

Akt: Paraffinschwärzöl Polih/Tätigkeitsbericht J. H. Ringer R
zur Erledigung:
beantwortet: Tätigkeitsbericht Nr. 4

Verarbeitung von Crude Scale Wax.

Das von Palembang am 28.3.1938 in Deutschland eingetroffene Produkt wurde vom 16.9.38 - 22.9.38 in der Versuchsanlage Op.23 gekrackt. Eigenschaften siehe Anlage 1.

Da dieses Produkt, wie erst nachträglich bekannt wurde, für eine Großanlage nicht geliefert werden kann, wurde die zu verarbeitende Menge auf 8 to beschränkt.

Insgesamt wurden in 140 Betriebsstunden 8,05 to Crude Scale Wax gekrackt und dabei 5,87 to flüssige Produkte erhalten (siehe Anlage 2).

Die Krackung wurde 120 Stunden lang in Gegenwart von Wasserdampf durchgeführt, wobei aber einige Schwierigkeiten im Abtrennen des nichtgekrackten Paraffins von den Olefinen auftraten, da der Dephlegmator nicht für diese Arbeitsweise konstruiert ist.

Trotz verschiedener Temperatureinstellung im Dephlegmator destillieren immer geringe paraffinische, hochsiedende Anteile zusammen mit den Olefinen in die Vorlage über.

Nach Abstellen der Wasserdampfzufuhr gelang die Abtrennung ohne Schwierigkeiten.

Nach Öffnen der Apparatur war an keiner Stelle Koksansatz festzustellen.

Die Polymerisationen verliefen normal (siehe Anlage 3).

3 Anlagen

Verteiler:

Herrn Dir. Dr. Müller-Cunradi

" Dir. Dr. Pier

Ammoniaklabor. 4x (Amm. Lab., Dr. Htm, Dr. Bstr, Dr. Btm)

Herrn Dr. Ringer 2x

" Dr. Langheinrich, Berlin

D.A.P.G. 3x

Deutsche Vakuum Öl A.G. 3x

Bauerstein
J. H. Ringer

Anlage 1

Analyse des Ausgangsproduktes (Crude Scale Wax).

Destillation bei 0,05 mm:

Siedebeginn 135°
50% überdestilliert bei 206°
Siedeende bei 229° (= ca. 530° bei 760 mm)
Molekulargewicht von 300 - 329
Originalmolekulargewicht 315 ✓
Kohlenstoffgehalt 84,04%
Wasserstoffgehalt 14,70%
Schwefelgehalt < 0,01%
Olgehalt 3%

Destillation bei 760 mm:

Temperaturen im Sumpf: 280 - 429°
" am Übergang: 35 - 400°

Insgesamt 68% abdestilliert.

Bromzahl des überdestillierten Produktes in der Vorlage = 17

Spezifisches Gewicht:

bei 120° = 0,742

bei 130° = 0,738

~~bei 100° = 0,722~~

Krackung von Crude Scale Wax.Anlage 2

Datum	Durchsatz kg	Umsatz kg	Temp. Verdämpfer	Temp. Kolonne	Temp. Dephlegmator	% Olefine	Olefinausbeute kg	Brannzahl
16./17.9.38	3598	1202	412°	512°	154°	71,0	851	113
17./18.9.38	5446	1220	418°	513°	140°	74,0	903	112
18./19.9.38	5497	1335	412°	512°	142°	75,8	1012	119
19./20.9.38	5478	1260	410°	510°	140°	73,9	931	120
20./21.9.38	5353	1354	413°	512°	140°	70,9	961	120
21./22.9.38	5978	1679	413°	508°	166°	70,5	1184	122

Gesamtbilanz der Krackung von Crude Scale Wax.

gekrackt	8050 kg
flüssige Olefine	5550 "
Kohleturmolefine	327 "
Gesamtolefine	5877 "
Gas + Verlust	27 %
Gesamtolefine	73 %
Kraftgasverbrauch	19810 m ³
Kraftgasverbrauch pro kg Olefine	2,42 m ³

Anlage 3Polymerisationen.

Partie	67	76
Olefine kg	1000	1000
Verdünner	200	200
Aluminiumchlorid kg	40	50
Aluminiumchlorid %	4	5
Naphtalin %	-	50
verarbeitet auf	schweres Mot.Öl	Heißd.Zyl.Öl
Temperatur °C	60	60
Dauer in Stunden	8	16
Ausbeute kg	1018	1176
Abdestilliert %	16,8	29,7
Abdestilliert kg	171	349
Ölausbeute %	60,4	60,4
Ölausbeute kg	829	825
Viskosität 38°C	36,0	-
Viskosität 99°C	3,67	-
Viskosität 100°C	-	5,56
Viskositätsindex	121	-
Flammpunkt °C	255	315
Stockpunkt °C	-30	-
Anilinpunkt °C	146,5	-

3517-18
30/4.03

J. D. Ringer (2. Bogenzahl. 14)

AMMONIAKLABORATORIUM OPPAU

10. Januar 1939
Dr. Htm/Si.

Akt: Paraffinmischöl / Paraffin
zur Erledigung:
beantwortet:

Tätigkeitsbericht Nr. 6

Verarbeitung eines Gemisches von Sweater Oil u. High Slack Wax.

Da in der geplanten Schmieröl-Anlage wahrscheinlich ein Gemisch von Sweater Oil und High Slack Wax im Verhältnis 1 : 2 verarbeitet werden soll, war der Wunsch geäußert worden, auch einmal ein solches Gemisch in der Versuchsanlage in Op. 23 zu untersuchen.

Von Slack Wax standen noch 8 t von der am 3. September von der Deutschen Vakuum Öl-Aktiengesellschaft aus Palembang übermittelten Sendung zur Verfügung, die zum Teil in der 5. Krackperiode schon die Apparatur passiert hatten. Frisches Sweater Oil war nicht mehr vorhanden; um den Versuch durchführen zu können, mußten die in der 3. Krackperiode nicht umgesetzten Anteile, und zwar 3184 kg, die schon durch die Apparatur gegangen waren, verwendet werden. Das Gemisch, das also in Op. 23 verarbeitet wurde, bestand zu 71,5% aus Slack Wax und 28,5% aus Sweater Oil.

Leider mußte der Versuch nach 4 Tagen unterbrochen werden, nachdem 4990 kg umgesetzt waren, da ein Gasgebläse, durch das Heizgas gefördert wurde, undicht geworden war und kohlenoxydhaltiges Gas in großen Mengen austrat. Um die Belegschaft nicht zu gefährden, wurde abgestellt und das Gebläse repariert. Nach einer Unterbrechung von 7 Tagen konnte die Apparatur wieder angefahren werden.

gez. Wolffhardt Gegenüber früher war in dem ersten Teil der vorliegenden Periode insofern eine Änderung in der Arbeitsweise vorgenommen worden, als in das weite Rohr, das Krackkolonne und Dephlegmator verbindet, durch eine Düse Frischprodukt eingespritzt wurde, um so die Abscheidung von Koks im Dephlegmator zurückzudrängen. Das gewünschte Ziel wurde erreicht; nach dem Öffnen des Dephlegmators zeigte sich, daß sich nur an den unteren Raschigringen eine geringe Menge Koks angesetzt hatte. Für den Dephlegmator bedeutete allerdings dieser Zusatz von Frischprodukt, sowie die Anwendung von Wasserdampf, der in den Verdampfer zur Vermeidung von

Koksansatz eingeleitet wurde, eine starke Überlastung, und beide Faktoren verhinderten eine gleichmäßige und genügende Trennung der Olefine vom Ausgangsmaterial. Bei der Konstruktion einer Großanlage muß dieser Umstand berücksichtigt werden.

Da die günstige Wirkung des eingespritzten Frischproduktes ganz offensichtlich zu Tage lag, wurde nach der oben erwähnten Unterbrechung auf weiteres Einspritzen verzichtet und so wieder ein einigermaßen einwandfreies Arbeiten des Dephlegmators erreicht. Nachdem weitere 2550 kg gekrackt waren, trat Druckanstieg im Verdampfer auf. Infolgedessen mußte die Apparatur erneut abgestellt werden; es zeigten sich an der heißesten Stelle des Verdampfers Abscheidungen. Diese waren nicht durch Verkokung des Ausgangsmaterials, sondern durch Absetzen starker Verschmutzungen desselben im Verdampfer verursacht.

Da die Olefine aus dem ersten Teil der vorliegenden Periode paraffinhaltig waren, wurden sie vor ihrer weiteren Verarbeitung bei gewöhnlichem Druck destilliert. Aus dem Destillat wurde leichtes Motorenöl hergestellt (Polymerisation 75), während die Olefine aus dem 2. Teil auf schweres Motorenöl und Zylinderöl (Polymerisation 73 u. 74) verarbeitet wurden.

Als Ergänzung zu den Betriebsversuchen wurde eine Krackung im Laboratorium durchgeführt, und zwar mit einem Produkt, das nach der Unterbrechung am 24. Oktober dem Meßgefäß entnommen war. Von 2816 g, die im Labor durchgesetzt wurden, wurden 2231 g = 80% umgesetzt; unter Berücksichtigung der unvermeidbaren Verluste, die durch Abfüllen, Filtrieren usw. entstanden waren, betrug der Umsatz 2411 g = 86%. Bei gleichbleibender Temperatur fiel allerdings das Verhältnis Umsatz: Durchsatz von 24,9 auf 14,0%, ein Zeichen, daß sich im zu verarbeitenden Material immer mehr und mehr ein nicht krackbarer Rückstand anreicherte. Auch fiel der Anilinpunkt von 106 auf 78°. Diese Erscheinungen stimmen mit den im Tätigkeitsbericht 5, Seite 2, ausgeführten überein.

Wie groß die nicht verarbeitbare Menge ist, kann ungefähr errechnet werden. Die im Labor umgesetzte Probe war, wie oben ausgeführt, nach der Unterbrechung dem Meßgefäß entnommen. Von insgesamt 32 t High Slack Wax + Sweater Oil waren bis zu diesem Zeitpunkt gekrackt: 12 t Sweater Oil, 8 t High Slack Wax (siehe Ber. 3) und 5 t Gemisch

von beiden Produkten; insgesamt 25 t . Von den restlichen 7 t ließen sich im Laborversuch noch annähernd 86% umsetzen = ca. 6 t. Man muß also annehmen, daß von 32 t sich ungefähr 1 t nicht kracken läßt. Diese Menge stammt größtenteils aus dem High Slack Wax, d.h. von 16 t besteht ca. 1 t = 6,25% aus nicht krackbaren Anteilen.

Zu einem gleichen Ergebnis kommt man bei der Auswertung einer Siedeanalyse des High Slack Wax. Bei einem Druck von 0,8 mm Quecksilber destillieren bis 200° 27,5% über, die mit einer Dichte von 0,7911 höher liegen als die nächste Fraktion mit 0,7832. Eine weiter durchgeführte Siedeanalyse dieser 27% ergibt:

Frkt. 160°			Frkt. 160-175°			Frkt. 175 - 190°			Frkt. 190 - 202°			Frkt. 202 - 225°			Rückstand
%	AP	d	%	AP	d	%	AP	d	%	AP	d	%	AP	d	%
21,3	79	0,8031	20,4	102	0,7850	20	108	0,7848	19,7	114	0,7817	15,6	118	0,7850	3,0

Bis 160° wird also ein Produkt erhalten mit einem Anilinpunkt von 79° in einer Menge, die 21,3% von 27,5% entspricht = 5,9% vom Ausgangsmaterial. Der Anilinpunkt des Endproduktes nach der oben erwähnten Laborkrackung war 78°.

Während der auf Seite 2 im Bericht 5 erwähnte ausgeschwitzte ölige Anteil sich ziemlich gleichmäßig über das ganze Gebiet des High Slack Wax verteilt, scheinen die oben erwähnten 6% nicht krackbare Anteile in den niedrig siedenden Fraktionen vorzuwalten.

2 Anlagen

Farman

Verteiler:

Herrn Dir.Dr.Müller-Cunradi

" Dir.Dr.Pier

Ammoniaklabor. (4 Ex.) = Amm.Lab.Dr.Htm, Dr.Bstr., Dr.Btm

Herrn Dr.Ringer (2 Ex.)

" Dr.Langheinrich, Berlin

D.A.P.G. (3 Ex.)

Deutsche Vakuum Öl A.G. (3 Ex.)

Anlage 1Krackverlauf (1. Periode)

Datum	Durchsatz kg	Verdampfer- ausgang °C	Kolonne °C	Dephlegma- tor unten °C	Übergang °C	Olefine ohne Kohletürme kg	Br Z
20.-21.10.	6250	399 - 402	509-514	320-330	130	770	92-109
21.-22.10.	6450	399 - 404	514-516	320-330	122-130	765	101-113
22.-23.10.	5910	397 - 405	516-519	352-356	139	861.5	91- 93
23.-24.10.	5715	399 - 404	514-516	350-360	139-151	809.5	97-104

Gesamtbilanz (1. und 2. Krackperiode)

Gekracktes Produkt (Wägung)	7540 kg
Flüssige Olefine	5088 kg
Flüssige Olefine aus Kohletürmen	205 kg
Gesamtolefine	5293 kg
Ausbeute an Gesamtolefinen	70,3 %
Gas + Verlust	29,7 %
Gesamtdurchsatz	37860 kg
Umsatz/Durchsatz (Mittelwert)	19,9 %
Kraftgasverbrauch	22860 cbm
Betriebsstunden	149

Anlage 2Polymerisationen.

Partie	73	74	75
Olefine kg	1095	710	937
Olefine aus Krackung	2	2	1
Verdüner kg	200	220	187
AlCl ₃ %	5	5	3
C ₁₀ H ₇ %	5	-	-
NaCl %	5	-	3
verarbeitet auf	Zylinderöl	schweres Motorenöl	leichtes Motorenöl
Temperatur °C	60	60	100
Dauer Stdn.	16	16	5
Ausbeute kg	1280	912	1091
Abdestillat %	40.8	39.0	26.5
Ölausbeute kg	758	556	802
%	49.8	56.4	61.7
Viscosität bei 38°C	-	28.8 E	14.8 E°
Viscosität bei 99°C	-	3.08 E°	2.03 E°
Viscosität bei 100°C	5.65	-	-
V.J.	-	117	100
Flammpunkt °C	318	245	221
Stockpunkt °C	-	- 9	- 27
Anilinpunkt °C	-	138	-