

31. Oktober 1940

Herren Professor M a r t i n  
Dr. H a g e m a n n  
Direktor A l b e r t s  
Dipl. Ing. von A s b o t h  
Dr. G o e t h e l  
Dr. V e l d e  
Dr. S c h u f f

Über die Herstellung von Ölen aus Primärprodukten der  
Benzin-Drucksynthese.

Nachdem bereits vor längerer Zeit von Dr. Goethel (siehe Bericht vom 29.8.40.) die Frage in unseren Werken behandelt worden ist, auf welche Weise man aus olefinreichen Primärprodukten entsprechend geführter Synthese (Eisenkontakt Kreislauf) ohne Cracking mittels  $AlCl_3$ -Polymerisation ein brauchbares Öl erhält, ist seit Juli 40 nunmehr auch das Hauptlaboratorium in die Bearbeitung dieses Problems mit eingeschaltet worden. - Es galt bei dieser Frage, zwei Aufgaben zu lösen:

- 1) eine hohe Ölausbeute zu erhalten und so die eingebrachten Olefine weitgehend umzusetzen; als Mass diente deren Konzentration im abgetrennten Restbenzin
- 2) ein dünnflüssiges Kontaktöl zu bilden, sodass die wiederholte Benützung des Katalysators möglich erschien.

Gegebenenfalls musste das Benzin vor der Synthese eine nach Möglichkeit einfache und wirtschaftlich tragbare Vorbehandlung erfahren. In dieser Richtung wurden bisher von Dr. Goethel zwei Mittel vorgeschlagen: 1) Chlorkalzium, das nicht nur trocknet, sondern offenbar auch mit den bei der Drucksynthese gebildeten Alkoholen Additionsverbindungen bildet 2) Natronkalk, der als basischer Körper die vorhandenen Säuren bindet.

Der vorliegende Bericht bringt eine Übersicht über die von uns durchgeführten Massnahmen der Benzinvorbehandlung und die daran anschliessenden Synthesen. Über die umfangreichen Untersuchungen der Ausgangsbenzine durch Grob- und Feindestillation soll gesondert berichtet werden.

Es sei vorweggenommen, dass das vorliegende Problem wenn nicht als abgeschlossen, so doch als grundsätzlich gelöst anzusehen ist.

Nachfolgend sind 6 verschiedene Ofenprodukte diskutiert (Anl. 1-6). Meist wurden die bis  $200^{\circ}$  siedenden Anteile dieser Benzine eingesetzt, daneben auch Fraktionen wie: bis  $150^{\circ}$ , 150 bis  $220^{\circ}$ , 220 bis  $275^{\circ}$  u. Änd.

1.) Ofen 10, 9. Füllung, Wassergas gerader Durchgang, 7 atü,  
27/28.7.40 (Anl. 1)

Dieses Ofenprodukt war in der Jantzenkolonne nach einzelnen Kohlenwasserstoffen  $C_5$  ..... bis  $C_{14}$  aufgeteilt und im Labor nachgeschnitten worden. Die angeführten verschiedenen Gemische zeigten nach der Kattwinkelmethode einen höheren Olefingehalt, als sich aus den ermittelten Jodzahlen berechnete. Diese öfters bei derartigen Benzinien festgestellten analytischen Unterschiede konnten nicht völlig geklärt werden. Es fehlt eben eine genaue Methode zur Bestimmung der Olefine. Mit 4 %  $AlCl_3$  ergeben die verschiedenen angeführten, durch eine hohe OH-Zahl charakterisierten Benzine zwar etwas Kontaktöl, aber nur sehr tiefe Ausbeuten an Schmieröl, die Polhöhen liegen bei 1,78. Dieser Wert erreicht 1,42, wenn das Ausgangsmaterial aus  $C_{12}$ , 13, 14 bestand. Durch Vorbehandlung des Benzins mit  $P_2O_5$ , das zur besseren Aufteilung Quarzpulver zugesetzt war, bei  $100^{\circ}$ , steigt die Ausbeute von 9,6 % auf 18,2 % und sinkt die Jodzahl von 80 auf 10. Weitere Versuche bei höheren Temperaturen als  $100^{\circ}$  müssen noch angesetzt werden. Bemerkenswert

ist hier die Verschlechterung der Viscositätspolhöhe von 1,78 auf 1,97.

2.) Ofen 2. 8. Füllung, Niederdruck Wassergas Kreislauf 1+3,  
25/26,8.40., (Anl. 2.)

Wie die niedere OH-Zahl von 10,6 andeutet, sind hier die Kohlenwasserstoffe mit geringeren Alkoholanteilen vermischt; dementsprechend sind nach der Polymerisation mit 4 %  $AlCl_3$  die Ölausbeuten grösser = etwa 37 %. Auch bildet sich reichlich Kontaktöl (2980/1). Verwendet man jedoch neben 2,5 %  $AlCl_3$  mehrfach dieses anfallende Kontaktöl, so sinkt die Ausbeute des Öles auf 28,6 und 23,2 % bzw. steigt die Konzentration der nicht umgesetzten Olefine im Restbenzin auf 28 und 36 % (2980/4 bis 6). Da mit steigender Siedelage das Ofenprodukt an Olefinen verarmt, geht der Anfall an Öl demgemäss zurück (2980/7 bis 9). -

Eine Vorbehandlung mit Natronkalk bis  $140^\circ$  bringt keine Verbesserung. Auffallend bei allen Versuchen dieser Reihe ist die tiefe Viscosität der gebildeten n-Öle = 4,5 bis  $8^\circ E$ .

3.) Ofen 11. 5. Füllung, Wassergas Kreislauf 1 + 3, Fe-Kontakt  
Gasdruck 20 atü, April 1940. (Anl. 3).

Benzin und Kondensatöl wurden getrennt verarbeitet. Beide ergeben unbehandelt kein Kontaktöl. Ersteres liefert geringe Mengen Öl, das mit Paraffin durchsetzt ist, letzteres eine eigenartige Paste. Das Bild ändert sich ganz wesentlich wenn der bis  $200^\circ$  siedende Benzinanteil zur Entfernung der

Aldehyde mit Na-bisulfit, dann zwecks Bindung der Alkohole als Alkoholate bis 200° in offenes Gefäß mit Natriummetall behandelt wurde. Beim Zusatz des Metalls trat lebhaftes Gasen auf, es bildete sich ein Bodensatz. Bei qualitativer Prüfung erwies sich das Benzin als frei von Aldehyden und Säuren. Unter Bildung von 8 % Kontaktöl entstehend mit  $AlCl_3$  40,4 % Öl, allerdings von schlechter Polhöhe = 2,2 (2968). - Dieser Wert ist dem Benzin eigen und nicht etwa auf eine schädliche Einwirkung des Metalls zurückzuführen; denn wenn man ein normales Crankbenzin in gleicher Weise mit Bisulfit versetzt und über Natrium destilliert, bleiben Ansbeute und Analysenzahlen des n-Öles, auch die Polhöhe, unverändert (Vers. 2993/1 gegen 2). -

4.) Ofen-ll. 7. Füllung Wassergas Kreislauf 1 + 2,7. Fe-Kontakt, Gasdruck < 20 atü, ll. bis 19.9.40. (Anl.4)

Der bis 200° siedende Anteil wurde zur Synthese mit 5%  $AlCl_3$  oder 2,5%  $AlCl_3$  + Kontaktöl aus einer artgleichen Umsetzung vermischt. Da eine Vorbehandlung mit Na für den Betrieb als wenig geeignet erschien, mussten andere Mittel versucht werden. - Lediglich mit  $CaCl_2$  kalt vorbehandeltes Benzin ergab, selbst bei einem auf 5% gesteigerten  $AlCl_3$ -Einsatz, ohne Kontaktölbildung nur 10% Ölausbeute.

Überraschenderweise trat auch keine Verbesserung ein, wenn man das mit  $CaCl_2$  geschüttelte Benzin verdampfte und unter Zumischung geringer HCl-Mengen als Gas bei 200° langsam über Über Aluminiumspäne leitete. Hierdurch trat zwar eine wesentliche Erhöhung der Reaktionsfähigkeit gegenüber  $AlCl_3$  ein: 20 cm<sup>3</sup> Benzin erwärmen sich durch Zugabe von 1 g  $AlCl_3$  nach Vorbehandlung nur mit  $CaCl_2$  innerhalb 10 Minuten um 1,5°C, nach Vorbehandlung nur mit HCl und Al innerhalb 10 Minuten um 10°C.

Trotzdem blieb bei Vers. 2995/4 die erwartete Verbesserung aus. Der Ölanfall stieg lediglich von 10 auf 16 %; die Konzentration der Olefine im Restbenzin sank nur in etwa von 75 auf 70 %.

Ausgezeichnet dagegen bewährte sich eine Vorbehandlung des Benzins entweder mit Siliciumtetrachlorid bis 200° oder mit aktiviertem Aluminium bis 200°.

$\text{SiCl}_4$  ist eine leicht bewegliche, bei 56,9°C siedende Flüssigkeit; sie setzt sich energisch mit Wasser um und führt z.B. Essigsäure in Acetylchlorid über. Setzt man diesen Stoff dem Benzin zu, so trübt sich die Flüssigkeit durch Abscheidung von gallertartiger Kieselsäure und es setzt sofort ein Gasen ein. Ist dieses vorüber, wird von dem entstandenen Niederschlag bis 200° abdestilliert. Das so gereinigte Benzin ergibt mit 5 %  $\text{AlCl}_3$  unter Bildung von viel Kontaktöl 54,2 % Öl von  $V_{50} = 11^\circ$  und VPHöhe = 1,70. Die Konzentration der Olefine im Restbenzin sinkt nunmehr auf etwa 13 % (2995/3). Der praktischen Verwendung des  $\text{SiCl}_4$  steht der niedrige Siedepunkt und auch wohl die Giftigkeit hindernd im Wege.

Weit eher kommt für eine betriebliche Verwendung der andere, von uns gefundene Weg in Frage, aktiviertes Aluminium zu verwenden. Nach Kaufmann wird das Metall nach Anätzen mittels starker Natronlauge mit einer dünnen Lösung von  $\text{HgCl}_2$  benetzt. Die Trocknung des an der Luft sich überaus rasch oxydierenden Materials bleibt allerdings noch umständlich. - Erhitzt man das Benzin mit aktiv. Al auf 40°, so tritt auch hier lebhaftes Gasen ein; nach 2-stündiger Einwirkung destilliert man bis 200° ab. -

Die Synthese mit 2,5 %  $\text{AlCl}_3$  und dem bei einem analogen Versuch 2994/2 anfallenden Kontaktöl ergab die vorzügliche Ausbeute von 63/2 % Öl, wobei der Olefingehalt des Restbensins auf 5 % (!) zurückging. Entsprechend diesem weitgehenden Umsatz lag die VPH bei 1,65 (Vers. 2995/2).

5.) Ofen 10, 10, Füllung Mitteldruck Wassergas Kreislauf 1+3  
1/2.9.40 (Anl.5)

Dieses Ofenprodukt interessiert besonders und bildet den Gegenstand weiterer, noch nicht abgeschlossener Untersuchungen. Die hier vorliegende Reihe 299l ergibt, kurz zusammengefasst, Folgendes: Ohne Vorbehandlung bildet sich mit 4, 5 selbst 7 %  $AlCl_3$  kein Kontaktöl; die Ölausbeute steigt zwar mit der Katalysatormenge bis etwa 55 %. Niedrig siedende Benzinanteile setzen sich besser um (299l/5 und 4). Bei hochsiedenden Fraktionen geht die Ölausbeute zurück (299l/6 und 7). Hohe OH-Zahl!

$CaCl_2$  Trocknung hat ebensowenig Effekt wie Erhitzen mit Natronkalk bis  $140^\circ$ , wodurch zwar die organischen Säuren bis  $NZ = 0,01$  neutralisiert werden (299l/9). Geradezu schädlich wirkt sich die Behandlung mit  $BaO$  oder  $CaO$  aus (299l/10 und 11).

Zwecklos ist ebenfalls das die Aktivität des Benzins an sich erhöhende Einleiten von Chlorwasserstoffgas in das Benzin (299l/13), desgleichen das Abfangen des ersten Stossee mit 3 %  $AlCl_3$  bei  $65^\circ$  (Nr. 14).

Beste Erfolge bringt wieder die Anwendung von

$NaHSO_3$  und Na bis  $200^\circ$  ( Nr. 12 und 17)

$SiCl_4$  "  $200^\circ$  ( Nr. 18)

aktiviertem Al "  $200^\circ$  ( Nr. 16)

Kontaktölbildung, Ausbeute und Polhöhe des Öles sind gut. Während in den anderen Versuchen die Konzentration der Olefine im Restbenzin 53 bis  $65^\circ$  beträgt, ist sie nun auf 1 bis 2 % gesunken! - Das aktivierte Al versagt, wenn es lediglich bei  $40^\circ$  auf das Benzin zur Einwirkung gebracht wird (Vers. Nr. 15).

Die niederen Jodzahlen, 21 bei Nr. 18 und 15 bei Nr. 16 veranlassten uns, diese beiden Öle auf ihre Alterungsfestigkeit zu untersuchen:

<u>Alterung 6 Std. 160° O<sub>2</sub></u>	<u>Nr. 18</u> <u>SiCl<sub>4</sub></u>	<u>Nr. 16</u> <u>aktiv. Al</u>
Eindickung + V <sub>50</sub>	63%	76 %
NE	16,5	15,6
VE	39,3	43,5
+ DK	0,75	0,73
H <sub>2</sub> O abgeschieden	12,9 cm <sup>3</sup>	12,6 cm <sup>3</sup>

Trotz niedriger Jodzahl sind also diese Öle nicht Sauerstoff-fest. vgl. hydrierte Öle. -

6.) Ofen 10, 10. Füllung Mitteldruck, Wassergas Kreislauf 1+3  
1. bis 11/9.40 (Anl.6)

Es handelt sich also um den gleichen Typ wie bei 5.) d.h. um eine spätere Produktion aus derselben Ofenfüllung. Der Olefingehalt des Benzins war innerhalb dieser Periode von etwa 75 auf etwa 62 % gesunken. Die Versuche 2, 3, 4 bestätigen erneut die guten Ergebnisse bei Vorbehandlung mit aktiviertem Al, NaHSO<sub>3</sub> + Na, SiCl<sub>4</sub>, namentlich hinsichtlich Kontaktölbildung und praktisch völliger Umsetzung der Olefine in der Synthese.

Das Einleiten von HCl versagt, trotz Anwendung von 5 % AlCl<sub>3</sub>. (Vers. 2994/5).

Zusammenfassung.

Die Versuche zeigen, dass eine Vorbehandlung des Benzins aus der Drucksynthese vor der Polymerisation zu Öl unbedingt notwendig ist. Als neuartige Mittel bewährten sich

a) NaHSO<sub>3</sub> dann Natrium

- b) Siliciumtetrachlorid
- c) mit  $HgCl_2$  aktiviertes Aluminium.

Weitere Versuche mit sonstigen, gegebenenfalls aktivierten Metallen wie Cu, Fe, Zn, Mg mit oxydischen Verbindungen wie  $Sr(OH)_2$ ,  $P_2O_5$ , Chloriden wie  $FeCl_3$ ,  $ZnCl_2$ ,  $SbCl_3$ ,  $PCl_5$  sind angesetzt.

Anlage

Herstellung aus Produkten der Benzinsynthese unter Druck.

Ofen 10, 9. Füllung, Wassergas gerader Durchgang 7 atü, 27/28.7.40.

Vers.Nr.	Vorbehandlg. Siedelage des Bensins	Siedelage Ansg. Olefine	Synthese AlCl <sub>3</sub> , Ktöl erhitzen	Ktölbildg. Restolefine	Restköl
2976/1	keine	C <sub>7</sub> '8'9'10'11 52 % Olef. 29,4% OH-Zahl	4 % AlCl <sub>3</sub> 11 Std. 80°	Ktöl 7,6 % 36 % Olef. 5,8 % OH-Zahl	9,6 % V <sub>50</sub> = 15,7 VPH = 1,78 Jodzahl = 80
29977	keine	C <sub>5</sub> '6'9'10'11 56 % Olef. 33,6% OH-Zahl	4 % AlCl <sub>3</sub> 11 Std. 80°	Ktöl 3,3 % 35 % Olef. 7,1% OH-Zahl	10,6 % V <sub>50</sub> = 16,1 VPH = 1,78
2978	keine	C <sub>12</sub> '13'14 44 % Olef. 22,7 % OH-Zahl	4 % AlCl <sub>3</sub> 11 Std. 80°	Ktöl 5 % 22 % Olef. 4,5% OH-Zahl	12,1 % V <sub>50</sub> = 9,6 VPH = 1,42
2976/2	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> + Quarz- sand, 4 Std. 100°	C <sub>7</sub> '8'9'10'11 —	4 % AlCl <sub>3</sub> 11 Std. 95°	Ktöl 7 % 18 % Olef.	18,2 % V <sub>50</sub> = 8,1 VPH = 1,97 Jodzahl = 10

Ruhrchemie Aktiengesellschaft  
Oberhausen-Holten

Herstellung aus Produkten der Benzinsynthese unter Druck

Ofen 2, 8. Füllung, Niederdruck Wassergas Kreislauf 1+3, 25/26.8.40

Vers.Nr.	Vorbehandlg. des Benzins	Siedelage Ansg., Olefine	Synthese AlCl <sub>3</sub> , Ktöl erhitzen	Ktölbildg. Restolefine	Restöl
2980/1	keine	bis 200° 69 % Olef. 10,6% OH-Zahl	4 % AlCl <sub>3</sub> 11 Std. 95°	Ktöl 6,2 % 18 % Olef.	37,4 % V <sub>50</sub> = 6,7 VPH = 1,97
2980/2	Natronkalk 80 bis 140°	bis 200° 70 % Olef.	4 % AlCl <sub>3</sub> 11 Std. 95°	Ktöl 5,9 % 18 % Olef.	37,4 % V <sub>50</sub> = 7,5 VPH = 1,90
2980/3	keine	bis 275° 62 % Olef. 11,2 % OH-Zahl	4 % AlCl <sub>3</sub> 11 Std. 95°	Ktöl 6,7 % 18 % Olef.	32,- % V <sub>50</sub> = 8,- VPH = 1,89
2980/4	"	"	2,5% AlCl <sub>3</sub> Ktöl 2980/3 11 Std. 95°	Ktöl 0,3 % 27 % Olef.	32,6 % V <sub>50</sub> = 4,6° VPH = 1,70
2980/5	"	"	2,5 % AlCl <sub>3</sub> Ktöl 2980/4 11 Std. 95°	Ktöl 0,6 % 28 % Olef.	28,6 % V <sub>50</sub> = 4,5° VPH = 1,77
2980/6	"	"	2,5 % AlCl <sub>3</sub> Ktöl 2980/5 11 Std. 95°	Ktöl 3,- % 36 % Olef.	23,2 % V <sub>50</sub> = 4,8° VPH = 1,74
2980/7	"	bis 150° 72 % Olef.	4 % AlCl <sub>3</sub> 11 Std. 80°	Ktöl 4,5 % 25 % Olef.	33,1 V <sub>50</sub> = 6,6 VPH = 2,08
2980/8	"	150 bis 220° 63 % Olef.	4 % AlCl <sub>3</sub> 11 Std. 95°	Ktöl 3,9 % 21 % Olef.	28,1 % V <sub>50</sub> = 6,8 VPH = 1,69
2980/9	"	220 bis 275° 49 % Olef.	4 % AlCl <sub>3</sub> 11 Std. 95°	Ktöl 10,3 % 20 % Olef.	21,7 % V <sub>50</sub> = 6,8 VPH = 1,53

Herstellung aus Produkten der Benzinsynthese unter Druck

Ofen 11, 5. Füllung, Wassergas Kreislauf 1:3, Fe-Kontakt, Gasdruck 20 atü  
April 1940

Vers.Nr.	Verbehandlung des Benzins	Siedelage Ausg.Olefins	Synthese AlCl <sub>3</sub> , Ktöl erhitzen	Ktölbildg. Restolefins	Restköl
2962/1	keine	bis 310° 66 % Olef.	4 % AlCl <sub>3</sub> 11 Std. 80°	Ktöl 0 52 % Olef.	16,4 % Paraffinhalte V <sub>50</sub> = 6,3 VPH = 1,98
2962/2	"	110 bis 185° 60 % Olef.	4 % AlCl <sub>3</sub> 11 Std. 95°	Ktöl 0 50 % Olef.	Paraffin V <sub>50</sub> = 3,5
2968	NaHSO <sub>3</sub> kalt, Na bis 200° destillieren	bis 200° 68 % Olef.	4 % AlCl <sub>3</sub> 11 Std. 95°	Ktöl 8 % 20 % Olef.	40,4 % V <sub>50</sub> = 9,3 VPH = 2,2

Vergleich normales Crackbenzin aus Gasöl RB

2993/1	keine	bis 200° 74 % Olef.	4 % AlCl <sub>3</sub> 11 Std. 95°	Ktöl 14,7 % 6 % Olef.	61,4 % V <sub>50</sub> = 15,8° VPH = 1,69
2993/2	NaHSO <sub>3</sub> kalt Na bis 200° destillieren	bis 200° 76 % Olef.	4 % AlCl <sub>3</sub> 11 Std. 95°	Ktöl 14,6 % 5 % Olef.	61,1 % V <sub>50</sub> = 17,6 VPH = 1,63

Herstellung aus Produkten der Benzinsynthese unter Druck

Ofen 11, 7. Füllung, Wassergas Kreislauf 1 + 2,7, Fe-Kontakt, Gasdruck 20 at  
11. - 19.9.40.

Vers.Nr.	Vorbehandlg. des Bensins	Siedelage Ansg.Olef.	Synthese AlCl <sub>3</sub> , Ktöl erhitzen	Ktölbildg. Restolefine	Restöl
2995/1	CaCl <sub>2</sub> trocken nen	bis 200° 78 % Olef.	5 % AlCl <sub>3</sub> 11 Std. 85°	Ktöl 0 75 % Olef.	10,3 % V <sub>50</sub> = 29,-° VPH = 1,75 Jzahl = 62
2995/4	CaCl <sub>2</sub> trocken Gasphase + HCl über Al 200°	bis 200° 75 % Olef.	2,5 % AlCl <sub>3</sub> Ktöl 2994/5 10 Std. 85°	Ktöl 0 70 % Olef.	16,1 % V <sub>50</sub> = 24,1 VPH = 1,72 Jodz. = 68
2995/3	CaCl <sub>2</sub> trocken SiCl <sub>4</sub> kalt, bis 200° de- stillieren, waschen, trocken	bis 200° 74 % Olef.	5 % AlCl <sub>3</sub> 10 Std. 95°	Ktöl 9 % 13 % Olef.	54,2 % V <sub>50</sub> = 11° VPH = 1,70 Jodz. = 50
2995/2	CaCl <sub>2</sub> trocken aktiv. Al, bis 200° destillie- ren	bis 200° 74 % Olef.	2,5 % AlCl <sub>3</sub> Ktöl 2994/2 10 Std. 95°	Ktöl 1 % 5 % Olef.	63,2 % V <sub>50</sub> = 13,1 VPH = 1,65 Jodz. = 49

Ruhrchemie Aktiengesellschaft  
Oberhausen-Molten

Herstellung aus Produkten der Fungisynthese unter Druck

Ofen 10, 10.Füllung, Mitteldr. Wassergas Kreislauf 1 + 3, 1/2.9.40.

Vers.Nr.	Vorbehandlg. des Benzins	Siedelage Ausg.Olef.	Synthese AlCl <sub>3</sub> Ktöl erhitzen	Ktölbildg. Restolefine	Restdsöl
2991/1	keine	bis 200° 75 % Olef. 33 OH-Zahl	4 % AlCl <sub>3</sub> 11 Std. 60°	Ktöl 0 61 % Olef.	22,1 % V <sub>50</sub> = 14,4 VPH = 1,63
2991/2	"	bis 200° 75 % Olef.	4 % AlCl <sub>3</sub> 11 Std. bis 80°	Ktöl 0 60 % Olef.	23,1 % V <sub>50</sub> = 33,6 VPH = 1,62 Jodz. = 37
2991/5	"	bis 150° 74 % Olef. 25 OH-Zahl	5 % AlCl <sub>3</sub> 11 Std. 80°	Ktöl 1,-% 54 % Olef.	43,5 % V <sub>50</sub> = 28,8 VPH = 1,67
2991/6	"	150 bis 220° 70 % Olef. 44 OH-Zahl	5 % AlCl <sub>3</sub> 11 Std. 95°	Ktöl 0 22 % Olef.	28,3 % V <sub>50</sub> = 8,4 VPH = 1,48
2991/7	"	220 bis 275° 61 % Olef.	5 % AlCl <sub>3</sub> 11 Std. 95°	Ktöl 0 26 % Olef.	19,8 % V <sub>50</sub> = 12,4 VPH = 1,37
2991/4	CaCl <sub>2</sub> getrock- net	bis 200° 75 % Olef.	5 % AlCl <sub>3</sub> 11 Std. 95°	Ktöl 0 42 % Olef.	40,5 % V <sub>50</sub> = 26,6 VPH = 1,64 Jodz. = 42
2991/8	CaCl <sub>2</sub> trocken	bis 200° 75 % Olef.	7 % AlCl <sub>3</sub> 11 Std. 95°	Ktöl 0 19 % Olef.	ca. 55 % V <sub>50</sub> = 31,8 VPH = 1,65 Jodz. = 32
2991/3	Natronkalk bis 140° Fl.	bis 200° 75 % Olef.	4 % AlCl <sub>3</sub> 11 Std. 80°	Ktöl 0 56 % Olef.	30,7 % V <sub>50</sub> = 26,4 VPH = 1,63

Ruhrchemie Aktiengesellschaft  
Oberhausen-Holten

Vers.Nr.	Vorbehandlg. des Bonsins	Siedelage Ausg.Olefine	Synthese AlCl <sub>3</sub> , Ktöl erhitzen	Ktölbildg. Restolefine	Restdöl
2991/9	Natronkalk bis 140°	bis 200° HZ = 0,01 VZ = 0,10	4 % AlCl <sub>3</sub> 11 Std. 80°	Ktöl 0 65 % Olef.	18,2 % V <sub>50</sub> = 30,4 VPH = 1,60 Jodz. = 39
2991/10	BaO bis 140°	bis 200° - VZ = 0,07	4 % AlCl <sub>3</sub> 11 Std. 80°	Ktöl 0 67 % Olef.	8,8 % V <sub>50</sub> = 28,9 VPH = 1,61
2991/11	CaO bis 140°	bis 200° VZ = 0,58 72 % Olef.	4 % AlCl <sub>3</sub> 11 Std. 80°	Ktöl 0 66 % Olef.	12,1 % V = 28,4 VPH = 1,62
2991/15	HCl Gas kalt Tonsil	bis 200° VZ = 15,8 72 % Olef.	4 % AlCl <sub>3</sub> 11 Std. 95° ob.Schicht zersetzen	Ktöl 0 53 % Olef.	31,5 % V <sub>50</sub> = 33,8 VPH = 1,58 Jodz. = 38
2991/14	3 % AlCl <sub>3</sub> , 65° H <sub>2</sub> O, Soda, Tonsil	bis 200° VZ = 0,84 64 % Olef.	4 % AlCl <sub>3</sub> 11 Std. 95° ob.Schicht zersetzen	Ktöl 0 56 % Olef.	29,5 % V <sub>50</sub> = 30,7 VPH = 1,59 Jodz. = 21
2991/12	NaHSO <sub>3</sub> kalt Na bis 200° (D)	bis 200° VZ = 0,03 74 % Olef.	4 % AlCl <sub>3</sub> 11 Std. 80-95° heftige Reak- tion, ob. Schicht zer- setzen	viel Ktöl überge- kocht	? V <sub>50</sub> = 22,2 VPH = 1,58
2991/17	NaHSO <sub>3</sub> kalt Na 70 bis 125°	bis 200° 72 % Olef.	5 % AlCl <sub>3</sub> 9 1/2 Std. 95° ob.Schicht zersetzen	Ktöl 22,4 % 1 % Olef.	53,2 % V <sub>50</sub> = 24,2 VPH = 1,68 Jodz. = 16
2991/18	SiCl <sub>4</sub> kalt, bis 200° de- stilliert	bis 200° 69 % Olef.	5 % AlCl <sub>3</sub> 9 1/2 Std. 95° ob.Schicht zersetzen	Ktöl 2,1 % 2 % Olef.	61 % V <sub>50</sub> = 22,6 VPH = 1,60 Jodz. = 21

Verf.-Nr.	Vorbehandlg. des Benzins	Siedelage Ansg.Olef.	Synthese AlCl <sub>3</sub> , Ktöl erhitzen	Ktölbildg. Restolefine	Rstdktöl
2991/15	aktiv. Al 40°	bis 200° VK = 0,01 74 % Olef.	4 % AlCl <sub>3</sub> 11 Std. 95° ob.Schicht ersetzen	Ktöl 1,2 % 62 % Olef.	26,1 % V <sub>50</sub> = 31,1 VPH = 1,58
2991/16	aktiv. Al bis 200° de- stilliert	bis 200° 69 % Olef.	5 % AlCl <sub>3</sub> 9 1/2 Std. 95° ob.Schicht ersetzen	Ktöl 19,8 % 2 % Olef.	55,8 % V <sub>50</sub> = 22,-- VPH = 1,58 Jods. = 15

Überstellung aus Produktion der Benzolynthese unter Druck

Ofen 10, 10.Füllung, Mitteldr. Wassergas Kreislauf 1 + 3, 1/11.9.40.

Verf.Nr.	Vorbehandlg. des Benzins	Siedelage Ausg.Olefine	Synthese AlCl <sub>3</sub> , Ktöl erhitzen	Ktölbildg. Restolefine	Restköl
2994/1	CaCl <sub>2</sub> trocken	bis 200° 61 % Olef. <i>0,2 = 2,5</i> <i>1,2</i>	5 % AlCl <sub>3</sub> 11 Std. 95°	Ktöl 0 35 % Olef.	39,3 % V <sub>50</sub> = 25,6 Jodz. = 41
2994/5	Gasphase & HCl über Al 200°	bis 200° 61 % Olef.	5 % AlCl <sub>3</sub> 10 Std. 95°	Ktöl 2,7 % 39 % Olef.	25,- % V <sub>50</sub> = 13,9 Jodz. = 63
2994/4	SiCl <sub>4</sub> kalt, bis 200° de- stillieren, Tonsil	bis 200° 64 % Olef. <i>0,2 = 2,8</i>	5 % AlCl <sub>3</sub> 9 1/2 Std. 95°	Ktöl 10,9 % 2 % Olef.	46,2 % V <sub>50</sub> = 17,9 Jodz. = 19
2994/3	NaHSO <sub>3</sub> kalt, Na 60 - 180°	bis 200° 62 % Olef. <i>0,2 = 1,1</i>	2,5 % AlCl <sub>3</sub> + Ktöl 2991/17 9 1/2 Std. 95°	Ktöl 5,2 % 2 % Olef.	48,2 % V <sub>50</sub> = 15,1 Jodz. = 31
2994/2	aktiv. Al, bis 200° de- stillieren	bis 200° 64 % Olef. <i>0,2 = 0</i>	2,5 % AlCl <sub>3</sub> + Ktöl 2991/16 10 Std. 95°	Ktöl 6,2 % 1 % Olef.	48,9 % V <sub>50</sub> = 13,2 Jodz. = 36