



eing.: 20.MRZ.1942

Tätigkeitsbericht Nr.14.

Herstellung von synthetischen Motorenölen
Verarbeitung von Extrahartparaffin der Ge-
werkschaft Viktor-Rauzel.

Die Crackung dieses Paraffins verlief ohne Schwierigkeiten. Es war jedoch erforderlich, die übergegangenen Olefine dauernd auf ihren Paraffingehalt zu überprüfen.

Um eine gute Olefinausbeute zu erhalten, und um die hochsiedenden Olefinanteile noch einigermaßen zu erhalten, wurde an der Meßstelle 13 (Übergang am Kühler) nur wenig gekühlt, was auch schon deshalb erforderlich war, da das Siedeende der Olefine schon bei 290° lag und der Viscositätsindex auch stark von den höheren Olefinfraktionen abhängig ist. So wird z.B. der Viscositätsindex leicht um einige Werte höher gebracht, wenn der Anteil an hochsiedenden Olefinen erhöht wird.

Auf der anderen Seite bestand die Möglichkeit, daß bei zu schwacher Kühlung und besonders bei Anwendung von Dampfmengen über 5 Liter in der Stunde Paraffin im Dampf und Gasstrom mitübergehen kann und den Stockpunkt der Öle beträchtlich verschlechtern kann, sodaß unter Umständen eine nachfolgende Destillation der gesamten Olefine stattfinden muß. Aus den Siedeanalysen des Rücklaufparaffins ist zu ersehen (Destillation Nr.345), daß das hochmolekulare Paraffin im Verdampfer und in der Kolonne bei einem einmaligen Durchgang nur teilweise abgebaut wird.

Es stellte sich während der Crackung als zweckmässig heraus, die Verdampfertemperaturen nicht zu hoch zu wählen -Höchsttemperatur 420° -, um eine zu starke Spaltung zu vermeiden; weiterhin war es zur Erzielung guter Olefinausbeuten erforderlich, die Kolonnentemperaturen normal zu halten, da durch eine zu weitgehende Spaltung der primär gebildeten höheren Olefine die gewünschten Siedegrenzen der Gesamtolefine nicht erreicht werden. Zunächst wurde mit 0 Liter Dampf pro Stunde und später während einer längeren Crackperiode mit 5 Liter in der Stunde gefahren.

Bei richtiger Einstellung der Verdampfer, Kolonnen und Übergangstemperaturen werden gute Olefinausbeuten und Umsätze erzielt. So konnten zeitweise pro Tag 1250-kg Olefine erhalten werden, ohne daß Paraffin mit überging.

Aus der Tabelle der Siedeanalyse ist zu ersehen, daß nicht immer ein Paraffin-
gehalt der Olefine feststellbar ist. Die Olefine nach Siedeanalyse 4 zeigen
bei Untersuchung des Siedeanalysenrückstandes noch keinen wesentlichen
Paraffingehalt, ergeben jedoch ein Öl mit Stockpunkt $+18^{\circ}$, während andere
Öle mit denselben Olefinwerten gute Öle ergaben.

Die Crackung wurde vom 26.9.-8.10.41 durchgeführt und ergibt für 290 Stunden
Crackdauer einen Durchschnittswert von 36,6 kg Olefinen pro Stunde. Die
Olefinausbeute beträgt auf Paraffin bezogen 73,1 %. Das angelieferte Paraffin
wurde bis auf einen Crackrückstand von nur 1,3 % gecrackt, ohne daß eine
Verschlechterung der Öle auftrat. An Koks wurden 63 kg im untersten Kolonnen-
teil festgestellt; der Verdampfer war frei von Koksansätzen. Die Polymeri-
sationen verliefen normal.

Vergleicht man die Ölausbeuten mit denen, die bei Verarbeitung des Schwarz-
heide-Extrahartparaffins erhalten wurden, so ist zu berücksichtigen, daß die
Ausbeuten bei dem Schwarzheide-Öl sich auf nichtraffiniertes Öl beziehen.
Die Ausbeuten an Dicköl sind also bei beiden Produkten annähernd gleich hoch,
während die Ausbeute an leichtem Motorenöl bei Rauxelparaffin höher ist.
Auch hier können bei zweckmässiger Verarbeitung noch höhere Ölausbeuten er-
zielt werden.

1. Herrn Dir. Dr. Müller-Gunrad
1. " Büro Sparte I
6. " Nordd. Mineralölwerke Stettin G.m.b.H.

gez. G. Wietzel

Anlagen

- 1) Crackdaten und Crackbilanz
- 2) Tabelle der Paraffinanalysen
- 3) Tabelle der Olefinanalysen
- 4) Siedeanalyse der Gesamtolefine
- 5) Laborversuche, schwere Motorenöle
- 6) Laborversuche, leichte Motorenöle
- 7) Betriebspolymerisationen, Dicköl
- 8) Betriebspolymerisation, Schweres
Motorenöl
- 9) Betriebspolymerisationen, Leichte
Motorenöle

Crackdaten und Crackbilanz.Betriebstemperaturen.

Verdampfer, Höchsttemperaturen	410 - 430°
Höchsttemperatur, Crackzone	505 - 513°
Verbindung Kolonne-Dephlegmator	450 - 460°
Temperatur Olefinabgang nach dem Kühler (Meßstelle 13).	120 - 148°

Dampf 5 - 8 Liter/pro Stunde.

Crackbilanz.

Paraffin eingeschmolzen	14 683 kg
" crackrückstand	198 kg = 1,3 %
" aus Olefindestillation	293 kg
Paraffin gecrackt	14 387 kg
Flüssige Olefine	10 225 kg
Olefine aus Kohleturm	395 kg = 3,7 % der Gesamtolefine
Gesamtolefine	10 620 kg
Olefinausbeute auf Paraffin bezogen	<u>73,1 %</u>
Koks in Kolonne	63 kg
Abgasmenge	2 100 m ³
Abgas aus Kohleturm	36 m ³
Kühlwasserverbrauch	25 m ³
Umsatz: Durchsatz	ca 26 %
Gesamtolefine pro Stunde	36,6 kg.

Vakuum Siedeanalyse von Extrahartparaffin der Gewerkschaft Viktor/Rauxel.

Dest.Nr.	Ausgangsprodukt	Anilinpunkt	d 70°	Fraktion 0,6 mm	umgerechnet auf 760 mm	%	Anilinpunkt	d 70°
337	15 to Lieferung August 1941 Schmelzpunkt 92°	130	0,7830	106-200 200-250 250-275 275-335 Rückstand	300-410° 410-475° 475-505° 505-575° über 575°	13 24,4 29,6 19,0 14,0	109 122 128 137 156	0,7617 0,7767 0,7822 0,7906 0,8040
344	Rücklauf aus Versuchs- betrieb nach 84 Stunden	118	0,7749	101-150 150-175 175-200 200-225 225-265 Rückstand	300-360° 360-380° 380-410° 410-440° 440-490° über 490°	23,3 17,4 18,6 13,8 23,9 3,0	90 99 109 115 121 131	0,7618 0,7674 0,7745 0,7792 0,7847 0,7942
345	Rücklauf aus Versuchs- betrieb nach 180 Stunden. Bromzahl 40	105,5	0,7787	107-150 150-175 175-200 200-225 225-260 Rückstand	300-360 360-380 380-410 410-440 440-485 über 485	17,2 27,0 17,0 14,1 17,9 6,0	114 94 105 112 120 129,5	0,7632 0,7714 0,7786 0,7836 0,7884 0,8029
346	Crackrückstand aus Ver- suchsbetrieb	116	0,7808	bis 75° 75 - 125 125-150 150-200 200-250 250-287 Rückstand	bis 255 255-320 320-360 360-410 410-475 475-515 über 515	3,4 9,4 10,0 18,8 33,4 13,0 12,0	- 74 85 98 110 128 143	- 0,7532 0,7632 0,7750 0,7836 0,7886 0,8020

Siedeanalysen der Olefine.

Siedeanalyse Nr.	Brom- zahl	Anilin- punkt	Erstarrungs- punkt	Siedeanalyse Vol. %				CO, Vorfl. Vol. %	Dest. Rückst. Vol. %	Promzahl Rückst.	Erstarrungspkt. Rückst.	Temperaturen			Dampf
				-100°	-200°	-260°	his					Verd.	Kolonne	Meßst. 13	
1	119	-	-	20	74	-	+	1	17	75	- 9	437°	506	130	ohne
2	117	-	-	21	73	92	-290 95	4	1	60	+17	431°	506	98	8 L
3	108	48	+ 22	8	50	84	-300 95	3	1,5	49	+12	400°	506	130	8 L
4	112	47	- 30	16	56	92	-	5	2,5	43	+11	400°	506	139	8 L
5	107	50,5	- 28	11	48	79	-294 96	1	2	50	+ 8	400°	506	148	8 L
6	113	49,5	- 28	13	51	78	-284 94	2	3,5	45	+ 5	420	507	146	0 L
7	123	44	- 34	7	61	86	-290 94	3	3	48	+ 14	Olefine, Tank I.			
8	131	44	- 34	13	56	84	-284 95	3	3	60	+ 3	420	512	146	5 L
9	123	43	- 33	18	54	84	-274 94	1	4	59	+ 2	420	510	147	5 L
10	109	44	- 18	12	59	88	-278 94	1	2,5	41	+ 12	Olefine, Tank II			
11	109	48	- 26	11	50	79	-293 95	2,5	2,5	50	+ 7	Olefine, Tank III			
12	118	45	- 35	17	55	84	-290 94	4	1,5	41	+ 7	Gesamtolefine.			

Siedeanalyse der Gesamtolefine.

Bromzahl 118

n.D. 20° 1,4211

d 20° 0,736

Anilinpunkt + 45°Erstarrungs-
punkt - 35°

Siedebeginn 60°

bis 70° 2 cc

- 80° 4 cc

- 100° 17 cc

- 120° 24 cc

- 140° 31 cc

- 160° 38 cc

- 180° 47 cc

- 200° 55 cc

- 220° 66 cc

- 240° 79 cc

- 260° 84 cc

- 280° 90 cc

- 290° 94 cc.

Kohlensäurevorlage 1,5 cc

Rückstand 4 cc

Bromzahl 40,6

Erstarrungspunkt + 7°

Laboratoriumsversuche, Polymerisation auf schwere Motorenöle je 500 g Olefine.

Nr.	Verdünner	Alum.- chlorid	T°	Dauer	Brom- zahl	E° 38°	E° 99°	V.Z.	Flamm- pkt.	Anilin- pkt.	Stock- pkt.	Konradsen fest	Olefine Siedeana- lyse Nr.	Ausbeute auf Paraffin	
3066	100	4	60	16	28	50,85	4,00	107	242	135	-35	-	1	-	ämtliche Öle
3067	100	4	60	16	31	52,78	4,10	111	248	142	-30	-	2	-	nicht raffi- niert
3068	100	4	60	16	21	39,56	3,78	118	249	142	-37	-	3	-	
3069	100	4	60	16	22	65,5	3,71	83	246	142	+18	-	4	-	
3070	100	4	60	16	20	31,4	3,28	118	240	137	-35	-	5	-	
3071	100	4	60	16	21	33,4	3,25	113	232	138	-30	-	6	-	
3072	100	3	65	16	28	33,3	3,18	111	246	138	-45	-	7	53,6 %	
3073	100	3	75	16	24	27,5	2,86	111	246	132	-46	-	7	54,6 %	
3074	-	4	40	16	29	69,5	5,08	113	288	145	-38	-	7	44,0 %	
3075	100	3	70	16	31	29,9	2,91	109	251	135	-45	-	7	53,6 %	
3076	100	3	70	16	24	34,38	3,25	112	251	134	-34	-	8	-	

Laboratoriumsversuche, Polymerisation auf schwere Motorenöle je 500 g Olefine.

Nr.	Ver- dünnung	% Alum. chlorid	T°	Dauer	Brom- zahl	E° 38°	E° 99°	V.Z.	Flamm- pkt.	Anilin- pkt.	Stock- pkt.	Monradsen fest	Olefine Sae. Ana- lyse Nr.	Ausbeute auf Paraffin	
3077	100	3	70	16	30	31,61	3,19	115	245	134	-42	-	9	54,6 %	sämtliche Ö nicht raffi- niert.
3082	100	3	70	16	26	29,49	3,04	115	249	136	-46	0,083	10	55,2 %	
3084	100	4	75	16	25	34,45	3,33	115	256	137	-51	-	10	-	
3085	100	3	70	16	26	25,67	2,81	114	248	134	-46	-	11	-	
3086	-	4	40	20	25	74,0	5,54	114	293	146	-27	0,14	11	49,20	
3095	100	3	70	16	25	29,10	3,06	115	260	139	-47	-	11	54,0	
3096	-	5	40	18	28	36,83	5,30	115	304	145	-40	-	11	45,3	
3097	100	3	x)	9	21	50,69	4,26	114	268	150	-46	-	11	53,5	
3098	100	3,5	70	16	24	31,6	3,18	115	268	141	-45	-	11	53,5	

x) 4 Stunden bei 40°
5 Stunden bei 90°.

Laboratoriumsversuche, Polymerisation auf leichte Motorenöle je 500 g Olefine.

Nr.	Ver- dünnung	% Cl ₃	% NaCl	T°	Dauer	B ₂ Z.	E ₃₈₀	E ₉₉₀	V ₂ Z.	Flamm- pkt.	Anilin- pkt.	Stenck- pkt.	Konradsen fest	Olefine sde. Ana- lyse Nr.	Ausbeute an Paraffin	
3087	100	3	--	100	10	24,5	17,7	2,25	107	240	133	-48	0,088	12	55,6	die Ole sind nicht raffi- niert
3088	200	3	--	100	10	24,8	13,5	1,96	104	235	127	-44	0,080	12	58,7	
3089	100	3	--	100	10	25,6	15,6	2,06	98	228	128	-45	--	12	57,2	
3090	100	3	--	110	10	17,4	25,2	2,7	113	241	135	-44	--	12	53,6	
3091	100	3	--	120	10	15,8	26,9	2,84	113	235	134	-44	--	12	53,2	
3092	100	2 1/2	--	110	10	24,6	15,6	2,09	102	233	128	-44	--	12	55,8	
3099	100	3	--	100	10	22,9	21,9	2,50	109	231	132	-45	0,150	12	59,8	mit Schlamm verarbeitet
3080	100	2 1/2	--	110	10	24,3	18,6	2,25	104	236	127	-44	0,166	12	59,2	mit Schlamm verarbeitet
3078	100	3	--	100	10	26,1	15,4	2,11	105	235	135	-42	--	11	54,6	
3079	100	2	--	100	10	31,2	12,7	1,90	95	230	124	-44	--	11	56,0	
3080	100	3	2	100	10	30,7	13,8	2,02	105	231	124	-44	--	11	54,4	
3080	100	2	--	120	10	29,3	14,4	2,05	106	242	125	-45	--	11	54,4	

Betriebspolymerisationen auf Dicköl.

	Partie	Partie	Partie
	203	204	205
Olefine kg	1585	1500	1507
Aluminiumchlorid %	5	5	5
Temperatur	35°	40°	40°
Dauer in Stunden	38	22	32
Bromzahl	27	26	27
Rohöl kg	1227	1220	1154
Schlamm kg	234	224	212
Vorlauf kg	828 kg für P.203/204/205 zusammenverarbeitet		
abdestilliert	22,9 %	"	"
Rückstand	2676 kg		
Raffination mit 4 % Tonsil			
Fertiges Öl	2532 kg		
Viscosität E°50	33,5		
" E°99	4,92		
Viscositätsindex	115		
Flammpunkt	278°		
Anilinpunkt	142°		
Stockpunkt	-33°		
Ausbeute auf Paraffin bezogen	40,3 %		
Verluste bei Polymerisation und Schleudern	8,6 %	} auf Olefine bezogen.	
Verlust bei Destillation	2,7 %		
Ausbeute auf Olefine bezogen:	55,1 %		

Polymerisation auf schweres Motorenöl.

Partie 209.	
Olefine kg	1500
% Aluminiumchlorid	3
Temperatur	70°
Dauer in Stunden	16
Bromzahl	26
Rohöl	1477
Schlamm	164 x)
Vorlauf kg	472
Rückstand kg	330
Fertigöl nach Raffination	875 kg
E° 38	28,96
E° 99	2,96
Viscositätsindex	114
Flammpunkt	287°
Anilinpunkt	137°
Stoßpunkt	-38°
Ausbeute auf Paraffin bezogen	42,6 %
Ausbeute auf Olefine bezogen	58,3 %.
Raffinationsverlust	5,9 %.

x) nach Schlamm aus Polymerisation Nr.208.

Anlage IX.

Betriebspolymerisationen auf leichte Motorenöle.

	Partie 206	Partie 207	Partie 208	Partie 209
Olefine kg	1500	1517	310 ^{x)}	1220
Verdünner kg	450	450	450	360
Aluminiumchlorid %	3	3	3	3
Natriumchlorid %	2	2	2	2
Temperatur	100°	100°	100°	100°
Dauer in Stunden	10	16	16	16
Drehzahl	26	19	17	17
Rohöl kg	1645	1690	596	1304
Schlamm kg	100	94	84	70
Rohöl, Gesamt für alle Partien	5300 kg			
Destillationsrückstand	3528 kg			
Vorlauf	1552 kg			
Fertiges Öl raff. mit 4 % Tensil	3323 kg			
Verluste Polymerisation u. Schleuern auf Olefine bezogen (einschl. Vorlauf)	15,2 %			
Fertigölausbeute bezogen auf Olefine	78 %			
Raffinationsverlust	5,8 %			
Fertiges Öl, Ausbeute auf Paraffin bezogen	53,3 %			
Viscosität E° 38	16,52			
E° 99	2,10			
Viscositätsindex	111			
Flammpunkt	214°			
Anilinpunkt	128°			
Stockpunkt	-33°			

x) Es wurden irrtümlicherweise 310 kg statt 1500 kg eingepumpt.