3517-12

30/4.03

Hüf.: 14. AUG. 1940

5. August 1940. Fe.
13. 8. 40.

hhe

Tätigkeitsbericht Nr. 10.Herstellung von synthetischen Schmierölen.Verarbeitung von Neutralölgatsch der "Nerag" Hanover.

In der Oppauer Crackanlage wurden vom 11.VI. 1940 bis 17.VI. 1940 im Auftrage der "Norddeutschen Mineralölwerke Stettin GmbH" 7080 kg Neutralölgatsch verarbeitet und die erhaltenen Crackprodukte anschliessend zu schweren Motorenölen polymerisiert. Die Crackung erfolgte bei den angewandten Temperaturen einwandfrei und es kann trotz der nur 6 Tage währenden Crackung der Schluß gezogen werden, daß größere Mengen ebenfalls ohne Schwierigkeiten verarbeitet werden können. Die Crackung wurde bis auf einen Rückstand von 510 kg = 7,76 % durchgeführt.

Das Verhältnis Umsatz:Durchsatz, = 22,9 % zeigt, daß man bei einer entsprechenden Zurücksetzung der Temperatur noch zu etwas höheren Ausbeuten an Crackprodukt kommen kann.

Nach einer Versandnote der "Nerag" vom 18.V. 1940 sollten 7620 kg Neutralölgatsch angeliefert sein, während jedoch bei einer amtlichen, hier vorgenommenen Gewichtskontrolle nur 7080 kg festgestellt wurden. Die Ausbeute an Crackprodukten (76,9 %) wird auch durch eine im Jahre 1939 durchgeführte Crackung von Neutralölgatsch bestätigt. Die verhältnismässig hohe Ausbeute an Crackprodukt fällt zunächst auf; bei Verarbeitung der Öle zeigte es sich jedoch, daß entsprechend mehr Vorlauf abdestilliert werden mußte, um zu genügend viscosen Ölen zu gelangen, obwohl bei der Crackung die nieder siedenden paraffinischen Anteile scharf abgetrennt wurden.

Nach beendeter Crackung wurde der Verdampfer geöffnet. Nur in einzelnen, den Heizgasen besonders ausgesetzten Röhren war ein geringer Koksbelag in Stärke von 1-2 mm festzustellen. Der untere Teil des Dephlegmators, in den die heißen Crackgase und Paraffindämpfe eintreten, war sauber. Die Kolonne selbst wurde nicht geöffnet; an die Kolonne war der beheizte Sammelbehälter für zurückfliessende nicht verdampfbare Anteile angeschlossen.

Die Polymerisationen machten einige Schwierigkeiten. Schon bei den Laboratoriumsversuchen fiel es auf, daß unter sonst üblichen Bedingungen verhältnismässig dünne Öle anfielen, sodaß mehr Vorlauf abdestilliert werden mußte,

um zu genügend viscosen Ölen zu kommen.

Die Betriebspolymerisationen verliefen weniger energisch, wie bei anderen Produkten; so mußte noch Aluminiumchlorid nachgegeben werden, da die Bromzahl der Polymerisate nur sehr langsam abnahm. Es muß noch festgestellt werden, ob die Rührgeschwindigkeit bei der Polymerisation der Nerag Produkte einen besondern Einfluß hat.

Die Ausbeuten an schwerem Motorenöl, Partie 162 und 163 betragen 45,6%. Nach früheren technischen Versuchen wurden 47% erreicht. Nach zuletzt vorgenommenen Laboratoriumsversuchen zeigte es sich, daß man noch auf eine Ausbeute von über 50% kommen kann.

Um bei der Herstellung des Dicköls auf die erforderlichen Viscositäten zu kommen, mußte bei Temperaturen von 30° gearbeitet werden, was die Polymerisationsdauer erheblich verlängerte.

Anlagen:

- 1) Crackdaten und Crackbilanzen
 - 2) Untersuchungsergebnisse der Ausgangs- und Endprodukte der Crackung. Analysen der raffinierten Produkte
 - 3) Gasanalyse
 - 4) Siedekurven der Crackolefine
 - 5) diverse Daten
-
- 6/7) Betriebspolymerisationen.

W. Baumeister

Verteiler:

Herrn Dir. Dr. Müller Cunradi	1x
Herrn Dir. Dr. Pier	1x
Herrn Dr. Ringer	2x
Herrn Dr. Baumeister	2x
Ammon.-Lab.	1x
Norddeutsche Mineralölwerke	6x

gez. G. Wietzel

Anlage 1.

Betriebstemperaturen der Anlage.

Temperaturen Verdampfer : Von	370- 410°
Verbindung Verdampfer-Kolonne:	410°!
Crackkolonne unten :	492°
Crackkolonne, heißeste Stelle:	498°
Verbindung Kolonne-Dephlegmator:	480°
Dephlegmator unten :	340-345 °
Dephlegmator oben :	166°

Crackbilanz.

Argeteertes Produkt :	7080 kg
hiervon gecrackt :	6570 kg
Crackrückstand (7,76%) :	510 kg
Flüssige Olefine :	4869 kg
Olefine aus Kohleturm :	187 kg
Gesamtolefine :	5056 kg
Gas + Verlust :	1514 kg
Ausbeute an Crackolefinen ohne Kohleturm :	74,10 %
Ausbeute an Crackolefinen mit Kohleturm :	76,90 %
Gas + Verlust :	23,10 %
Verhältnis Umsatz: Durchsatz :	22,90 %
Betriebsstunden :	140
gecracktes Paraffin pro Stunde :	46,9 kg
Gesamtolefine pro Stunde :	36,1 kg
Gasverbrauch Verdampfer :	9900 m ³ (1m ³ =1500 W.E.)
" Kolonne ^{x)} :	7600 m ³
x) einschließlich mitbeheiztem Behälter für Asphalt :	17500 m ³
Gesamter Gasverbrauch :	

Anlage 3 und 4

Gasanalyse vom 13.VI. 1940.

vor dem Kohleturm abgenommen.

O ₂ -	0,05 %
CO -	0,20 %
H ₂ -	1,60 %
N ₂ -	0,55 %
C ₂ H ₄ -	21,50 %
C ₃ H ₆ -	19,20 %
C ₄ H ₈ -	9,00 %
C ₅ H ₁₀ -	5,00 %
höhere Olefine -	0,60 %
CH ₄ -	16,0 %
C ₂ H ₆ -	13,55 %
C ₃ H ₈ -	9,65 %
C ₄ H ₁₀ -	2,10 %
C ₅ H ₁₂ -	0,85 %
höhere Paraffine -	0,15 %

Siedeanalyse der Gesamtolefine.

n.D. = 1,4221 d 20° = 0,742 B.Z. = 110

-50°	1 cc
-70°	7 cc
-90°	15 cc
-100°	19 cc
-120°	27 cc
-140°	34 cc
-160°	42 cc
-180°	48 cc
-200°	57 cc
-220°	66 cc
-240°	78 cc
-260°	88 cc
-274°	95 cc

Destillationsrückstand 3,5 cc mit Bromzahl 46, Erstarrungspunkt 50°

Kohlensäurevorlage 0,5 cc

Verlust 1,0 cc

Anlage 5

Dichten des Original - Neutralölgatsches.

bei 67°	= 0,783
84°	= 0,781
100°	= 0,771
120,5°	= 0,758
139°	= 0,747

Analyse des Washwassers aus Dickölpolymerisation Nr. 160.

Al Cl ₃ Gehalt	0,41 %
P _H	3,60

eine Probe dieses Washwassers wurde auf Anforderung Herrn Dr. Hüttner,
Hydrierwerke Pölitz übersandt.

Anlage 6.

Betriebspolymerisationen.

Partie	160	161
Verarbeitet auf	Dicköl	Dicköl
Olefine kg	1000	1000
Verdüner kg	200	ohne Verdüner
AlCl ₃ %	5%	5%
Temperatur	30-35°	30°
Dauer i. Stunden	72	65
Bromzahl des Polymerisates	20	21
Öl nach Zentrifugieren	980	758
Aluminiumchloridschlamm	160	197
Abdestillat	38%	23 %
Dicköl x)	587	570
Dicköl nach Raffination	Partie 160+161	1130 kg
Öl-Ausbeute % (auf Paraffin bezogen)	" "	43,5 %
Viscosität bei 38°		58,70
" bei 99°		4,48
Viscositätsindex		112
Anilinpunkt		140°
Stockpunkt		-33°
Flammpunkt		268°

x) Raffination mit 4% Tonsil

Anlage 7.

Partie	162	163
Verarbeitet auf	schweres Motorenöl	schweres Motorenöl
Olefine Kg.	1500	1510
Verdüner kg	250	300
AlCl ₃ %	4,5	5%
Temperatur	60°	60°
Dauer in Stunden	48	48
Bromzahl des Polymerisats	21	20
Öl nach Zentrifugieren	1388	1461
Aluminiumchloridschlamm	256	266
Abdestillat	-	37%
Motorenöl x)	Partie 162+163 =	1780 kg
Ausbeute, auf Paraffin bezogen	" "	45,6%
Viscosität bei 38°	-	31,80
Viscosität bei 99°	-	3,04
Viscositätsindex	-	112
Anilinpunkt	-	132°
Stockpunkt	-	-35°
Flammpunkt	-	258°
x) vor Raffination mit 3% Tonsil		

3517-13

30/4.03

18. 12. 39.
14. / Dezember 1939.
Dr. Htm/Gg.Htm
GgTätigkeitsbericht Nr. 9Verarbeitung von mit Schwefelsäure raffiniertem
Rücklaufgemisch aus High Slack-Wax- Sweater Oil

Prof. G. Wietzel

Dieser Versuch sollte hauptsächlich zeigen, ob durch eine Raffination mit H_2SO_4 aus einem Rücklaufparaffin wieder ein brauchbares Ausgangsprodukt für die Krackung erzeugt werden kann. Zur Krackung, die am 9. Oktober angefahren wurde, gelangten ca. 10 t. Bereits am 8.10. mußte die Krackung wegen Druckanstiegs bis über 1 Atm abgebrochen werden. Nach dem Öffnen der Apparatur wurde im Verdampfer sowie im Absetzgefäß und im Dephlegmatorturm starker Koksansatz festgestellt, wodurch Druckanstieg hervorgerufen wurde. Die Verteilung des Koksens war etwa folgendermaßen:

Verdampfer: 67 kg

Absetzgefäß: 10 kg

Dephlegmator: 40 kg

Der geringe Koksgehalt im Absetzgefäß erklärt sich so, daß schon gleich beim Verdampfen des Paraffins der Koks in den Verdampferrohren festgebrannt ist. Es ist auch noch zu erwähnen, daß der Durchsatz erheblich geringer als bei einer normal verlaufenden Krackung ist.

Der Versuch hat gezeigt, daß die Raffination mit Schwefelsäure an dem in der Betriebsperiode verarbeiteten Produkt nicht ausreichte, obwohl es heller geworden war und auch bessere Analysendaten zeigte. Es ist aber nicht ausgeschlossen, daß eine energische Behandlung mit Schwefelsäure zum gewünschten Erfolg führt, da Laborversuche, die in Oppau angestellt waren, bessere Ergebnisse gezeigt hatten. Die Daten und die Bilanz der Krackung ist auf Anlage 1 verzeichnet.

Von den bei der Krackung angefallenen 3140 kg flüssigen Olefinen

wurden in 2 Partien ca. 2350 t auf schweres Motorenöl polymerisiert (Partie 127, 128). Die Daten sind in Anlage 2.

Nach der Polymerisation wurden Partie 127 und 128 zusammengemischt und in einem Arbeitsgang aufgearbeitet.

Der bei der Polymerisation anfallende Schlamm (262 kg) wurde mit wenig Wasser zersetzt und das anfallende Öl auf Zylinderöl verarbeitet (111 kg). Die Daten dieses Öles sind folgende:

Vis. 100^oE = 6,25

Flammpkt. = 300^o

i. V. Baumert

Anlagen.

Verteiler:

Herrn Dir. Dr. Müller-Cunradi

Herrn Dir. Dr. Pier

Herrn Dr. Ringer 2 Ex. ✓

Herrn Dr. Langheinrich, Berlin

Ammonlabor 4 Ex. (Amm. Lab., Dr. Htm.,

Dr. Bstr., Dr. Btm.)

D.A.P.G. 3 Ex.

Deutsche Vakuum Öl A.G. 3 Ex

Anlage 1

Betriebstemperaturen in der Crackanlage.

Verdampfertemperatur:	ca. 420°C
zwischen Verdampfer und Kolonne:	385°C
Kolonne (Mitte)	510 - 515°C
Dephlegmator (unten)	ca. 350°C
" (oben)	140-150°C
Druck in der Kolonne	0,03 atü
Wasserdampfzugabe im Verdampfer	2-4 kg/Stunde

Krackbilanz

Gekracktes Produkt	4477 kg
Flüssige Olefine	3005 kg
Kohleturmolefine	135 "
Gesamtausbeute an Olefinen	3140 " = 70 %
Gas + Verlust	30 %
Gesamtdurchsatz	22220 kg
Umsatz/Durchsatz	22,1%
Kraftgasverbrauch (Verdampfer)	8610 m ³
" (Kolonne)	6120 "
Gesamtgasverbrauch	14730
Kraftgasverbrauch pro kg gekracktes Produkt	3,3 m ³

Anlage 2

	Partie 127	Partie 128
Verarbeitet auf	schweres Motorenöl	schweres Motorenöl
Olefine kg	1033 kg	1321
Verdünner kg	200 "	200
AlCl ₃ %	3 %	3
Polymerisationstemp. °	60°	60°
Polymerisationsdauer	16	16
Öl nach Zentrifugieren kg	1088	1395
Abdestillat %	Die weitere Ver- arbeitung gemein- sam mit P. 128	26,5
Ölausbeute kg		1825
Viskosität 38°C		29,1
Viskosität 99°C		3,08
V.J.		117
Flammpunkt °C		241°
Stockpunkt		-28°
Anilinpunkt		135°
Neutralisationszahl		0,05
Verseifungszahl		0,08