	2,8	798	4391	"
-	Rstd. 352°	6,4	7,2	808	4409	"

100,-

100,-

-

-

-

Fortsetzung

Das Kreislaufbenzin enthält, bezogen auf den Siedeanteil
bis einschließlich C₁₀:

	<u>lt. Analyse</u>	<u>lt. Planung</u>
C ₅	10,7 Gew.%	19,5 Gew.%
C ₆	18,8 "	19,6 "
C ₇	16,6 "	17,4 "
C ₈	19,4 "	15,9 "
C ₉	17,5 "	14,2 "
C ₁₀	17,- "	13,4 "
	<u>100 Gew.%</u>	<u>100 Gew.%</u>

3) Englerdestillation

siedet ab	46°	60	Vol% 173
5	Vol% 66	70	200
10	76	80	238
20	93	90	290
30	109	95	345
40	128		
50	148		
		SK Ziffer =	167,2

0788

Synthesereihen mit der Fraktion C₆ bis C₈ der
verschiedenen Benzintypen.

Benzin I = Crackbenzin aus Gasöl

Benzin II = Crackbenzin aus Paraffingatsch

Benzin III = Kobaltkreislaufbenzin, junger Ofengang

Benzin IV = Kobaltkreislaufbenzin, alter Ofengang

Anfangstemperatur 25°, ansteigend bis 65°, Gesamtdauer 8 Std.

Das Mittel aus 5 Synthesen ergab:

Ausgangsbenzin		Vers. Nr.	Synthese		n-Öl 200°(D.)		
Typ	Frakt. Olefine		Al Cl ₃ /	Rest-	Ausb.	V ₅₀	VPH
			100 Bz.	olefine	%	°E	
I	C ₆ bis C ₈	3487	3,6	9,4	67,3	17,9	1,81
II	"	3489	4,-	6,8	67,1	18,5	1,86
III	"	3485	3,-	2,2	52,4	19,1	1,74
IV	"	3553	2,3	18,6	23,1	6,4	1,99
I+II	"	3491	3,4	6,4	57,6	18,9	1,76
+III	"						
" Zu- lauf	"	3491	3,4	14,6	55,-	11→7 Ø = 9	1,73

6789

Synthesereihen mit der Fraktion ab C₉ aus

den verschiedenen Benzintypen.

Benzin I = Crackbenzin aus Gasöl

Benzin II = Crackbenzin aus Paraffingatsch

Benzin III = Kobaltkreislaufbenzin, junger Ofengang

Benzin IV = Kobaltkreislaufbenzin, alter Ofengang

Synthesedauer 12 Std. 15°, dann 2 Std. 65°.

Das Mittel aus 5 Synthesen ergab:

Ausgangsbenzin Typ	Frakt. Olefine		Vers. Nr.	Synthese		n-Öl 200° (D.)		
	Frakt.	Olefine		Al Cl ₃ / 100 Bz.	Rest- olefine	Ausb.	V ₅₀	VPH
		%			%	%	°E	
I	> C ₉ + C ₉	54	3488	3,-	10,8	39,4	19,9	1,55
II	"	67	3490	3,-	4,-	58,3	27,8	1,48
III	C ₉ + C ₉	50	3486	2,4	4,-	42,5	11,5	1,53
IV	" + C ₁₀	46	3554	2,1	7,4	34,8	8,8	1,77
I+II +	C ₉ > C ₉	57	3492	2,6	4,4	50,2	20,3	1,53
III	C ₉ + C ₁₀							

6790

Synthesereihen mit Kreislaufbenzin allein, C₆ bis C₁₀,

junges uns altes Ofenprodukt.

Benzin I = Kobaltkreislaufbz., junger Ofengang Nr. 126 a

Benzin II = " alter Ofengang Nr. 156

Benzin III = " Gemisch 1 : 1 von Benzin I und II

Synthesedauer 12 Std. 15°, dann 2 Std. 65°.

Das Mittel aus 5 Synthesen ergab:

Ausgangskreislaufbz.		Vers. Nr.	Synthese		n-Öl 200° (D.)		
Typ	Frakt. Olef.		Al Cl ₃ / 100 Bz	Rest- olefine	Ausb.	V ₅₀	VPH
						°E	
I	C ₆ bis C ₁₀	3557	2,7	4,4	51,8	17,9	1,67
" wieder- holt	"	3570	3,5	5,6	50,4	16,3	1,65
II	"	3555	2,3	9,4	34,5	8,4	1,94
III	"	3563	4,3	5,-	42,5	12,8	1,81

X 10 Synthesen wurden durchgeführt.

Synthesereihen mit dem Planungsgemischohne Vorlage von Kontaktöl in der ersten Synthese.Benzin I = Crackbenzin aus Gasöl C₆ bis >C₉Benzin II = Crackbenzin aus Paraffingatsch C₆ bis >C₉Benzin III = Co-Kreislaufbenzin, junger Ofen C₆ bis C₁₀Benzin IV = Co-Kreislaufbenzin, alter Ofen C₆ bis C₁₀

Synthesedauer 12 Std. 15°, dann 2 Std. 65°;

Das Mittel aus 5 Synthesen ergab:

Ausgangsbenzin Kreisl. Olefine			Vers. Nr.	Synthese		n - Öl 200° (D.)		
Typ	Benzin	i. Gem.		Al Cl ₃ / 100 Bz	Rest- olef.	Ausb.	V ₅₀	VPH
I+		%			%	%	°E	
II+	jung	68	3493 _x	3,2	6,2	53,-	19,1	1,63
III								
I+								
II+	alt	60	3556 _x	2,7	10,8	44,3	12,5	1,77
IV								
"	"	"	3556a	4,3	17	41,1	13,3	1,72
I+II	1/2 jung	63	3558 _x	2,8	23	40,8	13,4	1,70
+III	1/2 alt							
+ IV								
"	"	"	3558a	4,4	19	45,4	14,9	1,67
"	"	"	3571 _x	3,8	16	48,3	<17,7	1,70

X) Durch Molekulardestillation wurde der Brightstock bestimmt.

6792

Bestimmung des Brightstockanteils in den
n-Ölen der Anlage 5 durch Molekulardestillation.

Die Anteile an Brightstock $V_{50} = 50^{\circ} E$ betragen:

Kreislaufkomponente im Ausgangsbenzin-Gemisch	eingesetztes n- Öl Nr.	V_{50} $^{\circ}E$	Brightstock		
			VPH	VPH	Gew. %
junger Ofengang	3493	19,1	1,63	1,62	54
alter Ofengang	3556	12,5	1,77	1,73	38
1/2 jung, 1/2 alt	3558	13,4	1,70	1,69	44
" "	3571	17,7	1,70	1,70	50

Syntheseriehe mit dem Planungsgemisch bei 20°C

unter Vorlage von konstant 100 Gew. % Kontaktöl.

vgl. Anl. 8

Ausgangsmaterial war Planungsgemisch 3558 Bz. I bis IV mit 63 % Olefinen (Anlage 5). Synthesebedingungen: 3,5 bis 5% Al Cl₃, 10 Std. 20°, 2 Std. 60°; 100 Gew. % gebrauchtes Kontaktöl vorlegen. Benzin und Kontaktöl auf Temperatur einstellen, vereinigen, dann Al Cl₃ auf einmal zugeben.

Al Cl ₃ →	3574			Nr.1 - 9 Mittel
	Nr.1 - 3 3,5 %	Nr.4 - 6 4 %	Nr.7 - 9 5 %	
Benzin g	500	500	500	100 %
Kontaktöl g	500	500	500	100 %
erhitzen	10 Std. 20° 2 Std. 60°	10 Std. 20° 2 Std. 60°	10 Std. 20° 2 Std. 60°	- -
Restolefine	16,3 %	15,- %	11,- %	14,1 %
Ktöl neu	+ 0,53 %	-0,6 %	+ 3,3 %	+ 1,1 %
Vak. Dest. II	4,2 %	3,9 %	4,2 %	4,1 %
<u>n - Öl</u>				
Ausbeute	50,5 %	51,7 %	49,9 %	50,7 %
V ₅₀	16,3°	18,-°	18,-°	17,4°
VPH	1,68	1,72	1,73	1,71

6794

Syntheseriehe mit dem Planungsgemisch bei 30°C

unter Vorlage von konstant 100 Gew. % Kontaktöl.

vgl. Anl. 7

Ausgangsmaterial war Planungsgemisch 3558 Bz. I bis IV (Anlage 5).
 Synthesebedingungen: 3,5 bis 5% Al Cl₃, 10 Std. 30°, 2 Std. 60°;
 100 Gew. % gebrauchtes Kontaktöl vorlegen. Benzin und Kontaktöl auf
 Temperatur einstellen, vereinigen, dann Al Cl₃ auf einmal zugeben.

3573

Al Cl ₃ →	Nr.1 - 3 3,5 %	Nr.4 - 6 4 %	Nr.7 - 9 5 %	Nr.1 - 9 Mittel
Benzin g	500	500	500	100 %
Kontaktöl g	500	500	500	100 %
erhitzen	10 Std. 30° 2 Std. 60°	10 Std. 30° 2 Std. 60°	10 Std. 30° 2 Std. 60°	- -
Restolefine	17,8 %	17,3 %	14,- %	16,4 %
Ktöl neu	- 1,5 %	- 0,3 %	+ ³ / ₄ ,4 %	+ 0,5 %
Vak. Dest. II	3,5 %	4,5 %	3,1 %	3,7 %
<u>n - Öl</u>				
Ausbeute	50,3 %	49,4 %	49,3 %	49,7 %
V ₅₀	16,2 °	16,3 °	17,5 °	16,7 °
VPH	1,69	1,72	1,72	1,71