

Paraffinöl Totalkosten

3517-7

24.1.1942 Dr. Bstr/Br. 0

30/4.03

hlu

B

Empf. 12. FEB. 1942

Handwritten notes

Beitrag
28. JAN. 1942

Tätigkeitsbericht Nr.13.

Herstellung von synthetischen Motorenölen.
Verarbeitung von Extrahartwachs der Schaffgotsch-
werke Odertal.

Im Juni 1941 wurden 15 To Extrahartwachs angeliefert, die im Oppauer Versuchsbetrieb auf Motorenöl verarbeitet werden sollten.

Vom 16.8.41 - 27.8.41 wurde versucht, dieses Paraffin in derselben Weise und bei den gleichen Temperaturen wie bei der Crackung von Schwarzheide-Hartparaffin zu verarbeiten.

Es gelang jedoch nicht, die Crackung auch nur einigermaßen befriedigend durchzuführen.

Trotz stärkster Kühlung am Dephlegmator-Übergang waren die Olefine dauernd paraffinhaltig, da stoßweise Paraffin mit Übergang und deshalb die Temperaturen an dieser Meßstelle nicht einzuhalten waren.

Auch in Perioden, in denen die Apparatur anscheinend normal lief, waren die Olefine noch paraffinhaltig. Es wurde durch Beobachtung der Kolonnen-temperaturen festgestellt (Fallen der Temperaturen im unteren und mittleren Kolonnenteil), daß sich Paraffin in der Crackkolonne anstaut, um dann plötzlich ab und zu nach Erreichen der höheren Temperaturzone stoßweise zu verdampfen und zu cracken.

In einer normalen, nur ca 1 Stunde dauernden Betriebsperiode wurden Olefine mit folgenden Daten abgenommen:

Temperatur Meßstelle 11	=	404°
" " " 13	=	116-126°
Dampf		5 Liter/h
Bremzahl der Olefine	=	96.

Siedeanalyse:

Siedebeginn	50°	
bis	60°	= 2 cc
" -	100°	= 20 cc
" -	120°	= 30 cc
" -	140°	= 40 cc
-	160°	= 43 cc
-	180°	= 64 cc
-	200°	= 67 cc
-	220°	= 74 cc
-	254°	= 90 cc
CO ₂ Vorlage		= 1 cc
Rückstand		= 9 cc
B.Zahl Rückstand		= 42
Erstarrungspunkt		= +20°

Polymerisation dieser Olefine:

Motorenöl	Englergrade	99°	= 2,43
	Viscositätsindex		= 106
	Flammpunkt		= 238°
	Anilinpunkt		= 127°
	Stichpunkt		= -29°

Im Durchschnitts zeigten jedoch die Olefinproben Daten, die folgender Proben entsprechen:

Temperatur Meßstelle	11	= 504°
" " "	13	= 122°
Dampf 5-10 Liter/h		
Bromzahl	122.	
Siedebeginn	40°	
-	60°	= 3 cc
-	100°	= 20 cc
-	150°	= 43 cc
-	200°	= 62 cc
-	220°	= 70 cc
-	240°	= 80 cc
-	253°	= 90 cc

./.

CO ₂ Vorlage	=	1 cc
Rückstand	=	9 cc
B.Zahl Rückstand	=	40
Erstarrungspunkt	=	+25°

Die entsprechende Polymerisation ergibt folgende Daten:

Englergrade bei 99°	=	2,83
Flammpunkt	=	225
Anilinpunkt	=	125
Stockpunkt	=	-418°

Nach stärkerem Eindicken dieses Öls werden die Stockpunkte nicht verbessert.

Durch Variieren der Versuchsbedingungen wurde versucht, bessere Ergebnisse zu erhalten, doch führten Temperaturänderungen im Verdampfer und in der Kolonne zu keinem Erfolg.

Die Cracking wurde deshalb abgebrochen und die angefallenen Olefine durch Destillieren vom Paraffin abgetrennt.

Es fielen an:

5 489 kg paraffinhaltige Olefine
<u>267 kg Kohlenstoffolefine</u>
5 756 kg Gesamtölefine.

Nach der Destillation wurden erhalten:

~~4 110 kg Olefine mit einem Siedende 230°~~

1 307 kg Paraffinhaltige Olefine.

Beim Ausbau der Apparatur wurden 65 kg leichtes Koks im untersten Teil (Calotte) der Kolonne festgestellt.

Der Crackrückstand betrug 4 267 kg.

Das ungünstige Crackverhalten des Schaffgotsch-Paraffins ist zunächst nicht verständlich.

Beide Paraffine, Schwarzheide Extrahartparaffin und Schaffgotsch-Extrahartwachs sind ziemlich reine Produkte. In der Analyse zeigen sich kaum Unterschiede.

Bei Schwarzheide Extrahartparaffin sieden über 325° 0,6 mm (=560°/760 mm) 17,7 % und bei Schaffgotsch Paraffin 26,0 %, wobei aber die Daten des Schaffgotsch Paraffins im Destillationsrückstand nicht schlechter sind.

Es ist aber leicht möglich, daß die Konstitution sehr hochsiedender Paraffinanteile trotz günstiger analytischer Daten eine andere ist.

So können höhere Paraffine Verzweigungen aufweisen, die auf die Spaltbarkeit einen Einfluß ausüben. Auffallend ist bei vorliegender Crackung, daß nur Olefine mit einem Siedebereich bis maximal 260° entstehen. Es ist möglich, daß das Paraffin schon bei den herrschenden Verdampfertemperaturen von $410-430^{\circ}$ zum größten Teil gespalten wird und die höheren Olefine beim Durchgang durch die Crackkolonne weitgehend durch eine zweite Crackung abgebaut werden.

Um diese Fragen zu klären, sind jedoch mehrere Versuche erforderlich, die im Rahmen vorliegender Crackung nicht angestellt werden konnten. Außerdem besteht noch die Möglichkeit, daß bei der Crackung überhaupt keine höheren Olefine über 260° entstehen, was ebenfalls auf eine besondere Konstitution dieses Paraffins hindeuten würde.

Vergleicht man den Betriebsversuch mit einer Laborcrackung vom September 1940, so muß man feststellen, daß zwar Öle mit einem V.J. von 116 erhalten würden bei einer ziemlich schlechten Ausbeute von 33% - doch lag damals ein Paraffin vor, das mehr niedersiedende Anteile aufwies.

Durch das Fehlen von höhersiedenden Olefinen in den zur Polymerisation angewandten Destillatolefinen ergibt sich ein Öl, dessen V.J. nicht über 110 gemessen wird.

Anlage: Tab. 1 Paraffinanalyse
" 2 Ölpolymerisationen.

G. Wietzel

gez. G. Wietzel

- 1 \emptyset Dir. Dr. Müller-Cunradi
- 1 " Büro Sparte I
- 1 " Dr. Wietzel
- 1 " Dr. Baumeister
- 3 " Ammoniaklabor.
- 6 " Norddeutsche Mineralölwerke

Tabelle 1.

Schaffgotsch-Extrahartwachs 15 To Lieferung

Siedeanalyse 0,6 mm.

Anilinpunkt	Dichte 70°	Fraktion		Fraktion		Fraktion		Fraktion		Rückstand	
		157-225 = 360-443°	0,6 mm 760 mm	225-250 = 443-463	0,6 mm 760 mm	250-300 = 463-533°	0,6mm 760mm	300-325° = 533-563°	0,6mm 760mm	über 325° = " 563°	0,6mm 760mm
- 137	0,7919	11,4 % A.P. 114 d ₇₀ 0,7765		19,3 % A.P. 120 d ₇₀ 0,7787		30,9 % A.P. 128 d ₇₀ 0,7872		12,4 % A.P. 131 d ₇₀ 0,7939		26 % A.P. 155 d ₇₀ 0.8071	

Tabelle 2.

Betriebspolymerisationen.

Partie	200	201	202
Olefine Kg	1500	1200	1410
Verdünner Kg	242	—	272
Aluminiumchlorid %	5 %	5	3 x)
Temperatur	65°	40°	100°
Dauer in Stunden	16	40	16
Bromzahl Rohpolymerisat	30	32	33
Schlamm Kg	301	170	90
Rohöl Kg	1369	836	1447
Verlauf abdestilliert %	19	20	25
Destillationsrückstand	1075	651	1019
Ausbeute auf Paraffin	—	—	—
Raffination mit Tonsil	1020	588	1010
Englergrade 38°	30,50	27,85	17,6
" 99°	2,96	4,13	2,14
Viskositätsindex	110	111	98
Anilinpunkt	131	136	121
Stockpunkt	-31	-30	-42
Flammpunkt	256	271	226
Conradson	—	—	—

x) mit Zusatz von 2% NaCl.