

5. August 1942

Abt. HL - Ol./Pk.
J.Nr. 42/8/1

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
Dr. S c h u f f
Dr. G o e t h e l

Betrifft: Analyse und Ölpolymerisation von zwei Typen Kreis-
laufbenzin Hoesch.

Dem Hauptlaboratorium wurden 2 Fässer mit verschiedenen Kreislaufbenzinen, die aus der Produktion der Hoesch A.G. stammen, zur Untersuchung zugewiesen. Diese Untersuchung, deren Ergebnisse wir in den beigefügten Anlagen 1 - 4 mitteilen, bezog sich einmal auf die Analyse, dann ferner die Eignung verschiedener Fraktionen zur Herstellung von Schmieröl.

Die eine der beiden Hoeschproben (I) war aus Synthesegas hergestellt und wurde in der verschiedensten Weise durch Fraktionierung aufgeteilt. (Anl. 1 - 2). Bei dem andern, aus Wassergas gewonnenen Kreislaufbenzin (II) beschränkten wir uns auf die Durchführung einer Ölsynthesereihe mit dem über 60° siedenden Anteil, dessen obere Siedegrenze etwa bei 200° lag (Anl. 3-4). Dieses Material II war dem Produkt I unbedingt überlegen. Es hatte höheren Olefingehalt und ergab damit eine grössere Ölausbeute; auch die Viscositätspolhöhe war, bezogen auf eine vergleichbare Ausgangsfraktion, entschieden besser.

I. Benzinprobe aus Synthesegas

1. Analyse. (Anlage 1) Untersucht wurden ausser dem undestillierten Produkt die Siedeanteile:

über 60°
60 - 105°
über 105°
105 - 160°
über 160°

Praktisch siedet dieses Benzin I bis etwa 200°. Die geringfügigen höher liegenden Anteile treten nur bei der Aufteilung des Rückstandes >160° durch die Engleranalyse mit wenigen Prozenten in Erscheinung. Charakteristisch sind die niedrigen Werte für die VZ und die OH-Zahlen. Gemäss SP Zahl enthält das Benzin I etwa 52 % Olefine; in den höher siedenden Fraktionen gehen die ungesättigten Anteile rasch zurück, Rückstand >160° 35 %.

Durchschrift

2. Ölsynthese. (Anlage 2) Bei dem geringen Gehalt der Benzine an alkoholischen Bestandteilen (OH-Zahl = 3 - 7), die bekanntlich die Polymerisation ungünstig beeinflussen, haben wir verschiedene Fraktionen ohne Vorbehandlung direkt auf Öl verarbeitet. Es zeigte sich dann aber doch, dass die Reinigung des Benzins mit salzsaurem, kalter 80 %iger Zinkchloridlauge die Ausbeute verbessert. Siehe die Fraktionen 60 - 105° und 105 - 160°.

Um die Resultate den betrieblichen Verhältnissen anzunähern, wurden meist 3 Synthesen nacheinander angesetzt, bei der Fraktion > 105° sogar 9 Synthesen.

Was die Viscositätspolhöhe in Abhängigkeit von der Siedelage des eingesetzten Benzins betrifft, so ergibt sich folgendes Bild:

Fr. 60-105°	liefert ein n-Öl	VPH = etwa 2,1
> 60°	"	1,94
105-160°	"	1,83
> 105°	"	1,83
> 160°	"	1,65

II. Benzinprobe aus Wassergas

1. Analyse (Anl. 3) Wie wir anfangs betonten, ist dieses Material gegenüber Probe I als ein wertvolleres Ausgangsmaterial für die Ölherstellung anzusprechen:

	II	I
SP Zahl	65 %	52 %
Siedekennziffer	109,7	101,9
Anteil > 60°	74,1 %	70,3 %
" SKZ	130,6	121,1

Auch bei II sind die alkoholischen sowie die verseifbaren Bestandteile des Kohlenwasserstoffgemisches gering. OH Zahl = 4,8, VZ = 0,12.

2. Ölsynthese (Anl. 4) Zur Ölsynthese, die 5mal durchgeführt wurde, setzten wir lediglich den über 60° siedenden Anteil ein. Wenn auch der störende Einfluss der Alkohole und Ester nicht sehr erheblich sein konnte, haben wir das Benzin doch vor der Polymerisation in der üblichen Weise mit Zinkchlorid gereinigt. Die Versuchsreihe ergab im Mittel eine

n-Öl Ausbeute = 50,1 % bezogen auf die Fraktion > 60°
 " = 37,1 % " " das Gesamtbenzin,

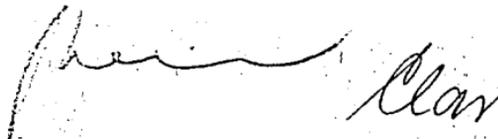
bei einer Polhöhe von etwa 1,70 gegenüber 1,94 bei Benzin I.

Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holtien

Zusammenfassung

Zwei Kreislaufbenzine aus der Fabrikation Hoesch, I. aus Synthesegas, II. aus Wassergas gewonnen, wurden analysiert und auf ihre Eignung zur Ölgewinnung untersucht. II als olefinreicheres Material erwies sich als überlegen. Will man aus I ein Öl VPH = 1,8 erhalten, so muss man den über 105° siedenden Anteil (37,6 % des Gesamtbenzins) einsetzen.

Anlagen.

A handwritten signature in cursive script, appearing to read 'H. H. Hoesch' or similar, followed by the name 'Clav' written in a more legible, slightly stylized font.

Betr.: Synthesegas-Kreislaufbenzin von Hoesch

1. Atmosphärische Destillation

3386

Erste Aufteilung		Zweite Aufteilung		Dritte Aufteilung	
Gew. %		Gew. %		Gew. %	
Frakt. bis 60°	29,2	Frakt. bis 60°	28,3	Frakt. bis 105°	61,6
Rückstand 60°	70,3	" 60-105	36,1	Rückstand 105°	37,6
Verlust	0,5	" 105-160	29,4	Verlust	0,8
"	-	Rstd. 160°	5,9	-	-
-	-	Verlust	0,3	-	-
100 %		100 %		100 %	

2. Englerdestillation

3386

	Gesamt- Benzin	Rückstand > 60°	Fraktion 60-105°	Rückstand > 105°	Fraktion 105-160°	Rückstand > 160°
siedet ab	34°	68°	60°	108°	106°	156°
5 Vol %	50	82	69	120	113	164
10	55	85	71	121	116	168
20	64	90	74	123	119	174
30	72	97	77	127	122	179
40	82	104	81	132	126	184
50	92	111	85	136	130	190
60	103	119	89	142	134	195
70	117	130	94	148	138	204
80	133	142	100	160	145	219
90	160	172	109	178	155	249
95	201	210	120	197	163	284
SK Ziffer	101,9	121,1	87,9	145,2	132,4	199,9

Betr.: Synthesegas-Kreislaufbenzin von Hoesch

3. Analyse der Benzins und seiner Fraktionen.

	3386					
Benzin	d ₂₀	NZ	VZ	OH Z.	Jodzahl	SP Zahl
Gesamtbr. unbehandelt	0,683	0,-	0,19	3,4	140	52 %
Fraktion 60 - 105° unbehandelt	680	0,05	0,20	5,7	149	54 %
Fraktion 60 - 105° vorbehandelt	690	0,-	0,16	0,-	-	54 %
Rstd. > 60° unbehandelt	710	0,05	0,20	3,3	119	49 %
Rstd. > 60° vorbehandelt	705	0,-	0,28	0,17	113	48 %
Fraktion 105 - 160° unbehandelt	714	0,05	0,19	4,9	102	47 %
Frakt. 105-160° vorbehandelt	716	0,-	0,23	0,-	-	47 %
Rstd. > 105° unbehandelt	719	0,04	0,34	7,4	96	45 %
Rstd. > 105° vorbehandelt	724	0,01	0,45	0,34	89	46 %
Rstd. 160° unbehandelt	751	0,09	0,70	4,5	55	35 %

Durchschrift

Betr.: Synthesegas-Kreislaufbenzin von Hoesch

Ölsynthesen

5 - 7 Stunden 80 - 95°C erhitzen.

3386

Benzinfraktion	Synth. Nr.	AlCl ₃	Rest- olefine	n-Öl bei Ausbeute	200°D. V ₅₀	VPH
Fraktion 60-105° unbehandelt	I	4 %	8 %	33,3 %	6,7	2,06
	II	3	7	32,5	8,1	2,08
	III	3	7	31,2	10,5	2,13
Fraktion 60-105° vorbehandelt	I	4	1	32,8	8,-	2,06
	II	2	2	37,2	8,3	2,14
	III	2	2	37,8	8,7	2,12
Rückstd. > 60° vorbehandelt	I	4	0	31,-	9,-	1,98
	II	2	4	32,7	6,3	1,90
Fraktion 105-160° unbehandelt	I	4	12	26,3	5,1	1,78
	II	2	26	14,5	5,5	1,85
	III	3,9	11	23,5	7,4	1,89
Frakt. 105-160° Vorbehandelt	I	4	3	32,8	7,3	1,86
	II	2	16	24,5	5,5	1,80
	III	2,5	14	23,-	4,8	1,80
Rückstd. > 105° vorbehandelt	I	4	1	29,3	7,4	1,82
	II	2	3	32,5	6,7	1,83
	III	2	2	32,8	6,4	1,80
	IV	2	3	32,7	6,3	1,82
	V	2	2	33,7	5,8	-
	VI	2	3	34,7	7,1	-
	VII	2	3	31,3	6,8	-
	VIII	2	3	32,-	6,9	1,85
	IX	2	3	30,8	6,4	1,84
Rückstd. > 160° unbehandelt	I	5 %	3 %	23,3 %	6,4	1,69
	II	2	8	21,-	5,8	1,60

Betr.: Wassergas-Kreislaufbenzin von Hoesch

1. Atmosphärische Destillation

Fraktion bis 60°	= 25,5 %
" 60-200°	= 74,1 %
Rückstd. 200°	= 0 %
Verlust	= 0,4 %

2. Englerdestillation

3387

	Gesamtbenzin	Fraktion 60 - 200° vorbehandelt
steigt ab	36°	72°
5 Vol %	51	88
10	57	92
20	70	99
30	79	105
40	91	113
50	103	121
60	114	133
70	127	144
80	145	155
90	172	187
95	203	217
Siedekennziffer	109,7	130,6

3. Analyse des Benzins und seiner Fraktionen

3387

	d ₂₀	NZ	VZ	OH Zahl	Jodzahl	SP Zahl
Gesamtbenzin unbehandelt	0,693	0,-	0,12	4,8	134	65 %
Fraktion 60-200° unbehandelt	0,710	0,005	0,14	8,3	142	64
Fraktion 60-200° vorbehandelt	0,711	0,-	0,27	0,38	140	62

Durchschrift

Betr. Wassergas-Kreislaufbenzin von Hoechst

Ölsynthesen.

Die Fraktion "Über 50°" wurde nach Vorbehandlung mit saurer Zinkchloridlauge durch Erhitzen 7 Std. 95° mit AlCl₃ bzw. Kontaktöl auf Schmieröl verarbeitet.

Synthese Nr.	AlCl ₃	Rest- olefine	Ausbeute n-öl Frakt. > 60°	bez. auf Ges. Bz.	3387	
					V ₅₀	n-öl VPH
	%	%	%	%	°E	
I	4	2	46,5	34,4	11,1	1,67
II	2	1	51,-	37,8	7,5	1,70
III	2	9	52,3	38,7	10,4	1,68
IV	2,5	4	49,8	36,9	9,7	1,69
V	2,5	4	50,8	37,6	9,1	1,71

mittel = 50,1 % 37,1 %