

Ruhrchemie Aktiengesellschaft  
Oberhausen-Holten

Oberhausen-Holten, den 3. August 1942

Abt. HL - Cl./Fk.

42/8/19

Herrn Professor Martin  
Dr. Magemann  
Direktor Alberts  
Dr. Goethel

000314

Ist nach der Vorbehandlung, vor der Ölsynthese eine Neutrale-  
des Primärkreislaufbenzins notwendig?

Die die Polymerisation zu Cl störenden alkoholischen Bestandteile in den unter Druck über Eisen oder Kobalt hergestellten Kreislaufbenzinen können nach unseren Versuchen weitgehend dadurch entfernt werden, dass man die Benzine dampfförmig über Tonerde leitet. Wir berichteten über diese Arbeiten abschliessend am 1. Juni unter dem Titel: "Über die Herstellung von Ölen aus Primärprodukten der Benzindrucksynthese. (6. Fortsetzung)." Der gleiche Zweck wird erreicht, wenn man das Benzin kalt mit einer 80 - 85 %igen, mit Salzsäure angesäuerten Zinkchloridlösung schüttelt. In beiden Fällen werden bei dieser Vorreinigung des Kohlenwasserstoffgemisches die sauren und verseifbaren Verunreinigungen nicht mit entfernt. -

Wir beantworteten in dem soeben erwähnten Bericht die Frage, ob es im Interesse einer guten Ölausbeute erforderlich sei, das Benzin auch nachzuneutralisieren, im Abschnitt 5 Blatt 4 mit einer Empfehlung dieser Massnahme. Bei niedriger NZ und VZ sind die Vorteile einer neutralisierenden Behandlung nicht eindeutig zu erkennen.

Wir haben deswegen zur Klärung der Frage noch einmal einen Vergleich mit einem Benzin durchgeführt, das durch eine höhere NZ und VZ charakterisiert ist. Die ermittelten Ergebnisse sind in den Anlagen 1, 2a und 2b zusammengestellt.

I. Untersuchung des Ausgangsbenzins. (Anl. 1)

Es handelt sich um ein über Eisenkontakt hergestelltes Kreislaufbenzin Nr. 106 (Versuch 3342), das im Ofen 14a, 3. Füllung DVA gewonnen wurde. Es gehört also in die Produktionsreihe, über die wir am 13. Juli 42. berichteten. Die Fraktion 60-200<sup>o</sup> wurde nach Reinigung mit ZnCl<sub>2</sub> hälftig unverändert in die Ölsynthese eingesetzt, zur anderen Hälfte vorher in Dampfform bei 200<sup>o</sup> über Natronkalk neutralisiert. Wie aus der letzten Tabelle der Anlage 1 hervorgeht, sind NZ und VZ in diesen beiden Hälften recht verschieden:

	<u>Ausgang</u>	<u>nicht neutralis.</u>	<u>neutralisiert</u>
NZ	0,66	0,38	0,01
VZ	2,45	1,11	0,14

II. Durchführung der Ölsynthesereihen (Anlage 2a und 2b)

Das Verhalten des nicht neutralisierten Benzins geht aus Anlage 2a, das des durch Natronkalk gereinigten aus Anlage 2b hervor. Es erschien uns nicht erforderlich, dies jeweils bei den 11 aufeinander-

000315

418200

folgenden Synthesen alle oberen Schichten bis zum Vak.-  
 Estd. bei 200° aufzuarbeiten; 6 derartige obere Schichten  
 wurden vielmehr gemeinschaftlich als Gemisch destilliert.  
 Der Vergleich zeigt unverkennbar, dass die Entfernung der  
 Säuren und Ester sich auf die Ölausbeute und Kontaktölbeschaf-  
 fenheit günstig auswirkt:

	nicht neutral. <u>Anl. 2a</u>	neutralisiert <u>Anl. 2b</u>
n-Öl Ausbeute	46,2%	49,6%
" V <sub>50</sub>	7,8°	9,1°

Auch fällt das Kontaktöl in grösseren Mengen an und bleibt  
 dünnflüssiger.

Wir benutzten die Gelegenheit, um auch einmal die thermische  
 Stabilität des so hergestellten Rückstandsöle festzustellen.  
 Zu diesem Zweck wurden unter Stickstoffschutz 200 g Öl 3 Std.  
 im Aluminiumblock auf 330° erhitzt. Verglichen mit Gründung  
 ergab sich bis jetzt folgendes Bild:

	<u>V<sub>50</sub> vorher</u>	<u>V<sub>50</sub> sank auf</u>	<u>Flpkt. sank um</u>
Grünring	23°	91-96%	6-9°C
Öl Anl. 2a	7,6	79%	50°C
" 2b	9,7	80%	58°C
(neutral. Ba.)			

Die Reinigung des Benzins mit Natronkalk hat die thermische  
 Stabilität nicht beeinflusst. Weitere Vergleichszahlen mit  
 synthetischen Ölen werden z.Zt. noch geschaffen.

#### Zusammenfassung

Behandelt man ein über Eisenkontakt gewonnenes, mittels ZnCl<sub>2</sub>  
 von Alkohol befreites Kreislaufbenzin dampfförmig zur Sen-  
 kung der NZ (0,66) und VZ (2,45) mit Natronkalk, so werden  
 Ölausbeute und Kontaktöl günstig beeinflusst.

Anlagen

betr. Untersuchung des über Eisenkontakt hergestellten Kreislauf-  
benzins.

1. Gesamtbenzin

Gemisch, AK-Benzin + Kondensatöl Nr. 106 (3542) aus Ofen 14a,  
3. Füllung, Normale Destillation aus 27 kg ergab:

Fraktion bis 60° = 17,4 %  
" 60 - 200° = 48,5 %  
Rückstd. 200° = 33,8 %  
Destill. Verlust = 0,3 %

2. Fraktion 60 - 200°

Die Fraktion wurde mit salzsaurer, kalter 80 %iger ZnCl<sub>2</sub>-Lösung  
1:1 geschüttelt. Die Hälfte des Produktes wurde unverändert für  
die Ölsynthese verwandt, die andere Hälfte vorher durch Über-  
leiten der Dämpfe über Natronkalk bei 200° neutralisiert.

Analyse:

3348

	vor ZnCl <sub>2</sub>	nach ZnCl <sub>2</sub> -Behandlung	
		nicht neutralis.	neutralisiert
d <sub>20</sub>	0,713	0,714	0,712
NZ	0,66	0,38	0,01
VZ	2,45	1,11	0,14
OH Zahl	21,8	0,16	0,10
SP Zahl	61 %	60 %	60 %

Betr.: Durchführung einer Ölsynthesereihe mit nicht neutralisiertem Benzin Fraktion 60 - 200°

Bedingungen: 400 g Benzin 9 Std. 95°

3348/1

Synthese Nr.	AlCl <sub>3</sub>	Kont.öl neu	Rest-olefine	Öldestilat	n-Öl 200° D. Ausbeute	V <sub>50</sub>	VPH
	%	%	%	%	%	°E	
I	4	8,5	3	-	-	-	-
II	2	4,8	5	11,-	45,-	7,9	1,74
III	2	3,5	4	10,3	48,3	8,4	1,74
IV	2	1,8	-	-	-	-	-
V	2	2,3	-	-	-	-	-
VI	2	3,-	10	13,5	42,8	7,5	1,70
VII	2	-1,3	-	-	-	-	-
VIII	2	+0,-	-	-	-	-	-
IX	2	6,8	-	-	-	-	-
X	2	-2,3	15	15,7	43,3	7,9	1,71
XI	2	+0,-	-	-	-	-	-
IV, V, VII-obere IX, XI Schicht	-	-	8	16,5	47,1	7,8	-
Mittel	-	2,5 %	8 %	14,9 %	46,2 %	ca. 7,8°	ca. 1,72

Kontaktöl wird ab Nr. VII dickflüssiger.

betr.: Ölsynthesereihe mit über Natronkalk neutralisiertem Benzin Fraktion 60 - 200°

Bedingungen: 400 g Benzin 9 Std. 95°

3348/2

Synthese Nr.	AlCl <sub>3</sub>	Kont.öl neu	Rest-olefine	Öldestilat	n-Öl 200° D. Ausbeute	V <sub>50</sub>	VPH
	%	%	%	%	%	°E	
I	4	9,-	3	8,-	46,5	11,1	1,74
II	2	4,3	5	8,-	48,5	8,3	-
III	2	3,5	3	11,8	49,5	9,6	1,74
IV	2	3,3	-	-	-	-	-
V	2	4,3	-	-	-	-	-
VI	2	1,5	3	10,8	49,-	9,7	1,76
VII	2	3,-	-	-	-	-	-
VIII	2	3,3	-	-	-	-	-
IX	2	1,5	-	-	-	-	-
X	2	4,3	2	10,8	49,3	9,6	1,76
XI	2	2,8	-	-	-	-	-
IV, V, VII-obere IX, XI Schicht	-	-	5	10,6	50,4	8,7	1,73
Mittel	-	3,7 %	4 %	10,4 %	49,6	ca. 9,1°	ca. 1,74

Kontaktöl bleibt dünnflüssig. Durchschrift