

Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten
Abt. HL/Goertz.

den 25. Januar 1938.

1132
31.1.38.

- Herrn Professor Martin,
- " Dr. Hagemann,
- " Direktor Alberts,
- " Direktor Waibel,
- " Dipl. Ing. Wilke,

2. Bericht über einen Bilanzversuch im Schmierölversuchs-
betrieb (7. Versuch).

Als Kogasinausgangsfraction wurde ein von 220 bis 320°C siedendes "Dieselöl" verwendet. Die Auswertung der Crackung ist in diesem Bericht im einzelnen nicht angeführt. Im folgenden sind nur die erhaltenen Crackprodukte zusammengestellt.

| | |
|--|-----------------|
| Trockenbenzin (= stabiles Crackbenzin nach der Trocknung mit Chlorcalcium) | 5210.0 kg |
| Kondensatbenzin (= Anteil aus der 1. Kompressorstufe 6 atü bei 100°C) | <u>1280.5 "</u> |
| Gesamt-Crackbenzin = 75 Gew.% d. Crackprod. | 6490.5 kg |
| Gasol = 11.2 " " | 962.8 " |
| Abgas = 13.2 " " | 1145.3 " |
| Asphaltrückstand = 0.6 " " | <u>51.5 "</u> |
| Gesamtmenge der Crackprodukte | 8650.1 kg |

Von dem Gesamtbenzin in der Menge von 6490.5 kg wurden nur 5841 kg in die Synthese eingesetzt. Der restliche Anteil verteilt sich im Arbeitsgang wie folgt:

| | |
|--|--------------|
| in Synthese eingesetzt | 5841.0 kg |
| in den Trockentürmen verblieben | 398.0 " |
| als Schutzschicht auf Kontaktschicht am Ende des Versuches | 142.0 " |
| als Rest im Tankfass | 19.0 " |
| abgedampft, im NH ₃ -Kühler aufgefangen | <u>3.0 "</u> |
| Summe der Anteile | 6403.0 kg |

Bei der Lagerung des Benzins ist ein Verlust von 87 kg festzustellen.

Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holtten

In 27 Chargen wurden 5841 kg Crackbenzin eingesetzt. Erhalten wurden

| | |
|--|---------|
| an ungebleichter oberer/Schicht | 5697 kg |
| am KW-stoffanteil in Kontaktöl (ohne $AlCl_3$) | 133 " |
| | <hr/> |
| 5830 " | |
| als unangewiesener Verlust bei der Synthese gleich 0.2 Gew.% der Einsatzmenge | 11 " |
| | <hr/> |
| Einsatzmenge | 5841 kg |

In die Entchlörung wurden 5725 kg eingesetzt. Diese Menge von 5725 kg ist aus dem Grunde 28 kg höher als die hergestellte Menge der ungebleichten oberen Schicht, weil zum Anmischen von Zinkoxyd und Tonsil vor dem Ansetzen jeder Charge einige Kilogramm mehrmals eingesetzt werden. Erhalten wurden

| | |
|---|---------|
| an entchlörtem Filtrat | 5546 kg |
| am KW-stoffanteil in Entchlörungsschlamm (ohne Festsubstanz) | 103 " |
| | <hr/> |
| | 5749 kg |

Bei der Entchlörung trat kein Verlust auf.

In die Rohöldestillation wurden 5618 kg eingesetzt. Es fielen an

| | |
|--|---------|
| an Benzin I bis $150^{\circ}C$ | 261 kg |
| an Benzin II über $150^{\circ}C$ | 1065 " |
| an Rohöl | 4162 " |
| an gasförmigen Bestandteilen (C_4 -Fraktion hauptsächlich enthaltend, Litergewicht 1.4) | 50 " |
| | <hr/> |
| Gesamtdestillationsprodukte | 5538 " |
| als unangewiesener Verlust bei der Destillation gleich 1.4 Gew.% der Einsatzmenge | 80 " |
| | <hr/> |
| Einsatzmenge | 5618 kg |

Vakuumdestillation des Rohöles.

In diesem Versuch wurde das Rohöl in den aufgestellten Apparaten der beiden Systeme 1. der Lurgi und 2. der pipe-still-Destillation (wie sie im Hauptlabor entwickelt wurde) destilliert. Die Ergebnisse sind in folgenden Tabellen zusammengestellt:

- a) In die Lurgiapparat wurden eingesetzt: 1422 kg Rohöl mit einer Viscosität V_{50} von $4.5^{\circ}E$ und einem Flammpunkt von $150^{\circ}C$.

| Fraktion | Menge kg | Gew. % vom Einsatz | Beschaffenheit | | Ölkartei-Nummer der Produkte mit Vollanalysen. |
|-------------------------|-------------|-----------------------|--------------------|--------------------|--|
| | | | V ₅₀ | Flpkt. | |
| Kernfrak. | 203.5 | 14.25 | 1.4 ⁰ E | 140 ⁰ C | --- |
| 1. Frakt. | 207.0 | 14.5 | 2.01 | 186 | 1227 |
| 2. " | 222.0 | 15.6 | 3.2 | 214 | 1228 |
| 3. " | 320.0 | 22.5 | 7.05 | 250 | 1233 |
| Rückstd. | 401.0 | 28.2 | 33.8 | 300 | 1234 |
| Frakt. + Rückstd. | 1353.5 | 95.4 | | | |
| Rohölverl. im Filter | 45.5 | 3.3 | | | |
| Verlust | 23.0 | 1.6 | | | |
| Einsatz- menge | 1422 kg | 100 % | | | |

b) In der Pipe-stilé-Apparatur wurden eingesetzt: 2725 kg
Rohöl.

| Frakt.- bezeichnung | Menge kg | Gew. % vom Einsatz | Beschaffenheit | | Ölkartei-Nummer der Produkte mit Vollanalysen. |
|------------------------|-------------|-----------------------|--------------------|--------------------|--|
| | | | V ₅₀ | Flpkt. | |
| Öldestil- lat I | 782 | 28.7 | 1.9 ⁰ E | 150 ⁰ C | --- |
| Rückstd. I | 1915 | 20.2 | 10.5 | 230 | 1226 |
| | 2697 | | | | |
| Verlust | 30 | 1.1 | | | |
| | 2725 kg | 100 % | | | |
| Öldest. I Einsatz | 782 | | | | |
| Öldestil- lat II | 475 | 60.8 | 1.5 ⁰ E | 140 ⁰ C | --- |
| Rückst. II | 308 | 39.4 | 3.75 | 190 | --- |
| | 783 | 100.2 | | | |

Die Lurgi-Vorfraktion und das Öldestillat II aus der pipe-
stilé-Destillation enthalten über 370⁰C siedende Anteile, die als
Schmieröl anzusprechen sind, in folgender Menge:

| | |
|-------------------------------------|--------|
| Öldestillat II | 200 kg |
| Vorfraktion der Lurgi-Destillat. | 53 " |
| zusammen | 253 kg |

Ruhrchemie Siedeanalyse von Oldestillat II. Die Siedeanalysen wurden durch
 Oberhergatter Probdestillation im Vacuum bei 5 mm Hg ausgeführt. Die Daten
 wurden auf Barometerstand umgerechnet.

Siedebeginn 180°C

| | | | |
|------|-----|----------|---------------|
| bis | 300 | 1.6 Vol% | |
| " | 320 | 4.0 " | |
| " | 345 | 25.0 " | , 24.4 Gew. % |
| " | 370 | 59.0 " | , 57.9 " |
| Über | 370 | | 42.0 " |

Der Olanteil über 370°C hat folgende Daten:

Dichte bei 20°C 0.849
 Viscosität bei 50° 3.30°E
 Flammpunkt 205°C

Siedeanalyse von Lurgi-Vorfraktion.

Siedebeginn 205°C

| | | | |
|------|-----|----------|---------------|
| bis | 230 | 1.2 Vol% | |
| " | 270 | 6.4 " | |
| " | 320 | 24.4 " | |
| " | 345 | 46.4 " | , 42.9 Gew. % |
| " | 370 | 76.4 " | , 74.1 " |
| Über | " | | 25.8 " |

Der Olanteil über 370°C hat folgende Daten:

Dichte bei 20°C 0.842
 Viscosität bei 50° 3.50°E
 Flammpunkt 210°C

Rechnet man die Ölmengen, die in den beiden Vorfraktionen
 enthalten sind, zu den destillierten Ölen dazu, so ergeben sich
 folgende Zusammenstellungen:

a) für die Lurgi-Destillation:

| Menge d. Fraktion | Art des Öles | Ölkartei Nr. | Beschaffenheit | | Proz.-Aufteilung des Schmierölanteiles a dest. Rohöl (1204 kg) |
|----------------------|-----------------|-----------------|----------------|--------|--|
| | | | V50 | Flpkt. | |
| 207.0 kg | Spindel- 81 | 1227 | 2.01° | 186° | 17.2 Gew. % |
| 222.0 " | Leicht- 81 | 1228 | 3.2 | 214 | 18.5 " |
| 53.0 " | " | | 3.5 | 210 x) | 4.4 " |
| 321 " | Mittel- 81 1 | 1233 | 7.05 | 251 | 26.6 " |
| 401.0 " | Schwer- 81 2 | 1234 | 33.8 | 298 | 33.3 " |

1204.0 kg Schmierölanteil des Rohöles
 = 89% der dest. Rohölmenge 100.0 Gew. %

x) Diese Analysendaten stammen von den Ölproben, die in der Glas-
 apparatur bei der Probdestillation erhalten wurden

1204.0 kg Schmierölanteil des Rohöles
= 89 % der dest. Rohölmenge
150.6 " unter 370°C siedender Anteil
= 11 % der dest. Rohölmenge

1354.5 kg destillierte Rohölmenge
45.5 " Rohölrest im Filter
22.0 " Destillationsverlust

1422.0 kg Einsatzmenge

b) für die pipe-stilé-Destillation:

| Menge d. Fraktion | Art des Öles | Ölkartei-Nr. | Beschaffenheit V ₅₀ | Flpkt. | Proz. Aufteilung des Schmierölanteiles v. dest. Rohöl (2423 kg) |
|-------------------|--------------|--------------|--------------------------------|---------|---|
| 200.0 kg | Leichtöl | -- | 3.3° | 205° x) | 8.2 Gew. % |
| 308.0 " | " | -- | 3.75 | 190 | 12.7 " |
| 1915.0 " | Mittelöl | 1226 | 10.5 | 230 | 79.1 " |

2698.0 kg Schmierölanteil des Rohöles
= 89.6 % der dest. Rohölmenge
275.0 " unter 370°C siedender Anteil
= 10.4 % der dest. Rohölmenge

2698.0 kg destillierte Rohölmenge
27.0 " Destillationsverlust (1.0%)

2725.0 kg Rohöleinsatz

Aus dem Rohöl sind noch 90 % als Schmieröl zu gewinnen.

In folgenden Tabellensind die Analysendaten der Lurgi-destillationsprodukte getrennt von pipe-stilé-Destillationsölen aufgeführt:

| Ölkartei-Nr. | 1227 | 1228 | 1233 | 1234 | |
|-----------------|---------|----------------------------------|-------|-------|-------------------------------------|
| Dichte bei 20° | 0.833 | 0.841 | 0.851 | 0.865 | Öle aus der Lurgi-Destillation. |
| Visc. bei 50° | 2.01° | 3.16° | 7.05° | 33.8° | |
| Visc. Polhöhe | 1.83 | 1.85 | 2.03 | 1.97 | |
| Flammpunkt | 186°C | 214°C | 251°C | 298°C | |
| Neutralis.-Zahl | 0.017 | 0.029 | 0.029 | 0.057 | |
| Verseifgs.-Zahl | 0.114 | 0.114 | 0.114 | 0.114 | |
| Ölkartei-Nr. | 1226 | Leichtöl-Rohöle (Rückst. '81 II) | | | |
| Dichte bei 20° | 0.849 | 0.849 | | | Öle aus der pipe-stilé-Destillation |
| Visc. bei 50° | 10.48°E | 3.75°E | | | |
| Visc. Polhöhe | 1.81 | 1.82 | | | |
| Flammpunkt | 230°C | 190°C | | | |
| Neutralis.-Zahl | 0.029 | 0.018 | | | |
| Verseifgs.-Zahl | 0.117 | 0.108 | | | |

Die Flammpunkte der Produkte aus der Lurgi-Destillation liegen gegenüber denen aus der pipe-stile-Destillation höher, während die Viscositätspolhöhen der Öle aus der letzteren Destillation im Vergleich zu den Motorenölen aus der Lurgi-Apparatur günstiger ist.

Die n-Öle der Probedestillationen (gleich den über 370°C siedenden Anteilen) ergeben im Durchschnitt eine Viscosität bei 50°C von 7.8°E. Bestimmt man mit Hilfe des Mischungsdiagramms nach Ubbelohde die Viscosität der Mischöle aus den pipe-stile- und den Lurgi-Destillationsprodukten, so ergibt sich im

1. Fall eine Viscosität von 8.1°E und im
2. Fall eine Viscosität von 7.4°E.

Im Mittel stimmen die Daten mit dem entsprechendem Wert der Probedestillationen überein. Wichtig ist, dass das gesamte anfallende Schmieröl als Automotorenöl von einer Viscosität um 8°E bei 50°C in Rechnung zu setzen ist. Dieselöl lässt sich entsprechend der ausgeführten Lurgi-Destillation

- zu einem Drittel in ein Kompressorenöl,
- zu einem Viertel in ein Automotorenöl (Winteröl),
- zu einem Viertel in ein leichtes Maschinenöl

überführen, der Rest von rund 17 % fallen als Spindelöl an, das z.B. zur Schmierfetherstellung verwendet werden kann.

Ausbeute an Öl.

Aus 4162 kg Rohöl lassen sich bei vollständiger Aufarbeitung 3667 kg Öl gewinnen (1204 kg Öl Lurgidestillation plus 2433 kg pipe-stile-Destillation plus 40 kg Öl aus Rohöl-Rest). Auf 5841 kg Crackbenzin bezogen entspricht diese Ölmenge einer Ausbeute von 62.7 Gew.%. Von den Probedestillationen der oberen Schichten aus den einzelnen Synthesechargen ergibt sich als Durchschnittswert eine Ölausbeute von nur 60.5 %. Rechnet man mit der Crackbenzinmenge von 6490 kg, so erhält man bei gleicher Ausbeute eine Ölbildung von 4070 kg Öl. Auf 8650 kg Kogasin (ohne Crackverluste gerechnet) bezogen findet man in Übereinstimmung mit dem unter gleichen Bedingungen ausgeführten Versuch 6 eine Ausbeute von 47 %.

Zusammenstellung der bei der Ölherstellung erhaltenen Produkte
zur Bestimmung des Arbeitsverlustes.

| | |
|---|---------|
| Kontaktöl | 133 kg |
| KW-Stoffe im Entchlörungs- schlamm | 103 " |
| Benzinfraktion I | 261 " |
| " II | 1065 " |
| gasförmige Bestandteile der Destillation | 50 " |
| Ölmenge der Lurgi-Destillation | 1204 " |
| " " pipe-stilö-Destill. | 2423 " |
| Rohölrest im Filter | 45 " |
| Über 370 C siedender Anteil) (Dieselkraftstofffraktion)) | 275 " |
| | 151 " |
| <hr/> | |
| Gesamtmenge der Produkte | 5710 kg |

Der Arbeitsverlust bei der Herstellung der Öle beträgt 131 kg gleich 2.25 %. In dieser Aufstellung ist die Ölbleichung nicht mit enthalten, da die destillierten Öle zum Teil später gebleicht werden.

Menge der Hilfsstoffe.

In den 27 Chargen wurden 39 kg $AlCl_3$ verwendet, auf Crackbenzin bezogen entspricht diese Menge 0.67%. Das Verhältnis $AlCl_3$ zu Schmieröl beträgt 1 zu 94.

Für die Entchlörung wurden 34 kg Tonsil und 34 kg Zinkoxyd verbraucht. Auf Öl bezogen wird 0.92 % Zinkoxyd angewandt.

Die Bedingungen in der Synthese.

Während der Reaktionszeit von 11 Stunden wurde die Reaktionstemperatur 3 Stunden lang auf $50^{\circ}C$,
2 " " " $80^{\circ}C$ und
6 " " " $100^{\circ}C$ eingestellt.

Mit Ausnahme von 3 Chargen wurde auf Crackbenzin bezogen 0.5 Gew.% $AlCl_3$ eingesetzt (s. Menge der Hilfsstoffe).

