

3446-30/501-49

Durthemic Aktiengesellschaft  
Oberhausen-Holten  
Abt. HL-Spk/Mm.

POLYMER-PETROL

15. Juni 1942.

Nr. 42/6/5.

7786  
2.10.1942

Herren Professor Martin  
Dr. Hagemann  
Direktor Alberts

000909

Betrifft: Herstellung des R<sub>4</sub>- und R<sub>5</sub>-Flugkraftstoffes für Berlin.

Als Ausgangsstoff wurde die gut geschnittene C<sub>4</sub>- und C<sub>5</sub>-Fraktion aus der katalytischen Cracking angewandt, die einer Polymerisation unterworfen wurde. Die C<sub>4</sub>-Fraktion soll dabei möglichst C<sub>3</sub>-frei sein, da schon geringe Mengen Propylen die Überladefähigkeit des Polymerisationsproduktes stark herabdrücken. Bei der C<sub>4</sub>-Fraktion konnte eine 90%ige Polymerisation angewandt werden, da die verschiedenen Polymerisationsgrade auf die Überladefähigkeit keinen so großen Einfluß haben. Bei der C<sub>5</sub>-Fraktion wurde nur eine 60%ige Polymerisation durchgeführt, da eine Erhöhung der Ausbeute ein Herabdrücken der Überladefähigkeitskurven nach sich zu ziehen schien. Bei der Wiederholung dieser Versuche zeigte sich dagegen kein Unterschied zwischen der 60 und 90%igen Polymerisation in der Überladefähigkeit. Es wird daher momentan noch an der Klärung dieser Frage gearbeitet. Die entstandenen Poly-Produkte wurden anschließend destilliert, und zwar das C<sub>4</sub>-Produkt bis 165°, das C<sub>5</sub>-Produkt von 50 - 168°. Diese Fraktionen wurden vollkommen hydriert und mit 0,005 Gew.-% Stabicol (IG.-Inhibitor) versetzt. Sie wurden ohne Bleitetraäthylsulfat nach Berlin versandt und zwar als

R<sub>4</sub> : C<sub>4</sub> - Polymerisat.  
R<sub>5</sub> : C<sub>5</sub> - Polymerisat,  
R<sub>4+5</sub> : Mischung R<sub>4</sub> + R<sub>5</sub> (1:1).

R<sub>4</sub>-Produkt: Das angewandte Gas hatte folgende Zusammensetzung:

Zusammensetzung:	Vol.-%	Gew.-%	
n-C <sub>4</sub> H <sub>10</sub> } 1-C <sub>4</sub> H <sub>10</sub> }	9,1	9,7	90,3 Ges.Olefine
1-C <sub>4</sub> H <sub>8</sub> } 2-C <sub>4</sub> H <sub>8</sub> }	51,9	51,6	
1-C <sub>4</sub> H <sub>8</sub>	39,0	90,9	
		Ges. - Olefine	

Von den Gesamtbutylenen (90,9 %) waren demnach rund 43 % Iso-butylen.

Die Polymerisation wurde in der technischen Versuchsanlage (LT) bei 60 atü, 130 - 140°C und einer gewichtsmäßigen Belastung von 1:1 durchgeführt. Das Abgas zeigte folgendes Bild:

900910

	Vol.%	Gew.%
n-C <sub>4</sub> H <sub>10</sub> } 1-C <sub>4</sub> H <sub>10</sub> }	55,7	58,1
C <sub>2</sub> H <sub>4</sub>	1,4	0,7
1-C <sub>4</sub> H <sub>8</sub> } 2-C <sub>4</sub> H <sub>8</sub> }	41,5	40,5
N <sub>2</sub>	1,4	0,9

Dies bedeutet, daß die Polymerisation gasanalytisch sowohl volumen- als auch gewichtsmäßig 92 % betrug, wobei das Iso-butylen vollkommen aufgearbeitet wurde. Bei der Kalkulation des Versuches zeigt sich eine gute "bereinstimmung":

Einsatz: 750 l x 0,6 = 450 kg x 90,3 % = 406 kg-Olefine  
 Polybi: 495 l x 0,733 = 363 kg "

das heißt, daß 89,5 % der Olefine in Benzin umgewandelt wurden.

Nach der Feindestillation des Rohproduktes gehen 86 % bis 165° über, nach der Re-Rundestillation wurden 475 l Einsatz 405 l bis 165° siedend erhalten, das entspricht einer Destillationsausbeute von 85 %. Die Ausbeute an H<sub>2</sub> beträgt demnach, bezogen auf den Gesamteinsatz, 90,3 % Olefine mal 89,5 % Polymerisationsausbeute mal 85 % Destillationsausbeute = ca. 69 %.

Auf dem Beiblatt I ist die Destillationskurve des R<sub>4</sub>-Poly-Rohproduktes wiedergegeben. Die Tabelle I zeigt die Zusammensetzung aller wichtigsten Eigenschaften des hydrierten, bis 165° geschnittenen Produktes.

R<sub>5</sub>-Produkt: Die angewandte C<sub>5</sub>-Fraktion hatte folgende Zusammensetzung:

	Vol.%	Gew.%
n-) C <sub>4</sub> H <sub>10</sub>	1,1	1,0
1-) C <sub>4</sub> H <sub>8</sub>	8,9	7,0
2-) C <sub>4</sub> H <sub>8</sub>		
1-C <sub>5</sub> H <sub>10</sub>	89,3 Ges.Olefine	72,0
1-C <sub>5</sub> H <sub>10</sub>		
n-C <sub>5</sub> H <sub>10</sub>		
n-C <sub>5</sub> H <sub>12</sub>		
	36,8	90,0
	41,0	
	9,6	

Von dem Gesamtpenten sind demnach 47 % Isopentylene.

Die Polymerisation wurde bei 60 atü, 110°C und einer gewichtsmäßigen Belastung von 1:1,2 durchgeführt. Das erhaltene Roh-Polybenzin wurde ebenfalls einer Feindestillation unterworfen (Beiblatt I) und dabei das Tiefkondensat und die C<sub>5</sub>-Fraktion gemeinsam analysiert. Aus der Feinanalyse geht hervor, daß 27 Vol. = 23,6 Gew.% Tiefkondensat und 27,6 Vol.% = 26,0 Gew.%

$C_5$ -Fraktion in dem Rohprodukt enthalten sind. Dieses Gemisch sieht folgendermaßen aus:

	Vol.%	Gew.%
n- $C_4H_{10}$	1,3	1,1
1- $C_4H_8$	7,5	6,0
2- $C_4H_8$		
1- $C_4H_8$	0,5	0,4
1- $C_5H_{10}$	73,5 Restolefine	86,8
n- $C_5H_{12}$		
n- $C_5H_{10}$		
± $C_6$		
	4,7	5,7

Rein volumenmäßig würde dies einer 67%igen  $C_5$ -Polymerisation entsprechen, während sie gewichtsmäßig nur 60% beträgt, wie aus folgender Rechnung hervorgeht: Nach der Polymerisation sieden bis  $51^\circ = 23,6$  Gew.-% T.K. und 26 Gew.-%  $C_5 = 49,6$  %  
Dieses Gemisch enthält 5,7 Gew.-%  $C_6 = 2,8$  %  
Es gehen also bis  $51^\circ$  wirklich  $= 46,8$  %  
über, d.h., es müssen 53,2 Gew.-% polymerisiert worden sein. Auf die Olefine gerchnet entspricht dies einer 60%igen Polymerisation. Da nach der Feindestillation 43,8 Gew.-% von  $51^\circ - 165^\circ$  sieden, ist die Destillationsausbeute 82%ig. Die Ausbeute an  $R_2$  beträgt demnach, bezogen auf den Gesamteinsatz: Olefine 90% mal 60% Polymerisation mal 82% Destillationsausbeute ca. 44%.

Die Re-Ruk-Destillationsausbeute zeigt folgendes Bild:

Einsatz	960 l		670 kg	Gew.-%
-50	434	(49,3%)	272	40,5
50 - 165°	375	39	285	42,5
über 165°	31	3,2	24,2	3,6
Verlust	120 l	12,5	88,8	13,2

Der nicht nachzuweisende Verlust müßte nach der Feinanalyse vor allem in der Fraktion bis  $50^\circ$  und über  $165^\circ$  zu suchen sein. Auf Beiblatt I ist die Siedekurve des  $C_5$ -Rohproduktes, auf Tabelle I die Eigenschaften des hydrierten und destillierten Produktes angegeben.

$R_{4+5}$ -Produkt: Wie schon erwähnt, handelt es sich bei diesem Stoff um eine Mischung von  $R_4$  und  $R_5$  im Volumenverhältnis 1:1. Die physisch-chemischen Daten dieses Gemisches befinden sich auch auf Tabelle I.

Wie aus der Tabelle hervorgeht, entsprechend die 3 Benzine vollkommen den geforderten Bedingungen. Durch die geringere Polymerisation der  $C_5$ -Fraktion kommt es zu einer starken Angleichung des  $R_5$ - an das  $R_4$ -Produkt sowohl in Bezug auf die Motor-Örtanzahl als auch auf die Überladefähigkeit, deren Höhe auf Beiblatt II wiedergegeben ist.

Tabelle I.

Eigenschaften:	R <sub>4</sub>	R <sub>5</sub>	R <sub>4+5</sub>
d <sub>20</sub>	0,7129	0,7059	0,7095
n <sub>D</sub> <sub>20</sub>	1,4014	1,4018	1,4016
Reiß-Druck	0,12	0,43	0,29
Jodzahl	0,0	0,0	0,0
N.Z.	0,0	0,0	0,0
Abblasetest	1,0 mg/100cm <sup>3</sup>	0,8 mg/100cm <sup>3</sup>	0,8
Bombentest (100°, 240 Min. Ind.)	1,0 "	1,0 "	1,0
Bombentest (100°, 240 Min. Ind.) + 1,2 Pb + Stabisol	5,8 "	7,2 "	6,0
Siedebeginn	76°	35°	60°
Siedeende	173°	167°	169°
t° (10%)	104°	49°	79°
t° (5%)	114	129	120
t° (95%)	150	156	154
% Verlust	2,0	5,5	4,0
% Destillat	97,0	93,5	95,0
% Rückstand	1,0	1,0	1,0
S.K.Z.	114,9	119	116,1
M.O.Z.	92,4	90,8	91,9
M.O.Z. + 1,2 Pb	103,7	100,5	102,8

Find the value of  $\sin^{-1} \frac{1}{2}$  -  $\cos^{-1} \frac{1}{2}$

$\sin^{-1} \frac{1}{2} = 30^\circ$

$\cos^{-1} \frac{1}{2} = 60^\circ$

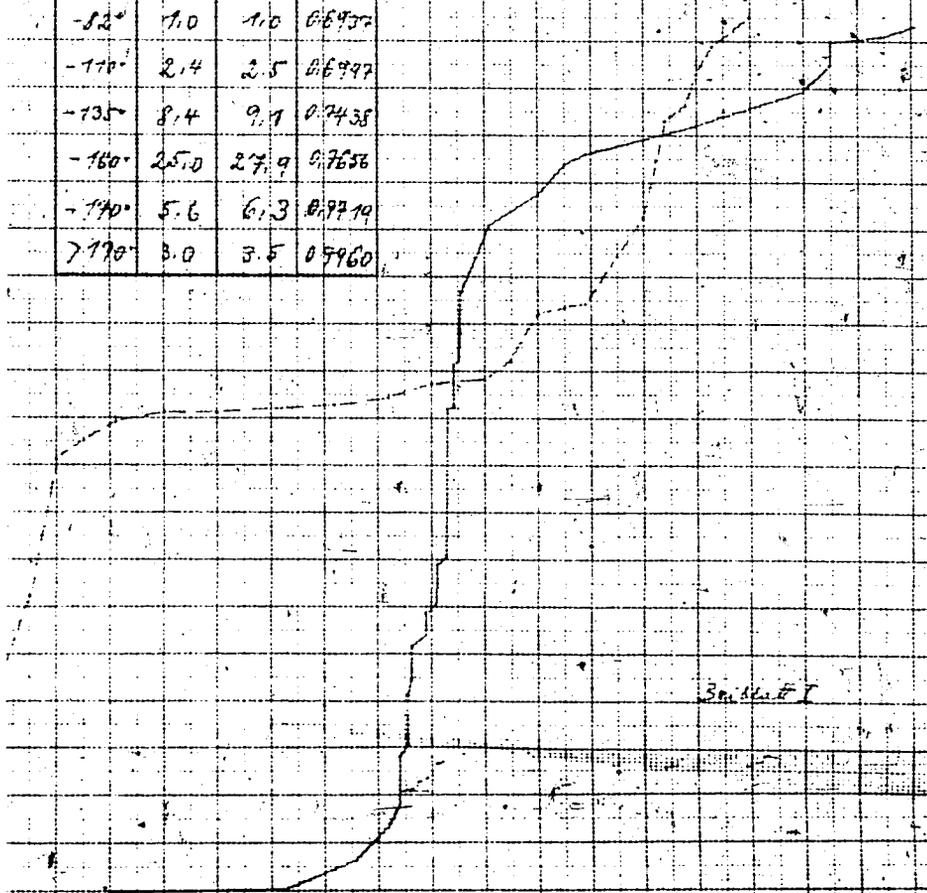
$30^\circ - 60^\circ = -30^\circ$

$\sin^{-1} \frac{1}{2}$

$\cos^{-1} \frac{1}{2}$

000913

Angle	Lat.	Dist.	W. 20
T.K.	27	23.6	0.6800
-57°	27.6	26.0	0.6772
-82°	1.0	1.0	0.6932
-110°	2.4	2.5	0.6997
-135°	8.4	9.1	0.7438
-160°	25.0	27.9	0.7656
-170°	5.6	6.3	0.7719
7770	3.0	3.5	0.7960

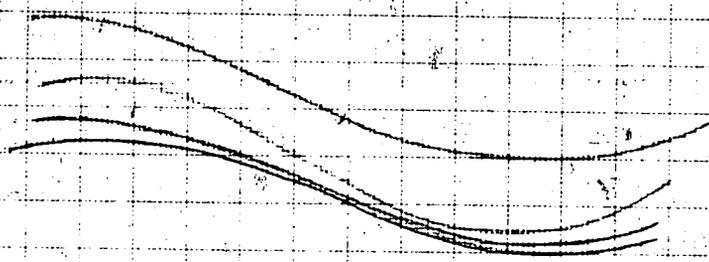


3m. 11. 1

Wavelengths  $R_1$   $R_2$   $R_3$   $R_4$   $R_5$   $R_6$   $R_7$   $R_8$   $R_9$   $R_{10}$

100 110 120 130 140 150 160 170 180 190

42/4/5



\_\_\_\_\_  $E_{1000}$   
\_\_\_\_\_  $R_2$   
\_\_\_\_\_  $R_3 - R_4$   
\_\_\_\_\_  $R_5$

200914

Bush T

Wavelengths