

Akt: Paraffinschwefel  
zur Erledigung:  
beantwortet:

Tätigkeitsbericht Nr. 5

Verarbeitung von High Slack Wax.

Das in der 5. Periode zur Verarbeitung kommende High Slack Wax stammte aus Palembang und war am 3. September 1938 von der Deutschen Vakuum-Öl Aktiengesellschaft zugesandt worden. Die Eigenschaften des Produktes sind in Anlage 3 zusammengestellt. Die Krackung verlief ohne Schwierigkeit unter Zusatz von 4-5 kg Dampf pro Stunde. Im ganzen wurden 8 to umgesetzt, wobei 5814 kg flüssige Olefine erhalten wurden, entsprechend einer Ausbeute von 72,6%. Über Einzelheiten siehe Anlage 1.

Nach dem Abstellen und Öffnen der Apparatur wurden im Verdampfer in 3 Röhren reichliche, in manchen anderen geringere, Koksabscheidungen gefunden; der Dom und die Kolonne waren koksrei, im Dephlegmator zeigten die unteren Ringe einen starken Koksansatz. Im ganzen fanden sich in der Apparatur etwa 10 kg Koks; im Vergleich zum Sweateroil waren die Koksabscheidungen stärker.

Der Rest des High Slack Wax soll mit Sweater Oil zusammen verarbeitet werden in einer Mischung, die die beiden Komponenten in gleichem Verhältnis enthält, wie diese wahrscheinlich in Palembang anfallen werden.

Die Polymerisation der Olefine auf schweres Motoren- und Zylinderöl verlief einwandfrei. Um den Einfluss der im Kohleturm aufgefangenen, niedrig siedenden flüssigen Olefine auf die Polymerisation hinsichtlich Qualität und Ausbeute feststellen zu können, wurden 2 Polymerisationen und zwar Partie 71 mit Kohleturmolefinen und Partie 70 ohne diese durchgeführt. Die Ausbeute an Schmierölen und die Qualität der Öle ist in beiden Fällen annähernd die gleiche, nämlich 52 - 53% bei einem Viskositätsindex von 117 - 119. Einzelheiten vergleiche Anlage 2.

Bei der Partie 70 fielen - wie bei allen Polymerisationen auf schweres Motorenöl - 128 kg, bei Partie 71 121 kg undestilliertes Öl aus dem Schlamm an. Hiervon wurde je eine Probe im Labor destilliert und darnach die Ausbeuten an Zylinderöl, das als Nebenprodukt beim Polymerisieren auf schweres Motorenöl anfällt, berechnet. Die Öle werden in Ausbeuten von 4-6% erhalten, die Flammpunkte liegen um 315 - 325°. Einzelheiten siehe Anlage 4.

Es ist beabsichtigt, die aus dem Schlamm erhaltenen Produkte von Sweater Oil, Crude Scale Wax und High Slack Wax gemeinsam in einer Weckerapparatur auf Zylinderöl zu destillieren und dieses auf einer Maschine zu erproben.

Das Zylinderöl wurde in der von Herrn Dr. Harder zur Verfügung gestellten Wecker-Apparatur destilliert. Aus 1185 kg wurden 730 kg Heissdampfzylinderöl mit einer Viskosität von 5,97 Englergraden bei 100°C und einem Flammpunkt von 316° erhalten, entsprechend einer Ausbeute von 52,5 %. In der Anlage 4 findet sich ausserdem das Ergebnis einer Vakuumdestillation, die im Labor auf Zylinderöl durchgeführt wurde, um die Eigenschaften der einzelnen Fraktionen zu kennzeichnen.

In den Fässern, in denen das High Slack Wax versandt war, hatte sich ein öliger Anteil in geringer Menge abgeschieden, der getrennt aufgegossen und untersucht wurde. Wie aus der Dichte und dem Anilinpunkt ersichtlich ist, besteht dieser Anteil zum grössten Teil aus cyclischen Kohlenwasserstoffen. Durch Behandeln mit Benzol-Aceton konnten aus ihm 13 % Paraffin abgeschieden werden. Eine Fraktionierung des unbehandelten öligen und des in Aceton-Benzol löslichen Anteils zeigen die in der untenstehenden Tabelle aufgeführten Ergebnisse, aus denen hervorgeht, dass sich die cyclischen Anteile über das ganze Gebiet des High Slack Waxes annähernd gleichmässig erstrecken. Zur Verarbeitung auf hochwertige Schmieröle eignete sich der ölige Anteil nicht.

Destillation im Vakuum bei 0,6 mm .

		unbehandelter öliger Anteil		mit Benzol/Aceton behandelter öliger Anteil		
Temp.	%	Anilin-P.	D	%	Anilin-P.	D
150°	21 %	77	1,4820	35	76	1,4850
150-175°	22,7%	88	1,4822	17	81	1,4932
175-200°	23,7%	88	--	22	86	1,5075
200-225°	21,2	88	--	20	82	1,5173
Rückst.	8,9	60	--	5	56	--

Anlage 1,2,3 u.4

Verteiler:

Herrn Dir. Dr. Müller-Cunradi

" " " Pier

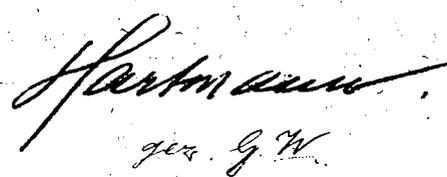
Ammoniaklabor. (4 Ex) = Amm. Lab. Dr. Htm. Dr. Bstr. Dr. Bertram

Herrn Dr. Ringer (2 Ex.)

" " Langheinrich, Berlin

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

Deutsche Vakuum Öl A.G. (3 Ex.)



gez. G. W.

Anlage 1

Verlauf der High Slack Wax - Crackung vom 4. - 9.10.1938

Datum	Durchsatz kg	Umsatz kg	Verdampfer °C	Kolonne °C	Übergang °C	Flüssige kg	Olefine Bromzahl
4.-5.10.	5490	1340	394-402	509-511	158	927	121
5.-6.10.	5280	1325	394-400	509	148	936	114-118
6.-7.10.	5787	1295	399-402	509	148	906	116-119
7.-8.10.	5774	1252	395-400	507-511	152	856	115-120
8.-9.10.	5786	1203	395-400	507-512	152	862	120

Gesamtbilanz der Crackung von High Slack Wax

( mit Anfahrperiode )

Gecracktes Produkt (Wägung)	8006 kg
Flüssige Olefine	5531 kg
Flüssige Olefine aus Kohletürmen	283 kg
Gesamtolefine	5814 kg
<u>Ausbeute an Gesamtolefinen</u>	<u>72,6 %</u>
Gas + Verlust	27,4 %
Gesamtdurchsatz	34 650 kg
Umsatz / Durchsatz	23,1 %
Gasverbrauch	20 620 cbm
Betriebsstunden	149

Anlage 2

Betriebspolymerisationen.

Partie	70	71	72
Olefine kg	1000	1000	1000
Verdünner kg	200	200	200
AlCl <sub>3</sub> %	4	4	5
C <sub>10</sub> H <sub>8</sub> %	-	-	5
verarbeitet auf	Motoren- öl	Motoren- öl	Zylinder- öl
Temperatur °C	60	60	60
Dauer Stdn.	8	8	16
Ausbeute kg	1043	1005	1185
Abdestillat %	27,2	27,9	38,3
Ölausbeute kg	760	724	730
%	52,5 <sup>1)</sup>	52,1 <sup>2)</sup>	52,6
Viscosität bei 38 °C	32,6 E <sup>o</sup>	27,7 E <sup>o</sup>	-
Viscosität bei 99 °C	3,38 E <sup>o</sup>	2,98 E <sup>o</sup>	-
Viscosität bei 100 °C	-	-	5,97 E <sup>o</sup>
V.J.	119	117	-
Flammpunkt °C	277	276	316
Stockpunkt °C	- 29	- 30	-
Anilinpunkt °C	138	136	-

1) Da bei der Polymerisation von Partie 70 keine Kohleturmolefine verwandt wurden, ist bei der Berechnung 69 %ige Crackausbeute zugrunde gelegt (gegenüber 72 % bei der Partie 71 und 72).

2) Anscheinend sind bei der Aufarbeitung der Partie 71 grössere Verluste beim Zentrifugieren eingetreten, wie sich aus der Gegenüberstellung der Ausbeutezahlen ergibt (. P 70: 1043 kg, P 71: 1005 kg). Würde man die Ausbeute von P 71 auf die von P 70 umrechnen, so ergibt sich eine prozentuale Ausbeute an schwerem Motorenöl von 54,1 gegenüber 52,1 %.



Anlage 4.

Labordestillation der aus dem Aluminiumchlorid-haltigen Schlamm  
gewonnenen Zylinderöle.

Partie	70	71
Abdestilliert %	36,8 <sup>1)</sup>	41,5
Rückstand, berechnet für Gesamt-Zylinderöl aus Schlamm	80,9 kg	70,8 kg
Oelausbeute bezogen auf Slack Wax	5,5 %	4,2 %
Viscosität bei 100°C	6.00 E <sup>0</sup>	5.95 E <sup>0</sup>
Flammpunkt °C	314	323

1) nach Wecker destilliert.

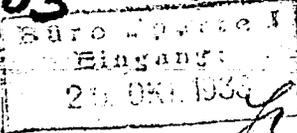
Fraktionierung des Zylinderöls aus Partie 72.

Vorlauf bis 150°	4,2 %	Viscosität bei 20°C = 1,15 E <sup>0</sup>	Scheinb.m.Molek.Gew.	179
" 150-220°	12,3 %	" " 20°C = 2,18 E <sup>0</sup>	" " " "	254
" 220-270°	14 %	{ " " 50°C = 4,91 E <sup>0</sup>	" " " "	306
		" " 100°C = 1,42 E <sup>0</sup>	" " " "	
Rückstand	69,5 %	" " 100°C = 5,35 E <sup>0</sup>	" " " "	664

3517-20

30/4.03

24. Oktober 1938 Dr. Htm/B.



Akt: Paraffinschmelzeöl  
zur Erledigung:  
beantwortet:

Dr. Heusinger (2X)

Tätigkeitsbericht Nr. 3

Verarbeitung von Sweater Oil.

gez. Grimm

Das Sweater Oil, das in der Schmierölanlage Op. 23 verarbeitet werden sollte, stammte aus Palembang und war in einer Menge von 16 t am 6. August 1938 in Oppau eingetroffen. Die Eigenschaften sind in Anlage 3 zusammengestellt. Die Verarbeitung des Produktes verlief ohne jede Schwierigkeit. Da der Niederdruckdampf, der als inertes Treibgas im Verdampfer verwendet werden sollte, sehr stark wasserhaltig war und starkes Stossen im Verdampfer verursachte, was ein gleichmässiges Fahren der Apparatur unmöglich machte, wurde auf Zusatz von Wasserdampf verzichtet. (Bei der folgenden Arbeitsperiode soll mit trockenem Hochdruckdampf gearbeitet werden).

Im ganzen wurden in 8 Tagen 12.650 kg Sweateroil gekrackt und 8989 kg flüssige Olefine erhalten, was einer Ausbeute von 71,2 % entspricht. Über Einzelheiten siehe Anlage I.

Nach dem Abstellen und Öffnen der Apparatur wurde im Verdampfer und im Dephlegmator eine geringe Menge Koks gefunden, die Krack-Kolonne war koksfrei.

Die Polymerisationen der Olefine auf schweres Motorenöl und Zylinderöl verliefen einwandfrei (siehe Anlage II). Leider liessen sich die Destillationen mit Zylinderöl im Betrieb infolge der Unzulänglichkeit der Destillations-Apparatur nicht in gewünschter Weise durchführen.

In der von Herrn Dr. Harder zur Verfügung gestellten Wecker-Apparatur wurden 1081 kg destilliert. Hierbei fielen 681 kg Heissdampfzylinderöl an = 53,1 % mit einer Viskosität von 5,74 Englergraden bei 100°C und einem Flammpunkt von 332°. Laborversuche hatten unter den im Betrieb angewandten Bedingungen 55,2 % Heissdampfzylinderöl ergeben mit einer Viskosität von 6,23 kg Englergraden bei 100°C und einem Flammpunkt von 328°.

Offenbar ist die Polymerisation im Betrieb infolge einer unzulänglichen Rührvorrichtung nicht vollständig vor sich gegangen wie im Laboratorium. Reihen-Versuche, die mit verschiedenen stark wirkenden Rührern angestellt wurden, bestätigten diese Ansicht. Bei der Konstruktion der Gross-Apparatur sind diese Erfahrungen zu berücksichtigen.

Die Polymerisationen auf schweres Motorenöl führten zu den in der Anlage II aufgeführten Ergebnissen. Die Ausbeuten lagen bei 55,5 und 56,6 % der Viskositäts-Index bei 119 und 120.

*H. H. H. H.*

Anlage I, II und III.

---

Verteiler:

Herrn Dir. Dr. Müller-Cunradi

" " " Pier

Ammoniaklabor. (4 Ex.) = ( Ammonlab., Dr. Htm., Dr. Bstr., Dr. Bertram)

Herrn Dr. Ringer ( 2 Ex.)

" " Langheinrich, Berlin

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

Deutsche Vakuum Öl A.G. ( 3 Ex.)

Anlage I.

Datum	Durchsatz kg	Umsatz kg	Temperatur Verdämpfer °C	Temperatur Kolonne °C	Temperatur Dephlegmat. °C	Gesamt- olefine kg	Olefin- ausbeute %	Brom- zahl
17.-18.8.	5430	1438	407	512	157	1009	70,3	121
18.-19.8.	5795	1647	407	512	157	1110	67,5	119
19.-20.8.	5580	1394	412	502	162	1046	74,9	114
20.-21.8.	5950	1371	424	502	166	1002	73,1	-
21.-22.8.	6110	1159	417	502	166	865	74,9	112
22.-23.9.	5885	1260	411	504	166	900	71,5	-
23.-24.8.	5770	1336	416	510	166	931	69,7	117
24.-25.8.	5320	1345	423	511	175	980	72,8	-

Gesamtbilanz der Cracking von Sweater Oil (mit Anfahrperiode).

Gecracktes Sweater Oil	12 650 kg
Flüssige Olefine	8 452 kg
Flüssige Olefine aus Kohletürmen	537 kg
<b>Gesamtolefine</b>	<b>8 989 kg</b>
Ausbeute an Gesamtolefinen	71,2 %
Gas + Verlust	28,8 %
Kraftgasverbrauch	36 760 m <sup>3</sup>

Befund in der Apparatur: Geringer Koksansatz in Verdämpferrohren.

Im übrigen Anlage vollkommen sauber.

Anlage II.

Betriebspolymerisationen.

Partie	63	66	65
Olefine kg	1000	1000	1000
Verdünner kg	200	200	200
$AlCl_3$ %	3	4	5
$NaCl$ %	3	-	-
$C_{10}H_8$ %	-	-	4
verarbeitet auf	Motorenöl	Motorenöl	Zylinderöl
Temperatur °C	60	60	60
Dauer Std.	16	8	16
Ausbeute kg	1062	1050	1186
Zur Destillation kg	1062	1050	1081
Abdestillat %	26,7	24,9	37,0
Ölausbeute kg	778	795	681
%	55,5	56,6	53,1
Viskosität bei 38°C	27,8 E°	30,6 E°	-
Viskosität bei 99°C	3,01 E°	3,26 E°	-
Viskosität bei 100°C	-	-	5,74 E°
V.J.	119	120	-
Flammpunkt °C	276	258	332
Stöckpunkt °C	- 30	- 28,5	-
Anilinpunkt °C	143	140	-

Anlage III.

Sweater Oil.

Spez. Gewicht bei 20°C	0,871
Ölgehalt	14,0 %
Schmelzpunkt	43,5 °C
Anilinpunkt	111,5 °C
Kohlenstoffgehalt	83,95 %
Wasserstoffgehalt	14,60 %
Schwefelgehalt	0,039 %

Vakuum-Siedeanalyse bei 0,05 mm Hg.

Fraktion 1 bis 172° (25 %)	Anilinpunkt 105°; Mittl. Mol. Gew. 247
" 2 " 190° (25 %)	" 111°;
" 3 " 200° (25 %)	" 114°;
" 4 " 216° (23 %)	" 117° " " " 323