

31. Oktober 1940

~~000000~~

6470 6470

Sekretariat Hg.	
Eingang:	5. 11. 1940
Lfd. Nr.:	933
Beantw.:	

Herren Professor **M a r t i n**
Dr. H a g e n a n n
Direktor **A l b e r t**
Dipl.-Ing. von **A s b e t h**
Dr. G e t h e l
Dr. V e i d e
Dr. S c h u f f

Über die Herstellung von Ölen aus Primärprodukten der
Benzin-Drucksynthese.

Nachdem bereits vor längerer Zeit von Dr. Gethel (siehe Bericht vom 29.8.40.) die Frage in unseren Werken behandelt worden ist, auf welche Weise man aus elefinarischen Primärprodukten entsprechend geführter Synthese (Kontakt Kreislauf) ohne Cracking mittels $AlCl_3$ -Polymerisation ein brauchbares Öl erhält, ist seit Juli 40 nunmehr auch das Hauptlaboratorium in die Bearbeitung dieses Problems mit eingeschaltet worden. - Es galt bei dieser Frage, zwei Aufgaben zu lösen:

- 1) eine hohe Ölansichte zu erhalten und so die eingebrachten Olefine weitgehend umzusetzen; als Mass diene daran Konzentration in abgetrennten Restbenzin
- 2) ein dünnflüssiges Kontaktöl zu bilden, sodass die wiederholte Benutzung des Katalysators möglich ercheint.

Gegeneufalls musste das Benzin vor der Synthese eine nach Möglichkeit einfache und wirtschaftlich tragbare Vorbehandlung erfahren; in dieser Richtung wurden bisher von Dr. Gethel zwei Mittel vorgeschlagen: 1) Chlorsäure, das nicht nur trocknet, sondern offenbar auch mit den bei der Drucksynthese gebildeten Alkoholen Additionsverbindungen bildet 2) Natronkalk, der als basischer Körper die vorhandenen Säuren bindet.

Der vorliegende Bericht bringt eine Übersicht über die von uns durchgeführten Massnahmen der Benzinvorbehandlung und die daran anschliessenden Synthesen. Über die umfangreichen Untersuchungen der Ausgangsbenzine durch Grob- und Feindestillation soll gesondert berichtet werden.

Es sei verweggenommen, dass das vorliegende Problem wenn nicht als abgeschlossen, so doch als grundsätzlich gelöst anzusehen ist.

Nachfolgend sind 6 verschiedene Ofenprodukte diskutiert (Anl. 1-6). Meist wurden die bis 200° siedenden Anteile dieser Benzine eingesetzt, daneben auch Fraktionen wie: bis 150°, 150 bis 220°, 220 bis 275° u. Änd.

1.) Ofen 10. 9. Fällung. Kesseln nach gerader Durchlauf. 7 stl.
27/28.7.49 (Anl. 1)

Dieses Ofenprodukt war in der Jantzenkolonne nach einzelnen Kohlenwasserstoffen C_5 bis C_{14} aufgeteilt und im Labor nachgeschnitten worden. Die aufgeführten verschiedenen Gemische zeigten nach der Kettwinkelmethode einen höheren Giefingehalt, als sich aus den ermittelten Jodzahlen berechnete. Diese Übere bei dazurartigen Benzinen festgestellten analytischen Unterschiede konnten nicht völlig geklärt werden. Es fehlt eben eine genaue Methode zur Bestimmung der Giefine. Mit $AlCl_3$ ergeben die verschiedenen aufgeführten, durch eine hohe OH-Zahl charakterisierten Benzine zwar etwas Kontaktöl, aber nur sehr tiefe Ausbeuten an Schmieröl; die Polhöhen liegen bei 1,75. Dieser Wert erreicht 1,42, wenn das Ausgangsmaterial aus C_{12} , 15, 14 bestand. Durch Vorbehandlung des Benzins mit P_2O_5 , das nur besseren Aufteilung Quarzpulver zugesetzt war, bei 100°, steigt die Ausbeute von 9,6 % auf 18,2 % und sinkt die Jodzahl von 80 auf 10. Weitere Versuche bei höheren Temperaturen als 100° müssen noch angesetzt werden. Bemerkenswert

~~000971~~

6472

ist hier die Verschlechterung der Viscositätspolhöhe von 1,78 auf 1,97.

2.) Ofen 2. 6. Füllung. Niedrigerer Wasserdampfdruck 1 + 1.
25/26. 2. 1940. (Anl. 2.)

Wie die niedere OH-Zahl von 10,6 angedeutet, sind hier die Kohlenwasserstoffe mit geringeren Alkoholanteilen vermischt; dementsprechend sind nach der Polymerisation mit 4 % $AlCl_3$ die Ölanteile größer = etwa 57 %. Auch bildet sich reichlich Kontaktöl (2900/1). Verwendet man jedoch neben 2,5 % $AlCl_3$ mehrfach dieses anfallende Kontaktöl, so sinkt die Ausbeute des Öles auf 28,6 und 23,2 % bzw. steigt die Konzentration der nicht umgesetzten Olefine im Restbenzin auf 28 und 36 % (2900/4 bis 6). In mit steigender Siedelage des Ofenprodukts an Olefinen verarmt, geht der Anfall an Öl demgemäß zurück (2900/7 bis 9). -

Eine Vorbehandlung mit Natronkalk bis 140° bringt keine Verbesserung. Auffallend bei allen Versuchen dieser Reihe ist die tiefe Viscosität der gebildeten n-Öle = 4,5 bis $8^\circ E$.

3.) Ofen 11. 5. Füllung. Wasserdampfdruck 1 + 3. Fe-Katalysator
gedruckt 20 stH. April 1940. (Anl. 3.)

Benzin und Kondensatöl wurden getrennt verarbeitet. Beide ergeben unbehandelt kein Kontaktöl. Ersteres liefert geringe Mengen Öl, das mit Paraffin durchsetzt ist, letzteres eine eigenartige Paste. Das Bild ändert sich ganz wesentlich wenn der bis 200° siedende Benzinenteil zur Entfernung der

Aldehyde mit Na-bisulfit, dann zwecks Bindung der Alkohole als Alkoholate bis 200° in offener Gefäße mit Natriummetall behandelt wurde. Beim Zusatz des Metalls trat lebhaftes Gesehen auf, es bildete sich ein Bodensatz. Bei qualitativer Prüfung erwies sich das Benzol als frei von Aldehyden und Säuren. Unter Bildung von 8 % Kontaktöl entstanden mit $AlCl_3$ 40,4 % Öl, allerdings von schlechter Polhöhe = 2,2 (2968). - Dieser Wert ist dem Benzol eigen und nicht etwa auf eine schädliche Einwirkung des Metalls zurückzuführen; denn wenn man ein normales Gravbenzol in gleicher Weise mit Bisulfit versetzt und über Natrium destilliert, bleiben Ansbente und Analysenzahlen des n-Öles, auch die Polhöhe, unverändert (Vers. 2995/1 gegen 2). -

4.) Gen. II. 7. Prüfung Wasserzugs Kreislauf 1 + 2.7. Fe-Kontakt, Gasdruck < 20 atü. II. bis 18.9.40. (Anl. 4)

Der bis 200° siedende Anteil wurde zur Synthese mit 5 % $AlCl_3$ oder 2,5 % $AlCl_3$ + Kontaktöl aus einer artgleichen Umsetzung vermischt. Da eine Vorbehandlung mit Na für den Betrieb als wenig geeignet erschien, mussten andere Mittel versucht werden. - Lediglich mit $CaCl_2$ kalt vorbehandeltes Benzol ergab, selbst bei einem auf 5 % gesteigerten $AlCl_3$ -Einsatz, ohne Kontaktölbildung nur 10 % Ölansbente.

Überraschenderweise trat auch keine Verbesserung ein, wenn man das mit $CaCl_2$ geschüttelte Benzol verdampfte und unter Zuzugabe geringer HCl-Mengen als Gas bei 200° langsam über über Aluminiumpläne leitete. Hierdurch trat zwar eine wesentliche Erhöhung der Reaktionsfähigkeit gegenüber $AlCl_3$ ein: 20 cm³ Benzol erwärmen sich durch Zugabe von 1 g $AlCl_3$ nach Vorbehandlung nur mit $CaCl_2$ innerhalb 10 Minuten um 1,5°C, nach Vorbehandlung nur mit HCl und Al innerhalb 11 Minuten um 10°C.

Trotzdem blieb bei Vers. 2995/4 die erwartete Verbesserung aus. Der Olefinfall stieg lediglich von 10 auf 16 %; die Konzentration der Olefine im Restbenzin sank nur in etwa von 75 auf 70 %.

Ausgeschieden daraus bewährte sich eine Vorbehandlung des Benzins entweder mit Siliciumtetrachlorid bis 200° oder mit aktiviertem Aluminium bis 200°.

SiCl_4 ist eine leicht bewegliche, bei 56,9° siedende Flüssigkeit; sie setzt sich energisch mit Wasser um und führt m.B. Essigsäure in Acetylchlorid über. Setzt man diesen Stoff dem Benzin zu, so trübt sich die Flüssigkeit durch Abscheidung von gallertartiger Kieselsäure und es setzt sofort ein Gasen ein. Ist dieses vorüber, wird von dem entstandenen Niederschlag bis 200° abdestilliert. Aus so gereinigtem Benzin ergibt mit 5 % AlCl_3 unter Bildung von viel Kontaktöl 54,2 % Öl von $V_{50} = 11^\circ$ und $V_{100} = 1,70$. Die Konzentration der Olefine im Restbenzin sinkt nunmehr auf etwa 13 % (2995/3). Der praktischen Verwendung des SiCl_4 steht der niedrige Siedepunkt und auch wohl die Giftigkeit hindernd im Wege.

Weit eher kommt für eine betriebliche Verwendung der andere, von uns gefundene Weg in Frage, aktiviertes Aluminium zu verwenden. Nach Erfassen wird das Metall nach Ätzen mittels starker Natronlauge mit einer dünnen Lösung von HgCl_2 benetzt. Die Trocknung des an der Luft sich überaus rasch oxydierenden Materials bleibt allerdings noch unvollständig. - Erhitzt man das Benzin mit aktiv. Al auf 40°, so tritt auch hier lebhafter Gasen ein; nach 2-stündiger Einwirkung destilliert man bis 200° ab. -

Die Synthese mit 2,5 % AlCl_3 und dem bei einem analogen Versuch 2994/2 anfallenden Kontaktöl ergab die vorzügliche Ausbeute von 63/2 % Öl, wobei der Olefingehalt des Restbenzins auf 5 % (!) zurückging. Entsprechend diesem weitgehenden Umsatz lag die VPH bei 1,63 (Vers. 2995/2).

~~0-10-1~~

0475

5.) Ofen 10. 10. Füllung Mitteldruck Wasserwas Kröslauf 1-1
1/2.9.40 (Anl.5)

Dieses Ofenprodukt interessiert besonders und bildet den Gegenstand weiterer, noch nicht abgeschlossener Untersuchungen. Die hier vorliegende Reihe 2991 ergibt, kurz zusammengefasst, Folgendes: Ohne Vorbehandlung bildet sich mit 4, 5 selbst 7 % $AlCl_3$ kein Kontaktöl; die Ölansichte steigt zwar mit der Katalysatormenge bis etwa 55 %. Niedrig siedende Benzolanteile setzen sich besser um (2991/5 und 4). Bei hochsiedenden Fraktionen geht die Ölansichte zurück (2991/6 und 7). Hohe OH-Zahl!

$CaCl_2$ Trocknung hat ebensowenig Effekt wie Erhitzen mit Natronkalk bis 140° , wodurch zwar die organischen Säuren bis $NZ = 0,01$ neutralisiert werden (2991/9). Geringfügig wirkt sich die Behandlung mit BaO oder CaO aus (2991/10 und 11).

Zwecklos ist ebenfalls das die Aktivität des Benzins an sich erhöhende Einleiten von Chlorwasserstoffgas in das Benzin (2991/13), desgleichen das Abfangen des ersten Stosses mit 5 % $AlCl_3$ bei 65° (Nr. 14).

Beste Erfolge bringt wieder die Anwendung von

$BaHCO_3$ und Na bis 200° (Nr. 12 und 17)

$SiCl_4$ " 200° (Nr. 18)

aktiviertem Al " 200° (Nr. 16)

Kontaktölbildung, Ansichte und Polhöhe des Öles sind gut. Während in den anderen Versuchen die Konzentration der Olefine im Restbenzin 53 bis 65° beträgt, ist sie nun auf 1 bis 2 % gesunken! - Das aktivierte Al vermag, wenn es lediglich bei 40° auf das Benzin zur Einwirkung gebracht wird (Vers. Nr. 15).

Die niederen Jodzahlen, 21 bei Nr. 18 und 15 bei Nr. 16 veranlassen uns, diese beiden Öle auf ihre Alterungsfestigkeit zu untersuchen:

<u>Alterung 6 Std. 160° O₂</u>	<u>Nr. 18</u> <u>SiCl₄</u>	<u>Nr. 16</u> <u>aktiv. Al</u>
Eindickung + V ₅₀	63%	76%
NE	16,5	15,6
VE	39,3	43,3
+ IK	0,75	0,75
H ₂ O abgeschieden	12,9 cm ³	12,6 cm ³

Trotz niedriger Jodzahl sind also diese Öle nicht Sauerstoff-fest, vgl. hydrierte Öle. -

6.) Ofen 10. 10. Mitteldruck. Neuartige Erfindung 1. 1. bis 11/9.40 (Anl. 6)

Es handelt sich also um den gleichen Typ wie bei 5.) d.h. um eine spätere Produktion aus derselben Ofenfüllung. Der Oligengehalt des Benzins war innerhalb dieser Periode von etwa 75 auf etwa 62 % gesunken. Die Versuche 2, 3, 4 bestätigen erneut die guten Ergebnisse bei Vorbehandlung mit aktiviertem Al, NaHSO₄ + Na, SiCl₄, namentlich hinsichtlich Kontaktabbildung und praktisch völliger Umsetzung der Oligene in der Synthese.

Das Einleiten von HCl versagt, trotz Anwendung von 5 % AlCl₃. (Vers. 2994/5).

Zusammenfassung.

Die Versuche zeigen, dass eine Vorbehandlung des Benzins aus der Drucksynthese vor der Polymerisation an Öl unbedingt notwendig ist. Als neuartige Mittel bewährten sich

a) NaHSO₄ dann Natrium

- b) Metallverbindungen
- c) mit H_2O_2 aktivierten Alkalien

Weitere Versuche mit sonstigen, insbesondere nichtmetallischen Metallen wie Cu, Fe, Mn, Ni mit verschiedenen Verbindungen wie $K_2Cr_2O_7$, F_2O , Chloriden wie $FeCl_3$, $SnCl_4$, $SnCl_2$, $PbCl_2$ sind angestrebt.

Heinrich *Clav*

ALUMINA

Herstellung der Produkte der Benzolreihe unter Druck

Ofen 10, 9. Füllung, Wassergehalt gerader Durchgang 7 stb, 27/28.7.40.

Vers.Nr.	Verhandlg. des Benzins	Siedelage Ausg. Olefine	Synthese AlCl ₃ KWI schichten	KWibildg. Restolefine	Restzahl
2976/1	keine	C ₇ ² C ₈ ² C ₉ ¹⁰ C ₁₁ ¹¹ 52 % Olef. 29,4% OH-Zahl	4 % AlCl ₃ 11 Std. 30°	KWI 7,6 % 26 % Olef. 5,8 % OH-Zahl	9,6 % V ₂₀ = 11,7 V ₁₀ = 1,70 Jahzahl = 20
2977	keine	C ₇ ² C ₈ ² C ₉ ¹⁰ C ₁₁ ¹¹ 56 % Olef. 33,6% OH-Zahl	4 % AlCl ₃ 11 Std. 30°	KWI 3,5 % 20 % Olef. 7,1% OH-Zahl	10,6 % V ₂₀ = 14,1 V ₁₀ = 1,70
2978	keine	C ₁₂ ¹ C ₁₃ ¹ C ₁₄ ¹ 44 % Olef. 22,7 % OH-Zahl	4 % AlCl ₃ 11 Std. 30°	KWI 5 % 22 % Olef. 4,5% OH-Zahl	12,1 % V ₂₀ = 9,6 V ₁₀ = 1,42
2976/2	P ₂ O ₅ + Quarz sand, 4 Std. 100°	C ₇ ² C ₈ ² C ₉ ¹⁰ C ₁₁ ¹¹ ---	4 % AlCl ₃ 11 Std. 35°	KWI 7 % 18 % Olef.	10,2 % V ₂₀ = 8,1 V ₁₀ = 1,37 Jahzahl = 10

Herstellung aus Produkten der Benzolnaphthalen-Unterfraktion

Ofen 2, 8.Füllung, Niederdruck Wasserdampf Kreislauf 1-5, 25/26.8.40

Vers.Nr.	Verbehandlg. des Benzins	Siedelage Ausg. Olefine	Synthese AlCl ₃ Katal. erhitzen	Katalbildg. Restolefine	Ertrag
2980/1	keine	bis 200° 69 % Olof. 10,6% OH-Sahl	4 % AlCl ₃ 11 Std. 95°	Katal 6,2 % 18 % Olof.	37,4 % V ₅₀ = 6,7 VPH = 1,97
2980/2	Natronkalk 80 bis 140°	bis 200° 70 % Olof.	4 % AlCl ₃ 11 Std. 95°	Katal 5,9 % 18 % Olof.	37,4 % V ₅₀ = 7,5 VPH = 1,90
2980/3	keine	bis 275° 62 % Olof. 11,2 % OH-Sahl	4 % AlCl ₃ 11 Std. 95°	Katal 6,7 % 18% Olof.	32,6 % V ₅₀ = 8,- VPH = 1,89
2980/4	"	"	2,5% AlCl ₃ Katal 2980/3 11 Std. 95°	Katal 0,3 % 27 % Olof.	32,6 % V ₅₀ = 4,6° VPH = 1,70
2980/5	"	"	2,5 % AlCl ₃ Katal 2980/4 11 Std. 95°	Katal 0,6 % 28 % Olof.	28,6 % V ₅₀ = 4,5° VPH = 1,77
2980/6	"	"	2,5 % AlCl ₃ Katal 2980/5 11 Std. 95°	Katal 3,- % 36 % Olof.	23,2 % V ₅₀ = 4,8° VPH = 1,74
2980/7	"	bis 150° 72 % Olof.	4 % AlCl ₃ 11 Std. 80°	Katal 4,5 % 25 % Olof.	33,1 V ₅₀ = 6,6 VPH = 2,08
2980/8	"	150 bis 220° 63 % Olof.	4 % AlCl ₃ 11 Std. 95°	Katal 3,9 % 21 % Olof.	28,1 % V ₅₀ = 6,8 VPH = 1,69
2980/9	"	220 bis 275° 49 % Olof.	4 % AlCl ₃ 11 Std. 95°	Katal 10,3 % 20 % Olof.	21,7 % V ₅₀ = 6,8 VPH = 1,53

~~000000~~

6480

Übersicht über die Produktion der Benzolnaphthene unter Druck

Ofen 11, 5. Füllung. Wassergas Kreislauf 1:3, Fe-Kontakt, Gasdruck 20 atm
April 1940

Vers.Nr.	Vorbehandlung des Benzins	Siedelage Ansg. Glasf.	Synthese AlCl ₃ , KWI erkittet	KWIBildg. Reaktorform	Ertrag
2962/1	keine	bis 310° 66 % Ofaf.	4 % AlCl ₃ 11 Std. 80°	KWI 0 92 % Ofaf.	16,4 % Paraffinanteil V ₅₀ = 6,3 V ₇₀ = 1,50
2962/2	"	310 bis 325° 60 % Ofaf.	4 % AlCl ₃ 11 Std. 95°	KWI 0 90 % Ofaf.	Paraffin V ₅₀ = 3,3
2968	H ₂ SO ₄ kalt, bis 200° Na bis 200° destillieren	bis 200° 68 % Ofaf.	4 % AlCl ₃ 11 Std. 95°	KWI 8 % 20 % Ofaf.	40,4 % V ₅₀ = 9,3 V ₇₀ = 2,2

Vergleich normaler Gasdruck mit Gas 11 B

2994/1	keine	bis 200° 74 % Ofaf.	4 % AlCl ₃ 11 Std. 95°	KWI 14,7 % 6 % Ofaf.	61,4 % V ₅₀ = 13,0° V ₇₀ = 1,69
2995/2	H ₂ SO ₄ kalt Na bis 200° destillieren	bis 200° 76 % Ofaf.	4 % AlCl ₃ 11 Std. 95°	KWI 14,6 % 5 % Ofaf.	61,2 % V ₅₀ = 17,6 V ₇₀ = 1,63

Übersicht über Produktion der Kautschukstoffe unter Druck

Ofen 11, 7. Füllung, Wassergas Kreislauf 1 + 2,7, Fe-Kontakt, Druckzeit 20 st
11. - 19.9.40.

Verb.Nr.	Vorbereitung des Benzins	Niedrige Ausg.Olef.	Synthese $AlCl_3$, KWI erhalten	KWIbildung, Destillation	Ergebnis
2995/1	$CaCl_2$ trocken	bis 200° 78 % Olef.	5 % $AlCl_3$ 11 Std. 95°	KWI 0 75 % Olef.	10,5 % $V_{50} = 29,2$ $V_{10} = 1,75$ Jahr. 62
2995/4	$CaCl_2$ trocken + Graphit + HCl über Al_2O_3	bis 200° 75 % Olef.	2,5 % $AlCl_3$ KWI 2994/5 10 Std. 95°	KWI 0 70 % Olef.	14,1 % $V_{50} = 24,1$ $V_{10} = 1,72$ Jahr. 60
2995/3	$CaCl_2$ trocken $SiCl_4$ kalt, bis 200° destillieren, waschen, trocken	bis 200° 74 % Olef.	5 % $AlCl_3$ 10 Std. 95°	KWI 9 % 15 % Olef.	14,2 % $V_{50} = 11$ $V_{10} = 1,70$ Jahr. 50
2995/2	$CaCl_2$ trocken aktiv. Al, bis 200° destillieren	bis 200° 74 % Olef.	2,5 % $AlCl_3$ KWI 2994/2 10 Std. 95°	KWI 1 % 5 % Olef.	13,2 % $V_{50} = 13,1$ $V_{10} = 1,65$ Jahr. 40

Übersicht über Produktion der Kunststoffe unter Druck

Ofen 10, 10.Füllung, Mitteldr. Wassergas Kreislauf 1 + 2, 1/2.9.40.

Vers.Nr.	Verbehandlg. des Kunstst.	Reaktions- Ausg. Oief.	Synthese AlCl ₃ Katal. schichten	Katalisat.- Katalysator	Reaktion
2991/1	keine	bis 200° 75 % Oief. 53 OH-Sahl	4 % AlCl ₃ 11 Std. 60°	Katal 0 61 % Oief.	22,1 % V ₅₀ = 14,4 V ₇₅ = 1,63
2991/2	"	bis 200° 75 % Oief.	4 % AlCl ₃ 11 Std. bis 80°	Katal 0 60 % Oief.	23,1 % V ₅₀ = 33,6 V ₇₅ = 1,62 Jahr. = 37
2991/3	"	bis 150° 74 % Oief. 25 OH-Sahl	5 % AlCl ₃ 11 Std. 80°	Katal 1,- 54 % Oief.	43,5 % V ₅₀ = 20,8 V ₇₅ = 1,67
2991/6	"	150 bis 220° 70 % Oief. 44 OH-Sahl	5 % AlCl ₃ 11 Std. 95°	Katal 0 22 % Oief.	20,3 % V ₅₀ = 8,4 V ₇₅ = 1,48
2991/7	"	220 bis 275° 61 % Oief.	5 % AlCl ₃ 11 Std. 95°	Katal 0 26 % Oief.	19,8 % V ₅₀ = 12,4 V ₇₅ = 1,37
2991/4	CaCl ₂ getrock- net	bis 200° 75 % Oief.	5 % AlCl ₃ 11 Std. 95°	Katal 0 42 % Oief.	40,5 % V ₅₀ = 26,6 V ₇₅ = 1,64 Jahr. = 42
2991/8	CaCl ₂ trocken	bis 200° 75 % Oief.	7 % AlCl ₃ 11 Std. 95°	Katal 0 19 % Oief.	ca. 33 % V ₅₀ = 31,2 V ₇₅ = 1,63 Jahr. = 32
2991/5	Natronkalk bis 140° Fl.	bis 200° 75 % Oief.	4 % AlCl ₃ 11 Std. 80°	Katal 0 56 % Oief.	30,7 % V ₅₀ = 26,4 V ₇₅ = 1,22

~~000002~~

0483

Vers.Nr.	Verfahrensg. des Benzins	Einlage Ang. Glatf.	Synthese AlCl ₃ Kahl schichten	Kohlbildg. Kohlstein	Beobacht.
2991/9	Natronalk bis 140°	bis 200° KH = 0,01 VH = 0,10	4 % AlCl ₃ 11 Std. 90°	Kohl 0 65 % Glatf.	18,2 % V ₅₀ = 30,4 V ₇₅ = 1,60 Jahr. = 30
2991/10	NaO bis 140°	bis 200° - VH = 0,07	4 % AlCl ₃ 11 Std. 90°	Kohl 0 67 % Glatf.	0,8 % V ₅₀ = 20,9 V ₇₅ = 1,01
2991/11	CaO bis 140°	bis 200° VH = 0,30 72 % Glatf.	4 % AlCl ₃ 11 Std. 90°	Kohl 0 66 % Glatf.	12,1 % V ₅₀ = 20,4 V ₇₅ = 1,01
2991/13	HCl Gas kalt Tanzil	bis 200° VH = 10,8 72 % Glatf.	4 % AlCl ₃ 11 Std. 95° ob. Schicht verrotten	Kohl 0 53 % Glatf.	21,5 % V ₅₀ = 27,0 V ₇₅ = 1,30 Jahr. = 30
2991/14	3 % AlCl ₃ , 65° H ₂ O, Soda, Tanzil	bis 200° VH = 0,04 64 % Glatf.	4 % AlCl ₃ 11 Std. 95° ob. Schicht verrotten	Kohl 0 56 % Glatf.	23,3 % V ₅₀ = 30,7 V ₇₅ = 1,50 Jahr. = 21
2991/12	NaHSO ₃ kalt Na bis 200° (D)	bis 200° VH = 0,03 74 % Glatf.	4 % AlCl ₃ 11 Std. 80-95° hartige Reak- tion, ob. Schicht ver- rotten	viel Kohl; abgeru- hacht	? V ₅₀ = 22,2 V ₇₅ = 1,30
2991/17	NaHSO ₃ kalt Na 70 bis 125°	bis 200° 72 % Glatf.	5 % AlCl ₃ 9 1/2 Std. 95° ob. Schicht verrotten	Kohl 22,4 % 1 % Glatf.	33,2 % V ₅₀ = 24,2 V ₇₅ = 1,60 Jahr. = 16
2991/18	SiCl ₄ kalt, bis 200° de- stilliert	bis 200° 63 % Glatf.	5 % AlCl ₃ 9 1/2 Std. 95° ob. Schicht verrotten	Kohl 2,1 % 2 % Glatf.	0,1 % V ₅₀ = 22,6 V ₇₅ = 1,60 Jahr. = 21

Anlage 5 Fortsetzung /2

Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten

~~000000~~

6484

Vers.Nr.	Vorbehandlg. des Benzins	Siedelage Ausg. Oief.	Synthese AlCl ₃ KVE erkitten	KVibildg. Nestolefine	Ertrag
2991/15	aktiv. Al 40°	bis 200° VE = 0,01 74 % Oief.	4 % AlCl ₃ 11 Std. 95° ob. Schicht ersetzen	KVE 1,2 % 62 % Oief.	86,2 % V ₅₀ = 31,1 V ₉₀ = 1,58
2991/16	aktiv. Al bis 200° de- stilliert	bis 200° 69 % Oief.	5 % AlCl ₃ 9 1/2 Std. 95° ob. Schicht ersetzen	KVE 19,8 % 2 % Oief.	75,8 % V ₅₀ = 22,- V ₉₀ = 1,58 Jede = 15

Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holtten

~~000004~~

Überfällung aus Produktion der Benzolnaphthalen-Wasser-Kreisl.

Ofen 10, 10. Füllung, Mitteldr. Wassergas Kreislauf 1 + 3, 1/11.9.40.

Fabr. Nr.	Vorbehandlg. des Benzins	Siedelage Ausg. Olefine	Synthese AlCl ₃ Katal. erhalten	Küßbildg. Katalysator	Restzahl
2994/2	CaCl ₂ trocken	bis 200° 61 % Olef.	5 % AlCl ₃ 11 Std. 95°	Katal. 0 75 % Olef.	39,3 % V ₅₀ = 23,6 Jahres = 41
2994/5	Camphor & HCl über Al 200°	bis 200° 61 % Olef.	5 % AlCl ₃ 10 Std. 95°	Katal. 2,7 % 79 % Olef.	35,- % V ₅₀ = 17,9 Jahres = 63
2994/4	SiCl ₄ kalt, bis 200° de- stillieren, Tonsil	bis 200° 64 % Olef.	5 % AlCl ₃ 9 1/2 Std. 95°	Katal. 10,9 % 2 % Olef.	46,2 % V ₅₀ = 17,9 Jahres = 19
2994/3	H ₂ HBO ₃ kalt, Na 60 - 180°	bis 200° 62 % Olef.	2,5 % AlCl ₃ + Katal. 2991/17 9 1/2 Std. 95°	Katal. 5,2 % 2 % Olef.	48,2 % V ₅₀ = 15,1 Jahres = 31
2994/2	aktiv. Al, bis 200° de- stillieren	bis 200° 64 % Olef.	2,5 % AlCl ₃ + Katal. 2991/16 10 Std. 95°	Katal. 6,2 % 1 % Olef.	48,9 % V ₅₀ = 17,2 Jahres = 36