

Index to Microfilm of Dr. M. Pier
XVIII Lubrication and Lubricants

	<u>Pages</u>
Data for Rumanian lube oil production	1 - 27
Today's conception of propane process	28 - 33
"Paraflow"	34 - 43
Literature survey of ethylene lube oils	44 - 47
Addition of sulfur to ester lube oils	48
Report on research on propylene lube oils	49 - 50
Patent situation on propane operations outside of Germany	51 - 78
Use of additives in auto lube oils	79 - 89
Calculations basis for hydrogenation aviation motor oil from propane operations	90 - 92
Making propylene greases	93 - 96
Production of aviation motor oil from Nearg oil	97 - 109
Drying oils by high frequency electric current	110 - 111
Concerning aviation motor oil	112 - 113
Hydrogenation of petroleum wax for lube oil synthesis	114 - 134
Test of lube oil	135 - 136
Synthetic Steam Cylinder oil	137 - 139
High Pressure research on synthetic lubes	140 - 145
On processing propylene to lube oil	146 - 149
Hydrogenation processing of hard wax (from Fischer-Tropsch) over 8376 at 250 atm	150 - 172
Synthetic aviation motor oils from alpha-olefins C ₆ - C ₁₈	173 - 197
Propylene lube oil	198 - 201
Steam cylinder oil by hydrogenation	202 - 204
Analysis of what constituents lubricating ability of an oil	205 - 213
Talk on synthetic steam cylinder oil	214 - 215
XIX Mechanical Data	
Sizing letdown vessels and bursting disk lines	216 - 220

Process for the concentration of oxidizing ores and polar "non-ores" thru flotation 221 - 224

Process for separating heavier oils into their components 225 - 228

Process for extraction of bituminous materials 229 - 231

XXI Physical Data and Phenomena, etc.

Adsorption on solid substances 232 - 238

Use of electron diffraction on the investigation of gas adsorption 239 - 240

On the problem of ball lightning 241 - 246

Calculating the Joule Thompson effect for hydrogen 247 - 257

Abrasion and lubrication 258 - 260

On the Nernst Theorem 261

On the structure of fluids 262 - 263

Light absorption and constitution of some polycyclics 264 - 270

Roentgen investigation of Mo - Al₂O₃ and active Al₂O₃ catalysts 271 - 273

Research on new explosives 274 - 275

Stability of fluorides in presence of H₂S and H₂O in view of their catalytic action 276 - 278

Theory on the formation of higher hydrocarbons from methane in presence of sulfur or sulfur compounds 279 - 284

The problem of back-firing in large arc-rectifiers, and the collateral problems of anode material, dirtying electrodes, etc. 285 - 291

Literature survey on arsenic and its compounds 292 - 296

New knowledge in the field of the aluminum chloride synthesis 297 - 300

Exhaust temperature and combustion temperature with gasoline of more and less aromatic content 301

25 years of Nernts' Thermodynamics 302 - 304

Molecule models 305 - 308

Physico-chemical discussions at Göttingen 309 - 310

Catalyst research thru electron diffraction 311

XXI Physical Data and Phenomena, Etc.	<u>Pages</u>
Thermodynamics of Pyridene Synthesis after the Nernst approach formula	312 - 316
Today's knowledge of super-conductivity at low temperatures	317 - 319
Crystal chemistry of Silicates	320 - 329
Atomic structure of WS_2 and MoS_2 skeletons	330 - 334
Chronology of thermodynamics	335 - 338
A short basis for the electrochemical work of Nernst	339 - 343
Use of supersonic phenomena in practical chemistry	344 - 348
Fluorescent colors of several substances in paraffin oil with normal and ultraviolet light	349
Constitution of the hydrogenation products by light absorption (detection of coronene, pyrene)	350 - 352
Fluorescence and phosphorescence	353
Recovery of Pyridene	354 - 357
New researches into lignin chemistry	358 - 362
Synthesis of Acetic acid. Thermodynamic calculations	363 - 365
Possibility of reducing ice-fog formation in engine exhaust	366 - 374
Free radicals	375 - 388
XXII Properties of Materials	
Isomeric Paraffins	389 - 402
Inspection of Pölitz fuel oil	403 - 408
Quality of Petroleum products	409
Quality of comparison of cracked and hydrogenated gasoline from bituminous coal B middle oil	410 - 432
XXIV Shale oil	
Low pressure treatment of concentrate from Estonia shale	433 - 443
TTH operation on Lurgi carbonization tar from shale	444 - 456
The Rostin process	457 - 458
Autoclave work on Estonian shale	459 - 460

	<u>Pages</u>
XXIV Shale Oil	
Research on concentrating shale	461 - 464
Data for shale oil hydrogenation	465
Test on swedish shale	466 - 469
Concerning estonian oil shale	470 - 472
Ashfree bitumen from Estonian Shale flotation concentrate	473 - 474
Hydrogenation research on shales and shale concentrates	475 - 479
Concentrating the organic material in Estonian Shale	480 - 481
Autoclave treatment of Messel mine shale	482 - 483
Disassembly of the Estonian Shale oil industry	484 - 496
XXV Tar Hydrogenation, Etc.	
Research report on running coal tar from bituminous coal at high thruputs to make excess heavy oil at 600 atm. in 10 liter converter, 1940	497 - 520
First Evaluation on hydrogenation of primary bitumen	521 - 523
Running the vacuum Distillate from the cold catchpot heavy oil at 600 atmospheres over fixed catalyst 8376 to produce Diesel oil with a low pour point	524 - 528
The Blunner pressure carbonization operation	529 - 531
Research with sulfur as liquid-phase catalyst in one liter converter	532 - 537
Research report on running Welheim pitch mixture at high rates to make excess heavy oil at 600 atmospheres in 10 liter converter	538 - 566
Research report on running Brux tar to gasoline and middle oil only at 600 and 250 atm in 10 liter converters	567 - 623
Research report on running topped Ruhr coke oven tar to gasoline and middle oil at 600 atm	624 - 662
Research report on running a mixture of topped coke oven tar to an excess of heavy oil in 10 liter converter	663 - 696
Research report on running low temperature carbonization pitch to heavy oil excess at 600 atm in 10 liter converter	697 - 730

XXV. Tar Hydrogenation, Etc.

Pages

Research report on running a soft coal tar mixture for Politz at 600 atm to gasoline and middle oil 731 - 754

Research on some special bituminous materials 755 - 759

Running middle Germany brown coal tar at 600 atm 760 - 767

Talk on Brux tar conversion 768 - 769

Influence of available hydrogen and volatile on the low temperature carbonization tar yield and dependence of the hydrogenability on low temperature tar yield available hydrogen and volatile 770 - 772

Petroleum residue hydrogenation 773 - 776

Fuel oil from coke oven tar 777 - 779

Discussions on tar stalls feeding Brux tar 780 - 781

Tar processing 782 - 794

Working up Petroleum Pressure distillate over 7878 and 6434 to 87 grade fuel 795 - 807

Running Bohlen tar at 250 atm in 10 liter converter 808 - 812

XXVI Vapor Phase - Hydrogenation

Relation between acid and basic constituents of middle oil from bituminous coal hydrogenation in the saturation step over alumina catalyst 812 - 817

Methyl cyclopentane from benzol or cyclohexane 818 - 820

Aromatization of middle oil from bituminous coal hydrogenation at 600 atm 821 - 824

New research (Jan. 1941) on saturation of middle oil from bituminous and brown coals over Mo catalysts in 1 liter converter 825 - 847

New saturation catalyst tests (Jan. 1942) 848 - 857

Hydrogenation of brown coal middle oil over Ruhrol catalyst 858 - 863

Hydrogenation of bituminous coal middle oil from upper Silesian coal in 1 liter converter. One-step conversion at 600 atm with and without DHD 864 - 890

Saturation and splitting of various raw materials available at Brux 891 - 903

Splitting of 8376-B middle oil from semi-technical plant in small scale plant. 904 - 909

XXVI Vapor Phase - Hydrogenation	Pages
Hydrogenation of Benzol to Cyclohexane	910 - 911
Shutdown of a vapor phase stall	912 - 913
Research on saturation of bituminous coal middle oil over 7846W250 catalyst	914 - 927
Research to refine aviation gasoline and other products over Al_2O_3 W-Ni Catalyst	928 - 936
Investigation run in small plant parallel to semitechnical work in stall 805. Long-time test of 600 atm splitting of middle ore over Fullers earth catalyst	937 - 950
600 atm aromatization of liquid phase oil from a Silesian coal compared with Scholven coal over cat. 7978	951 - 957
Splitting of DHD residues	958 - 984
Aromatization of brown coal hydrogenation ore at 540 atm over Fullers earth	985 - 992
Testing of new saturation catalysts	993 - 996
Effect of sulfurization during single stage 600 atm splitting of bituminous coal middle oil over Fullers earth	997 - 1001

FRIEDRICH UHDE
Ingenieur-Büro
und Fabrik für chem. Apparate
Zweigbüro LEUNAWERKE

①

Schmieröl- und Paraffingewinnung
in Rumänien
aus Schnitzeier Rohöl.

000

001

2/11/16

9.6.41

In Verfolgung des Besprechungsberichtes vom 30.5.41 über die Besprechung in Pressburg am 23. und 24.5.41 wird nachstehend die Schmieröl- und Paraffingewinnung nach dem Propanverfahren entsprechend dem dort ausgearbeiteten Schema durchgeführt.

Es ist bekannt, dass die rumänischen Öle einen kritischen Punkt aufweisen, von dem ab das Öl schwierig zu entparaffinieren bzw. das erhaltene Paraffin schwierig zu entölen ist. Dieser Punkt müsste vor der Planung einer solchen Anlage vermögensmäßig genau ermittelt werden, was bisher noch nicht geschehen ist. Ausserdem wird entsprechend den Unterlagen von Pressburg angenommen, dass in den Ocnitzeier Rohölen keine hochviskosen Öle vorhanden sind. Diese Annahme wird von uns bezweifelt, zumal von anderer Seite Untersuchungen von rumänischen Ölen vorliegen, nach denen hochviskose Öle im Rohöl vorhanden sind. Genaueres darüber kann jedoch erst nach eingehender Untersuchung des Öles selbst gesagt werden.

Für unsere Untersuchung ist das Schema in dem oben erwähnten Besprechungsbericht zugrundegelegt, in dem nach den Erfahrungen der I.G. Ludwigshafen - Abteilung Hochdruck-Versuche - einzelne Anteile geschätzt sind. Unter dieser Voraussetzung kann die folgende Ausarbeitung zwar einen Überblick über das Verfahren und seine ungefähren Unkosten geben, kann jedoch nicht darauf Anspruch erheben, als genaue Vergleichsunterlage den anderen Verfahren gegenüber gestellt zu werden, für die praktische Ausbeuteziffern vorliegen. Insbesondere kann die anliegende Ausarbeitung nicht die Grundlage einer grundsätzlichen Entscheidung über die vorzusehende Arbeitsweise abgeben.

Nach Mitteilung von Herrn Dr. Ringer ist eine genaue Untersuchung des Öles vorgesehen. Nach Vorliegen der Ergebnisse dieser Untersuchung wird auch die nachstehende Ausarbeitung entsprechend überholt und berichtigt werden können. Es ist daher in der nachstehenden Ausarbeitung darauf verzichtet worden, die Vergleichswerte in sämtlichen Einzelheiten anzugeben.

3 9.6.41

Es sei eingangs darauf hingewiesen, dass die vorliegende Kostenermittlung auf derselben Basis wie die beiden anderen Kostenermittlungen für das Schwitzverfahren und das Dichloräthanverfahren beruht. Insbesondere handelt es sich um die nackten Apparatekosten ohne Steuer, Konstruktion und sonstige Zuschläge.

Für sämtliche Unkostenarten sind die gleichen spez. Zahlen eingesetzt, wie bei den beiden anderen Verfahren (Dampfpreis, Strompreis, Wasserpreis usw.), ebenso ist die Bewertung der Öle mit den gleichen spez. Werten erfolgt.

Grundsätzlich möge erwähnt werden, dass in den Kostenschätzungen ein ausserordentlich hoher Dampfpreis von RM 5,00/t eingesetzt ist, der sich besonders beim Propanverfahren ungünstig auf die Verarbeitungskosten auswirkt. Eine Verschiebung in den spez. Kosten ist unter Umständen geeignet, das eine oder andere Verfahren als wirtschaftlicher oder zweckmässiger erscheinen zu lassen. Andererseits sei darauf hingewiesen, dass aus Vergleichsgründen auch der Oppanolzusatz für die Bemessung der niedrigviskosen Öle vorgesehen ist. Bei einem Vergleich der beiden Verfahren (Dichloräthan bzw. Propan) könnte darauf grundsätzlich verzichtet werden. Im Rahmen der Chemikalien-Kosten spielt aber gerade der Oppanolzusatz eine nicht unerhebliche Rolle (ungefähr 50 % der gesamten Chemikalien-Kosten).

Ferner ist zu beachten, dass die vorgesehene Schwefelsäure-Raffination der hochviskosen Öle nach Angaben von Herrn Dr. Eisenhut mit 20 % Schwefelsäure bezogen auf Raffinationseinsatz erfolgen soll. Dadurch entstehen erhebliche Unkosten an Schwefelsäure und erhebliche Produktverluste, über deren Notwendigkeit erst bindende Versuche eine Klärung bringen können, zumal das Öl bereits durch Propan vorraffiniert ist (Entasphaltierung und Entharzung). Da einerseits die Forderung gestellt ist, 60 000 Tonne Rohöl zu verarbeiten, andererseits die Forderung, etwa 10 000 Tonne Schmieröl zu gewinnen, diese beiden Forderungen jedoch bei dem im Fließschema angegebenen Ausbeuteziffern nicht in Einklang zu bringen sind, wurden 2 Fälle durchgerechnet und zwar:

002

9.6.41

Fall I. Einsatz 60 000 Jato Rohöl

Ausbeute 16 314 Jato Schmieröl

Fall II. Einsatz 57 000 Jato Rohöl

Ausbeute 10 040 Jato Schmieröl

Dr. Bl/Boe/Rü.

1.)

Ausbeuten gemäss Anlagenschema

	%	Fall I 60 000 Jato	Fall II 37 000 Jato
Benzin	22,13	13 278	8 230
Leuchtöl	18,23	10 938	6 730
Gasöl	10,75	6 450	3 980
Spindelöl	14,47	8 682	5 340
Masch.-Öl	5,62	3 372	2 080
Bright-Stock	7,10	4 260	2 620
Paraffin	7,60	4 560	2 810
Paraffinrückst.	0,90	540	330
Asphalt + Harz	7,90	4 740	2 920
Verluste	5,30	3 180	1 960
	100,00	60 000	37 000

27,19 } 16314 Jato
 } 3 372 } Schmieröle
 } 4 260 }
 } 10040 Jato
 } 2 080 } Schmieröle
 } 2 620 }

Auf Grund dieser Einsatz- bzw. Ausbeuteziffern ergeben sich die in der Tabelle 2 angeführten Anlagegrössen:

2.)

Anlagegrössen

	Fall I 60 000 Jato	Fall II 37 000 Jato
Entasphaltierung	112 Tato	69 Tato
Entparaffinierung 1. Stufe	68 "	42 "
" 2. "	25 "	15,5 "
Paraffindestillation	15 "	9,3 "
Schwefelsäureraffination	25 "	15,5 "
Natronlaugewäsche	53 "	33 "
Paraffinraffination	13,3 "	8,2 "

Zur Bemessung der Anlagegrössen ist zu bemerken, dass für die Entasphaltierung und Entparaffinierung 2. Stufe angenommen ist, dass keine Zwischenspeicherung stattfindet, dass also in einem Arbeitsgang durchgeführt wird. Die Grösse der übrigen Anlage-teile ist so bemessen, dass einfach der normale Jahresanfall

durchgesetzt werden kann, was in einigen Fällen Zwischenspeicher erforderlich macht.

Die Kalkulation der einzelnen Anlageteile für Fall I und II ist in den anliegenden Kalkulationsblättern aufgeführt. Hier sollen lediglich die zusammengestellten Werte Platz finden. (Siehe Tabelle 3):

3.)

Anlagekosten - Zusammenstellung:

	Fall I		Fall II	
	Masch. u. App. RM	- Gebäude u. Fund. RM	Masch. u. App. RM	Geb. u. Fundam. RM
Propananlage	2.127.000,-	300.000,-	1.737.000,-	240.000,-
Paraffindestill.	187.000,-	13.000,-	145.000,-	10.000,-
Schwefelsäureraff.	297.000,-	110.000,-	239.600,-	110.000,-
Paraffinraffin.	200.000,-	-,-	135.000,-	-,-
Natronlaugewäsche	135.000,-	-,-	84.000,-	-,-
Gebäudeaufschluss	-,-	50.000,-	-,-	50.000,-
Gesamtkosten	RM 2.946.000,-	473.000,-	RM 2.540.000,-	410.000,-
		RM 3.419.000,-		RM 2.750.000,-

Für den Energieverbrauch der einzelnen Anlageteile sind die Angaben in der nachstehenden Tabelle 4 enthalten:

4.)

E n e r g i e n :

	Fall I				Fall II			
	HD-Dampf t/h	ND-Dampf t/h	Wasser m ³ /h	Leist. kW	HD-Dampf t/h	ND-Dampf t/h	Wasser m ³ /h	Leist. kW
Propananlage	6,30	3,60	380	190	3,90	2,20	230	120
Paraffindest.	0,20	0,50	80	20	0,15	0,30	50	20
Schwefelsäureraff.	-	2,10	-	130	-	1,30	-	80
Paraffinraffin.	-	0,70	-	70	-	0,50	-	50
Natronlaugewäsche	-	0,50	-	70	-	0,30	-	50
Gesamt	6,50	7,40	460	480	4,05	4,60	280	320
Energiekosten/ Einh.	RM/t	RM/t	RM/m ³	RM/kWh	RM/t	RM/t	RM/m ³	RM/kWh
Energiekosten/h	32,50	37,00	6,90	19,20	20,25	23,00	4,20	12,80

Die Chemikalienkosten sind in der Tabelle 5 aufgeführt. Dabei sind die im Fließschema angeführten Einsatzziffern zugrunde gelegt. Die Oppanolmenge wurde so angenommen, dass der Zusatz 0,5 % auf die Gesamtmenge beträgt:

5.)

Chemikalienkosten:

	Fall I		Fall II	
	RM/t	t/Jahr	RM/Jahr	t/Jahr
Natronlauge	260,-	54	14.040,-	53,3
Kalkhydrat	56,60	48	2.720,-	29,6
Bleicherde	268,50	558	152.800,-	344
Schwefelsäure	84,2	1536	129.000,-	947
Oppanol B 15	4.235,-	82	177.000,-	50,60
Aluminiumchlorid	1.260,-	144	181.560,-	88,9
Propan	500,-	114	57.000,-	70,3
			<u>884.050,-</u>	<u>145.540,-</u>
Gesamterzeugung		27.324 t		16.830 t
Chemikalienanteil			32,4 RM/t	

Auf Grund der in den vorstehenden Tabellen angeführten Zahlen werden die Aufarbeitungskosten für die beiden Fälle wie folgt ermittelt:

6.)

Aufarbeitungskosten Fall I

Gehälter:

	RM/Jahr
1 Akademiker	12.000,-
Ingenieuranteil	6.000,-
Meister-Anteil	2.400,-
Hilfameister-Anteil	3.000,-

Löhne:

3 Vorarbeiter zu RM 2.400,-	7.200,-
30 Arbeiter " " 2.040,-	61.200,-

Energien:

4.147.200 kWh zu 0,04 RM	Strom 165.888,-
120.096 t " 5,00 "	Dampf 600.480,-
3.974.400 m ³ " 0,015 "	Wasser 59.616,-

	<u>RM/Jahr</u>
Reparaturen 3 % von RM 3.419.000,-	102.570,-
Materialien, Arbeitskleidung, Öle, Fette u. dergl.	18.000,-
Chemikalien lt. Aufstellung	884.060,-
Verpackung	600,-
Bürounkosten	14.400,-
Laborkosten	18.000,-
Reisespesen	2.400,-
Feuerschutz 3,25 % von RM 3.419.000,-	111.118,-
Abschreibungen 10 % von RM 2.946.000,-	294.600,-
" 5 % " " 473.000,-	23.650,-
	<u>RM 2.387.182,-</u>
bezogen auf	
27 324 t Fertigprodukte	<u>87,5 RM/t</u>

7.)

Aufarbeitungskosten Fall IIGehälter:

	<u>RM/Jahr</u>
1 Akademiker	12.000,-
Ingenieur-Anteil	6.000,-
Meister - Anteil	2.400,-
Hilfameister-Anteil	3.000,-

Löhne:

3 Vorarbeiter zu RM 2.400,-	7.200,-
30 Arbeiter zu RM 2.040,-	61.200,-

Energien:

2.764.800 kWh zu RM 0,04 Strom	110.592,-
74.736 t " " 5,00 Dampf	373.680,-
2.419.200 m ³ " " 0,015 Wasser	36.288,-
Reparaturen 3 % von RM 2.750.000,-	82.500,-
Materialien, Arbeitskleidung, Öle u. dergl.	18.000,-
Chemikalien lt. Aufstellung	545.340,-
Verpackung	600,-
Bürounkosten	14.400,-

	<u>RM/Jahr</u>
Laborunkosten	18.000,-
Reisespesen	2.400,-
Feuerschutz 3,25 % von RM 2.750.000,-	89.375,-
Abschreibungen 10 % von " 2.340.000,-	234.000,-
" 5 % " " 410.000,-	20.500,-
	<u>RM - 1.637.475,-</u>
bezogen auf 16 830 t Fertigprodukt	<u>97,3 RM/t</u>

Die Erlösberechnung wurde in beiden Fällen einmal so durchgeführt, dass die Preise der einzelnen Ölsorten gesondert in Rechnung gestellt wurden (Fall A) und einmal so, dass die gesamte anfallende Schmierölmenge als Autoöl gerechnet wurde (Fall B), analog der Erlösberechnung der Apollo-Raffinerie für das Dichloräthanverfahren:

8.) Erlösberechnung Fall I:

Erzeugung A

Gasöl 6 450 t/Jahr zu RM/t 249,-	1.606.000,- RM/Jahr
Spindelöl 8 682 " " " 345,-	2.995.290,- "
Masch.-Öl 3 372 " " " 345,-	1.163.340,- "
Bright- Steck 4 260 " " " 1150,-	4.899.000,- "
Paraffin 4 560 " " " 744,-	3.390.000,- "
<u>27 324 t/Jahr</u>	<u>14.053.630,- RM/Jahr</u>

Erzeugung B: Alle Schmieröle als Autoöle gerechnet

Gasöl 6 450 t/Jahr zu RM/t 249,-	1.606.000,- RM/Jahr
Autoöl 16 314 " " " 1150,-	18.761.000,- "
Paraffin 4 560 " " " 744,-	3.390.000,- "
<u>27 324 t/Jahr</u>	<u>23.757.000,- RM/Jahr</u>

Unkosten

Rohölkosten	140 RM/t
Destillat-Kosten	7 "
	<u>147,- RM/t</u>

bezogen auf 35 784 t/Jahr

009 5.260.248,- RM/Jahr

	<u>Übertrag:</u>	5.260.248,- RM/Jahr
Aufarbeitungskosten		2.387.182,- "
Handlungskosten 15,0 RM/t bezogen auf 27.524 t		409.860,- "
		<u>8.057.290,- RM/Jahr</u>

Bruttogewinn A	5.996.340,- RM/Jahr
Bruttogewinn B	15.699.710,- "

Dazu kommen noch die Bruttoerlöse für 540 t/Jahr Paraffinrückstand und 4.740 t/Jahr Asphalt + Harz als Einsatz für eine Crackanlage.

9.) Lösberechnung Fall II:

Erzeugung A:

Gasöl 3980 t/Jahr zu RM 249,-	981.000,- RM/Jahr
Spindelöl 5340 " " " 345,-	1.842.300,- "
Masch.öl 2080 " " " 345,-	717.600,- "
Bright-Stock 2620 " " " 1150,-	3.013.000,- "
Paraffin 2810 " " " 744,-	2.090.640,- "
<u>16830 t/Jahr</u>	<u>8.644.540,- RM/Jahr</u>

Erzeugung B: Alle Schmieröle als Autoöl gerechnet:

Gasöl 3980 t/Jahr zu RM/t 249,-	981.600,- RM/Jahr
Autoöl 10040 " " " 1150,-	11.546.000,- "
Paraffin 2810 " " " 744,-	2.090.640,- "
<u>16830 t/Jahr</u>	<u>14.617.640,- RM/Jahr</u>

Unkosten:

Rohölkosten	140,- RM/t
Destillationskosten	7,- "
	<u>147,- RM/t</u>

bezogen auf 22.067 t	3.243.849,- RM/Jahr
Aufarbeitungskosten	1.637.475,- "
Handlungskosten 15,0 RM/t bezogen auf 16.830 t	252.450,- "
	<u>5.133.774,- RM/Jahr</u>

Bruttogewinn A	3.510.756,- RM/Jahr
Bruttogewinn B	9.483.866,- "

Dazu kommen noch die Bruttoerlöse für 530 t/Jahr Paraffin-
rückstand und 2920 t/Jahr Asphalt + Harz als Einsatz für eine
Krackanlage.

D/an die Herren:

Dir. Dr. Bütefisch Ammoniakwerk Merseburg
Dir. Dr. Pier I.G. Ludwigshafen ✓
Dir. Dr. Willig Gas lin. Wien
Dir. Dr. Schunck Ammoniakwerk Merseburg
Dr. Ringer
Ober-Ing. Dr. Köhler Ammoniakwerk Merseburg 2x
Dr. Eisenhut I.G. Ludwigshafen
Dr. Schiffmann I.G. Ludwigshafen
Dr. Höhn Ammoniakwerk Merseburg
Dr. Blauhut

017

9.6 41

Dr. Bl. / 7

Entasphaltierung Fall I 112 Tafe 44 Prop I

Gegenstand	Größe	RM/Stk.	RM
2 Frischölumpen D. K. H.	6,5 m ³ /h	3 000	6 000
1 Vorwärmer	4 m ²	1 500	1 500
1 "	25 "	4 000	4 000
1 Kühler	25 "	4 000	4 000
1 "	16 "	3 200	3 200
1 Vorwärmer	4 "	1 500	1 500
3 Umwälzpumpen D. K.	6,5 m ³ /h	2 000	6 000
2 Abscheider	1600 Ø/5000	9 000	18 000
2 Wascher	1600 Ø/5000	8 000	16 000
2 Pumpen Kr.	65 m ³ /h	3 000	6 000
2 Motoren	65 kW	1 800	3 600
2 Behälter	2400 Ø/8000	12 000	24 000
1 Abscheider	600 Ø/1500	500	500
2 Vorwärmer	25 m ²	4 000	8 000
1 ND-Asphaltkolonne	600 Ø/4000	3 000	3 000
2 ND-	600 Ø/4000	3 000	3 000
1 ND-Marzkolonne	600 Ø/4000	3 000	3 000
1 ND "	600 Ø/4000	3 000	3 000
1 Vorwärmer	10 m ²	2 150	2 150
3 Speicherpumpen DKH	4 m ³ /h	2 000	6 000
4 Mischer		200	800
1 Propanverdampfer	50 m ²	5 500	5 500
1 Überschußabscheider	1500 Ø/2500	2 800	2 800
1 Schlußkühler	32 m ²	4 500	4 500
2 Kondensatoren	200 m ²	12 000	24 000
2 Aufkocher	5 m ²	650	1 300

155 350

012

Entasphaltierung Fall II

69 Tato

27 % Prop I

Gegenstand	Größe	RM/Stck.	RM
2 Frischölpumpen D.K.H.	4,6 m ³ /h	2 100	4 200
1 Vorwärmer	4 m ²	1 500	1 500
1 "	16 m ²	3 200	3 200
1 Kühler	16 m ²	3 200	3 200
1 "	10 "	2 200	2 200
1 Vorwärmer	2 "	700	700
3 Umwälzpumpen	4 m ³ /h	1 400	4 200
2 Abscheider	1200 ø/4000	5 500	11 000
2 Wäscher	1200 ø/4000	5 000	10 000
2 Pumpen Kr.	40 m ³ /h	2 300	4 600
2 Motoren	40 kW	1 400	2 800
2 Behälter	2000 ø/6500	8 000	16 000
1 Abscheider	600 ø/1500	500	500
2 Vorwärmer	16 m ²	3 200	6 400
1 HD-Asphaltkolonne	600 ø/4000	3 000	3 000
1 ND- "	600 ø/4000	3 000	3 000
1 HD-Harzkolonne	600 ø/4000	3 000	3 000
1 ND- "	600 ø/4000	3 000	3 000
1 Vorwärmer	6,5 m ²	1 800	1 800
3 Speicherpumpen D.K.H.	2,5 m ³ /h	1 600	4 800
4 Mischer		200	800
1 Propanverdampfer	32 m ²	4 500	4 500
1 Überschusabscheider	1200 ø/1800	1 800	1 800
1 Schlußkühler	25 m ²	4 000	4 000
2 Kondensatoren	125 m ²	8 700	17 400
2 Aufkocher	5 m ²	650	1 300
			12 900

Entparaffinierung Fall I 68 Tato = 50 % Prop I

Gegenstand	Größe	RM/Stek.	RM
1 Warmlösungsbehälter	2000 ϕ /5000	6 500	6 500
2 Kühler	2000 ϕ /5000	9 600	19 200
2 Ausgleichsgefäße	1200 ϕ /2500	8 000	16 000
2 Filterspeisebehälter	2000 ϕ /5000	10 000	20 000
2 Filtratbehälter	2 000 ϕ /3500	8 000	16 000
1 Kaltpropanbehälter	2000 ϕ /3500	8 000	8 000
1 Paraffinbehälter	2000 ϕ /3500	8 000	8 000
4 Filter	4 x 20 m ²	53 000	212 000
1 Kühlverdichter Abscheid.	1200 ϕ /2500	3 500	3 500
1 Ausgleichverdicht. "	" "	3 500	3 500
1 Filtergasverdicht. "	" "	3 500	3 500
2 HD-Ölkolonnen	1000 ϕ /4000	5 000	10 000
2 ND- "	600 ϕ /4000	3 000	6 000
1 HD-Paraffinkolonne	600 ϕ /4000	3 000	3 000
1 ND- "	600 ϕ /4000	3 000	3 000
3 Filterspeisepumpen Kr.	16 m ³ /h	1 600	4 800
3 Motoren	4 kW	200	600
2 Filterparaffinpumpen	4 x 2 m ³ /h	1 200	4 800
2 Motoren	4 x 2,5 kW	150	600
2 Kaltlösungspumpen Kr.	16 m ³ /h	2 400	4 800
2 Motoren	16 kW	800	1 600
10 Regeneratoren	20 m ²	3 400	34 000
2 Ölvorwärmer	25 m ²	4 000	8 000
2 Wiederaufkocher	16 m ²	3 700	7 900
3 Pumpen IKH	4 m ³ /h	2 000	6 000
1 Regenerator	12,5 m ²	2 600	2 600
2 Schlußkühler	6,5 m ²	1 400	2 800
			416 200

Entparaffinierung Fall I

Gegenstand	Größe	RM/Stück	RM
1 Vorwärmer	16 m ²	3 000	3 000
2 Pumpen D.K.H.	1 m ³ /h	1 000	2 000
3 Pumpen D.K.H.	6,5 m ³ /h	3 000	9 000
1 Kühlverdichter + Antrieb	4000 kg/h	69 000	69 000
1 Ausgleichverd. + Antrieb	2000 "	69 000	69 000
1 Reserveverd. + Antrieb	2 000 "	69 000	69 000
1 Filtergasverd. + Antrieb	100 m ³ /h	6 400	6 400
1 Einspritzkondensator	600 Ø/3500	800	800
1 Ausblasegefäß	2500 Ø/6000	6 200	6 200
2 Pumpen DKH	3,2 m ³ /h	1 800	3 600
2 Waschölbehälter	2400 Ø/7500	4 300	8 600
1 Vorwärmer	5 m ²	1 550	1 550
1 Pumpe Kr.	10 m ³ /h	250	250
1 Pumpe DK	3,2 "	1 760	1 760
1 Motor	2,5 kW	150	150
2 Druckölbehälter	900 Ø/2000	1 600	3 200
2 Pumpen DK	3,2 m ³ /h	1 500	3 000
1 Vakuumpumpe K	60 "	720	720
1 Motor	3,2 kW	180	180
1 Pumpe DK	3,2 m ³ /h	1 500	1 500
2 Pumpen	25 m ³ /h	285	570
2 Motoren	6 kW	250	500
1 Wickelmaschine		5 500	5 500
1 Kühlmittelbehälter		3 200	3 200
2 Pumpen Kr.	16 m ³ /h	320	640
2 Motoren	3,2 kW	180	360
1 Wiederaufkocher	5 m ²	650	650
Steuerung		15 000	15 000
2 Vorwärmer	5 m ²	1 550	3 100
			288 450

015

Ehrparaffinierung GFall I

Gegenstand	Größe	RM/Stek.	RM
1 N ₂ -Kompressor		470	470
1 Motor	3,2 kW	180	180
1 Fackel		5 000	5 000
1 Tauchtopf		800	800
6 Vorlagen	25 m ³	2.210	13 260
Armaturen			70 000
"			19 000
"			86 000
Rohrlösungen			80 000
"			30 000
"			10 000
"			36 000
Isolierung			30 000
"			13 000
"			4 000
Eisenkonstruktion	260 t		140 000
Regelung			125 000
Signale			100 000
Meßgeräte			20 000
el. Einrichtungen			110 000
Übertrag			20 000
"			155 350
"			416 200
			288 430
Unvorhergesehenes	10 %		1.772.690
Montage	10 %		177.270
			177.040
Gebäude			2.127.000
Fundamente			250.000
			50.000

Entparaffinierung Teil II. 42 Tato = 31% Prop I

Gegenstand	Größe	RM/Stck	RM
1 Warmlösungsbehälter	1600 ϕ /4500	3 800	3 800
2 Kühler	1800 ϕ /3000	6 400	12 800
2 Ausgleichsgefäße	1000 ϕ /2400	4 800	9 600
2 Filterspeisebehälter	1600 ϕ /4500	6 000	12 000
2 Filtratbehälter	1600 ϕ /3000	5 500	11 000
1 Kaltpropanbehälter	1600 ϕ /3000	5 500	5 500
1 Paraffinbehälter	1600 ϕ /3000	5 500	5 500
Filter	3 x 20 m ²	53 000	159 000
1 Kühlverdichter Abscheider	1800 ϕ /2500	2 600	2 600
1 Ausgleichverd. "	" "	2 600	2 600
1 Filtergasverd. "	" "	2 600	2 600
2 ND-Ölkolonnen	800 ϕ /4000	4 000	8 000
2 ND- "	600 ϕ /4000	3 000	6 000
1 ND-Paraffinkolonne	600 ϕ /4000	3 000	3 000
1 ND- "	600 ϕ /4000	3 000	3 000
3 Filterspeisepumpen Kr.	10 m ³ /h	1 200	3 600
3 Motoren	2,5 kW	150	450
Filterparaffinpumpen	3 x 2 m ³ /h	1 200	3 600
Motoren	3x 2,5 kW	150	450
2 Kältlösungspumpen Kr.	10 m ³ /h	1 850	3 700
2 Motoren	10 kW	500	1 000
10 Regeneratoren	12,5 m ²	2 600	26 000
2 Ölvorwärmer	16 m ²	3 000	6 000
2 Wiederaufkocher	10 m ²	3 000	6 000
3 Preßpumpen DKH	2,5 m ³ /h	1 600	4 800
1 Regenerator	8 m ²	1 600	1 600
2 Schlusskühler	5 m ²	1 100	2 200
			306 700

Entparaffinierung Fall II

Gegenstand	Größe	RM/Stück	RM
1 Vorwärmer	10 m ²	2 300	2 300
2 Pumpen DKH	1 m ³ /h	1 000	2 000
3 Pumpen DKH	6,5 m ³ /h	3 600	9 000
1 Kühlverdichter + Antrieb	2500 kg/h	54 000	54 000
1 Ausgleichverd. + Antrieb	1250 "	54 000	54 000
1 Reserveverd. + Antrieb	1250 "	54 000	54 000
1 Filtergasverd. + Antrieb	65 m ³ /h	4 800	4 800
1 Einspritzkondensator	600 ø/3500	800	800
1 Ausblasegefäß	2500 ø/6000	6 200	6 200
2 Pumpen DKH	2,5 m ³ /h	1 600	3 200
2 Waschbehälter	2000 ø/6400	2 900	5 800
1 Vorwärmer	5 m ²	1 550	1 550
1 Pumpe Kr.	10 m ³ /h	250	250
1 Pumpe DK	3,2 "	1 760	1 760
1 Motor	2,5 kW	150	150
2 Druckbehälter	900 ø/2000	1 600	3 200
2 Pumpen DK	3,2 m ³ /h	1 500	3 000
1 Vakuumpumpe	60 "	720	720
1 Motor	3,2 kW	180	180
1 Pumpe DK	3,2 m ³ /h	1 500	1 500
2 Pumpen	16 m ³ /h	250	500
2 Motoren	4 kW	200	400
1 Wickelmaschine		5 500	5 500
1 Kühlmittelbehälter		3 200	3 200
2 Pumpen Kr.	10 m ³ /h	250	500
2 Motoren	2,5 kW	150	300
1 Wiederaufkocher	5 m ²	650	650
Steuerung		15 000	15 000
2 Vorwärmer	5 m ²	1 550	3 100
			237 560

8

9.6.41 Dr. Bl. / W.

Entparaffinierung Fall II

Gegenstand	Größe	RM/Stk.	RM
1 N ₂ -Kompressor		470	470
1 Motor	3,2 kW	180	180
1 Packel		4 600	4 600
1 Tauchtopf		600	600
6 Vorlagen	25 m ³	2 210	13 260
Armaturen			52 600
"			19 000
"			65 000
"			80 000
Rohrleitungen			23 000
"			10 600
"			28 000
"			30 000
Isolierung			10 600
"			4 600
"			105 600
Eisenkonstruktion	200 t		96 000
Regelung			100 000
Signale			20 000
Meßgeräte			110 000
el. Einrichtungen			20 000
Übertrag			112 900
"			306 700
"			237 560
			<u>1 447 670</u>
Unvorhergesehenes 10 %			144 770
Montage 10 %			144 560
			<u>1 737 000</u>
Gebäude			200 000
Fundamente			40 000

018

H₂SO₄ Raffination Fall I 25 Tons

Gegenstand	RM/Stück.	RM
2 Misch tanks 500 l	7 645	15 290
ISO	2 500	5 000
2 Aufhänger 25 m ²	2 500	5 000
2 Umwälzpumpen 80 m ³ /h	750	1 500
2 Motoren 16 kW	1 000	2 000
2 Pumpen 4 m ³ /h	400	800
2 Motoren 2 kW	140	280
1 H ₂ SO ₄ Behälter	3 760	3 760
3 Säurepumpen 1 m ³ /h m. Motor	685	2 055
1 H ₂ SO ₄ Tagesbehälter 2 5 m ³	1 800	1 800
3 H ₂ SO ₄ Murengesäß	345	1 035
3 D/B eingehäuse	250	750
3 Standrohre	235	705
1 Rohöl Murenbehälter 1 m ³	1 155	1 155
3 Rohöl Mengensesser	755	2 265
3 Thermometer	25	75
3 Reaktionsgefäße	162	486
3 Mischpumpen 3 m ³ /h m. Motor	580	1 740
3 Säureteerseparator	14 672	44 016
2 Pumpen 4 m ³ /h	400	800
2 Motoren 2 kW	140	280
3 Rührwerk 15 m ³ /h	7 700	23 100
3 Motoren m. Getriebe 16 kW	2 200	6 600
2 Pumpen 4 m ³ /h	400	800
2 Motoren 2 kW	140	280
2 Filterpressen 5 7 m ³ /h	14 600	29 200
140 Filtertücher	2 15	
1 Verschlusspumpe m. Motor	4 190	4 190
2 Pumpen 8 m ³ /h	580	1 160
		158 962

Gegenstand	RM/Stück	RM
Übertrag		158 962
2 Motoren 2 kW	140	280
1 Trübsäpumpen 4 m ³ /h	400	400
1 Motor 2 kW	140	140
2 Purifikations- 4 m ³ /h m. Motor	5 100	10 200
2 Pumpen 4 m ³ /h	400	800
2 Motoren 2 kW	140	280
1 Tank 100 m ³	2 900	2 900
Isolierung	800	800
1 Umwälzpumpe 10 m ³ /h	650	650
1 Motor 2,7 kW	150	2 500
1 Aufheizler 25 m ²	2 500	2 500
2 Schlammkipper	500	1 000
Rohrleitungen + Armaturen		34 000
Meßgeräte		1 000
el. Einrichtungen		15 000
Feuerlöscheinrichtung		4 000
Schmalspurgleise		12 000
		245 062
Unvorhergesehenes		24 938
Montage 10 %		27 000
		297 000
Gebäude		90 000
Fundamente		120 000
Geländeaufschluß + Kanal		50 000
		457 000

H₂SO₄ Raffination Fall II 15,5 Tato

Gegenstand	RM/Stück	RM
2 Misch tanks 23 m ³	4 200	8 400
Isolierung	1 500	3 000
2 Aufheizer 16 m ²	2 000	4 000
2 Umwälzpumpen 50 m ³	590	1 180
2 Motoren 12,5 kW	850	1 700
2 Pumpen 2,5 m ³ /h	330	660
2 Motoren 1,6 kW	110	220
1 H ₂ SO ₄ Behälter	3 760	3 760
3 Säurepumpen 1 m ³ /h m. Motor	685	2 055
1 H ₂ SO ₄ Tagesbehälter 1,5 m ³	1 400	1 400
2 " Murengefäße	345	670
2 Düsengehäuse	250	500
2 Standrohre	235	470
1 Rohölmuranbehälter 1 m ³	1 155	1 155
2 Rohölmengenmesser	745	1 490
2 Thermometer	25	50
2 Reaktionsgefäße	162	324
2 Mischpumpen 5 m ³ /h m. Motor	640	1 280
2 Säureteerseparatoren	14 672	29 344
2 Pumpen 2,5 m ³ /h	330	660
2 Motoren 1,6 kW	110	220
2 Rührwerke 20 m ³	8 900	17 800
2 Motoren und Getriebe 20 kW	2 570	5 140
2 Pumpen 2,5 m ³ /h	330	660
2 Motoren 1,6 kW	110	220
2 Filterpressen	14 600	29 200
1 Verschlußpumpe m. Motor	4 190	4 190
2 Pumpen 5 m ³ /h	460	920
2 Motoren 2 kW	140	280
		120 948

Gegenstand	RM/Stek.	RM
	Übertrag:	120 948
1 Trübölpumpe 2,5 m ³ /h	330	330
1 Motor 1,5 kW	110	110
2 Purifikatoren 2,5 m ³ /h	4 050	8 100
2 Pumpen 2,5 m ³ /h	330	660
2 Motoren 1,6 kW	110	220
1 Tank 100 m ³	2 900	2 900
Isolierung	800	800
1 Umwälzpumpe 10 m ³ /h	650	650
1 Motor 2,7 kW	150	150
1 Aufheizter 16 m ²	2 000	2 000
2 Schlamkipper	500	1 000
Rohrleitungen u. Armaturen		27 000
Meßgeräte		1 000
el. Einrichtungen		15 000
Feuerlöcheinrichtung		4 000
Schmalspurgleise		12 000
		<u>196 858</u>
Unvorhergesehenes 10 %		20 132
Montage 10 %		22 000
		<u>239 000</u>
Gebäude		90 000
Fundamente		20 000
Geländeaufschluß		50 000
		<u>399 000</u>

Paraffinraffination Fall I 13,3 Tato

Gegenstand	RM/Stück	RM
1 Paraffinbehälter 20 m ³	4 000	4 000
1 Umwälzpumpe 10 m ³ /h	650	650
1 Motor 3 kW	150	150
1 Aufheizer 50 m ²	4 500	4 500
2 Pumpen 8 m ³ /h	600	1 200
2 Motoren 4 kW	200	400
2 Rührbehälter 10 m ³	10 000	20 000
2 Getriebemotoren 20 kW	2 400	4 800
2 Pumpen 8 m ³ /h	600	1 200
2 Motoren 4 kW	200	400
2 Filterpressen 5-7 m ³ /h	14 600	29 200
140 Filtertücher	21,50	3 010
1 Paraffingießbehälter 10 m ³	2 000	2 000
6 Gießannen	1 400	8 400
1 Rührbehälter 20 m ³	4 120	4 120
1 Getriebemotor 22 kW	2 570	2 570
2 Pumpen 8 m ³ /h	600	1 200
2 Motoren 4 kW	200	400
2 Filterpressen 5-7 m ³ /h	14 600	29 200
140 Filtertücher	21,50	3 010
2 Schlemmkipper	500	1 000
1 Purifikator m. Motor	5 650	5 650
2 Pumpen 5 m ³ /h	460	920
2 Motoren 2 kW	140	280
Rohrleitungen u. Armaturen		30 000
Meßgeräte		3 000
El. Einrichtungen		6 000
Unvorhergesehenes 10 %		16 470
Montage 10 %		16 470
		<u>260 000</u>

Paraffinraffination Fall II 8:2 Tato

Gegenstand	RM/Stck.	RM
1 Paraffinbehälter 20 m ³	4 000	4 000
1 Pumpe 10 m ³ /h	650	650
1 Motor 2,7 kW	150	150
1 Aufheizer 30 m ²	2 700	2 700
2 Pumpen 5 m ³ /h	460	920
2 Motoren 2 kW	140	280
2 Rührwerke 5 m ³ /h	6 850	13 700
2 Getriebemotoren 13,5 kW	795	1 590
2 Pumpen 5 m ³ /h	460	920
2 Motoren 2 kW	140	280
1 Filterpresse 5-7 m ³ /h	14 600	14 600
70 Filtertücher	21,50	1 505
1 Paraffinzeßbehälter 5 m ³	1 400	1 400
6 Gießwannen	1 400	8 400
1 Rührbehälter 20 m ³	4 120	4 120
2 Pumpen 5 m ³ /h	460	920
2 Motoren 2 kW	140	280
1 Filterpresse 5-7 m ³ /h	14 600	14 600
70 Filtertücher	21,50	1 505
2 Schlammkipper	500	1 000
1 Purifikator m. Motor	5 648	5 648
2 Pumpen 5 m ³ /h	460	920
2 Motoren 2 kW	140	280
Rohrleitungen und Armaturen		20 000
Meßinstrumente		2 000
el. Einrichtung		4 000
Montage		15 000
		<u>122 433</u>
Unvorhergesehenes 10 %		12 567
		<u>135 000</u>

Natronlaugewäsche Fall I 53 Tato

Gegenstand	RM/Stck.	RM
2 Pumpen 40 m ³ /h	800	1 600
2 Motoren 12 kW	350	700
2 Rührbehälter 20 m ³	10 000	20 000
2 Getriebemotoren 22 kW	2 570	5 140
4 Pumpen 5 m ³ /h	640	2 560
4 Motoren 1,6 kW	140	560
2 Filterpressen 5-7 m ³ /h	14 600	29 200
140 Filtertücher	21 50	3010
2 Kippwagen	500	1 000
2 Pumpen 10 m ³ /h	850	1 700
2 Motore 4 kW	250	500
2 Purifikatoren 5-7 m ³ /h	5 650	11 300
2 Pumpen 10 m ³ /h	850	1 700
2 Motoren 4 kW	250	500
1 Tank 1000 m ³	11 450	11 450
1 Vorladepumpe 20 m ³ /h	525	525
1 Motor 8 kW	350	350
Rohrleitungen + Armaturen		16 000
Meßinstrumente		500
el. Einrichtungen		500
Unvorhergesehenes 10 %		11 205
Montage 10 %		11 000
		<u>135 000</u>

Natronlaugwäsche Fall II 33 Tato

Gegenstand	RM/Stck.	RM
2 Pumpen 20 m ³ /h	525	1 050
2 Motoren 6,5 kW	250	500
1 Rührbehälter 20 m ³	10 000	10 000
1 Getriebemotor 22 kW	2 570	2 570
2 Pumpen 5 m ³ /h	640	1 280
2 Motoren 1,6 kW	140	280
1 Filterpresse 5-7 m ³ /h	14 600	14 600
70 Filtertücher	21,50	1 505
2 Kippwagen	500	1 000
2 Pumpen 5 m ³ /h	640	1 280
2 Motoren 1,6 kW	140	280
1 Purifikator 5-7 m ³ /h	5 648	5 648
2 Pumpen 5 m ³ /h	640	1 280
2 Motoren 1,6 kW	140	280
1 Tank 1000 m ³	11 450	11 450
1 Verladepumpe 20 m ³ /h	525	525
1 Motor 8 kW	350	350
Rohrleitungen u. Armaturen		11 000
Meßinstrumente		240
el. Einrichtungen		3 000
Montage		8 000
		<hr/> 76 118
Unvorhergesehenes 10 %		7 882
		<hr/> 840 000

Paraffin destillation

Fall I

0,53 t/h

RM 132 000 Apparate
 13 000 Baukosten
 30 000

Zuschläge für Fremdlieferung

RM 175 000

Montage

25 000

RM 200 000

Fall II

0,40 t/h

RM 105 000 Apparate
 10 000 Baukosten

Zuschläge für Fremdlieferung

20 000

RM 135 000

Montage

20 000

RM 155 000

2

Über den heutigen Stand des Propan-Verfahrens,
besonders in Hinblick auf seine Eignung zur Herstellung von
Flugmotorenöl.

Der Bedarf an Flugmotorenöl ist durch den Krieg ausserordentlich gestiegen. Zur Erzeugung dieses Öls, an das besonders hohe Anforderungen gestellt werden, ist das Propan-Verfahren der I.G. als geeignet anzusehen, da es instande ist, ein testgerechtes Öl in befriedigenden Mengen zu liefern. Darüber hinaus ist das Propan-Verfahren auf Grund seiner Flexibilität, der guten Eigenschaften der sonstigen mit seiner Hilfe gewonnenen Öle und der vorliegenden Betriebserfahrungen in Neuanlagen vielseitig anwendbar. Vergleichende Untersuchungen ergaben, dass das Propan-Verfahren, insbesondere bei der Gewinnung höchstwertiger Öle, die Gegenüberstellung anderer Verfahren zur Schmierölherstellung nicht zu schenken braucht.

An das in Flugmotoren verwendete Schmieröl werden naturgemäss besonders hohe Anforderungen gestellt. Hierfür gelten folgende Normen:

§ 20	0,834
Visk. 99	mindestens 3,0° E
V. J.	ca. 95
Couradsontest	nicht über 0,35
Flammpunkt	250°
Stockpunkt	-15°
N-Zahl	0

Mit Hilfe des Propan-Verfahrens - Entschlammung und Entnassung, Entparaffinierung - und anschliessender Phenol-Raffination konnte Dr. Eisenhart aus Elmerather Öl ein Refinat erhalten, das gegen seiner hohen Viskosität noch mit 25 % eines phenolraffinierten Maschinenölestillats verdünnt werden kann und folgende Eigenschaften aufweist

Ausbeute bez. a. Rohöl	5,25 %	Flugöl norm zum Vergleich
§ 20	0,835	0,834
Visk. 99	3,1° E	≥ 3,0° E
V. J.	98	~ 95
Couradsontest	0,35	höchstens 0,35
Flammpunkt	250°	260°
Stockpunkt	-13°	-15°
N-Zahl	0	0

Alle Bedingungen für ein Flugöl sind also erfüllt. Mit dem gleichen Elmerather Öl angestellte Vergleichsversuche nach dem Duosol-Verfahren ergaben, bei im übrigen gleichen Eigenschaften der Produkte, etwas schlechtere Ausbeuten (4,5 % gegen 5,25 %), jedoch besseren Kokstest (0,1 bis 0,2 gegen 0,35) und bessere Farbe. Wieweit sich das motorisch auswirkt, kann erst beurteilt werden.

106/11

023

wenn Flugöl im Grossen nach dem Propan-Verfahren hergestellt und in der Praxis geprüft worden ist.

Auf Grund der inzwischen im Werk Lützkendorf der Wintershall A.G. gesammelten Erfahrungen kann jetzt die Erzeugung von Flugöl im genannten Werk begonnen werden, wofür das Schema 1 b der Tabelle I vorgeschlagen wurde, auf das weiter unten eingegangen wird. Die Betriebsergebnisse in Lützkendorf haben gezeigt, dass es in Anbetracht des derzeit vorhandenen Ausbaues der Anlage zweckmässig ist, die Phenolanlage der Entparaffinierung vorzuschalten, in Abweichung von der ursprünglich vorgesehenen Arbeitsweise; denn bei der bis heute erreichten Filterleistung der Entparaffinierung stellt diese den Engpass des Verfahrens dar. Vertraglich zugesichert ist der Wintershall A.G. die Verarbeitung von 100 000 tate Rohöl. Diese Menge wird durch Topdistillation in 42 000 tate Benzin, Leucht- und Gasöl und 58 000 tate Rückstand zerlegt; von Rückstand werden durch Vakuumdestillation 10 000 tate Spindelöl abgetrennt, die n.Zt. wegen zu geringer Leistung der Anlage nicht entparaffiniert werden können. Ferner fallen 36 000 tate = 38 000 abm Vakuum-Rückstand und 12 000 tate = 13 000 abm Destillatöl an, die beide in die Propan- und Phenol-Anlage geschickt werden. Verarbeitungsschemata für diese 38 000 bzw. 13 000 abm zeigt die Tabelle I. Ein Vergleich der Schemata 1a und 2 lehrt, dass die geforderte Verarbeitung von 100 000 tate Rohöl auf Grund der bislang erreichten Durchsatzmengen ohne weiteres möglich ist, wenn die Phenol-Anlage der Entparaffinierung vor- statt nachgeschaltet wird, während diese Leistung bei der bisherigen Fahrweise noch nicht erreicht werden kann. Hierbei ist allerdings, wie aus der Tabelle I ersichtlich, ein grosser Teil des Zeitverlustes auf die häufigen von der kaufmännischen Leitung der Wintershall A.G. geforderten Umstellungen und auf geringe Qualität des Lützkendorfer Schlosserpersonals zurückzuführen, durch welche vielfache und oft langwierige Reparaturen nötig werden.

Hier sei eine von Dr. Eisenhut angestellte Untersuchung erwähnt, die einen Vergleich des Propan-Verfahrens mit der Duosol-Methode lieferte. Wienhagener Rohöl wurde in Destillatöl und Rückstandsöl zerlegt und beide nach dem I.G. und dem Duosol-Verfahren raffiniert, wobei das Duosol-Verfahren auf einen V.J. von 85 des Raffinats eingestellt wurde. Das Ergebnis zeigt Tabelle II.

Tabelle II.

Produkt Behandelt nach Verfahren	Destillatöl		Rückstandsöl	
	Duosol	I.G.	Duosol	I.G.
Ausbeute bez. auf Rohöl	12,0	10,8	11,13	11,7
visk. 99,0 E	0,899	0,904	0,911	0,907
V.J.	1,53	1,72	3,43	4,9
Conradsonrest	87	77	85	99
Flammpunkt °C	0,04	0,04	0,75	0,8
Stockpunkt °C	203	220	260	294
	-18	-18	-18	-16

Nicht geschützt sind:

- 1) die Entasphaltierung von Ölen mit Propan bei gewöhnlicher oder leicht erhöhter Temperatur in einer Stufe.
- 2) die Raffination von Ölen mit Propan und einem selektiven Lösungsmittel (Duosol).

gez. Hölscher.

Demnach liegen die Ausbeuten des Duosolprozesses beim Destillatöl etwas höher, beim Rückstandsöl dagegen etwas tiefer als beim Propan-Verfahren, insbesondere berechnet auf gleichen Viskositäts-Index. Ausserdem sind die I.G.-Extrakte aus Rückstandsöl wertvollere Cylinderöle, da sie höhere Viskosität und höheren Flammpunkt besitzen. Anscheinend gehen hier beim Duosolprozess wertvolle hochviskose und paraffinische Öle durch die Anwesenheit von Propan zum Extrakt. Dieser Vergleich gilt für Autoöl; für Flugöl sind Untersuchungen ausser an dem schon erwähnten Elwerather auch an Zistersdorfer Öl angestellt worden. Sie zeigten, dass die Ausbeuten beim Duosol-Verfahren zunächst höher waren; jedoch waren die Viskositäten der Duosol-Erzeugnisse zu niedrig, sodass etwa 15 % abgetoppt werden mussten, wonach die Ausbeute die gleiche war wie beim Propan-Verfahren. In Lützkendorf wird z.Zt. etwa 10 % Zistersdorfer Öl dem Rohöl zugemischt.

Die Herstellung von Flugöl in Lützkendorf könnte nach dem Schema 1 b der Tabelle I erfolgen, wobei nur der für die Erzeugung der leichten Fertigöl-Komponente nötige Anteil des Destillatöls durch die Phenolraffination geht; der Rest wird mit Schwefelsäure raffiniert. Diese Fahrweise erfordert zwar einigen Stapelraum, bietet aber den Vorteil, dass die Entparaffinierung, bei der immer noch Schwierigkeiten auftraten, am wenigsten belastet wird. Es bleibt wahrscheinlich sogar Zeit genug, um die 10 000 jato Spindelöl, die bisher paraffinhaltig zum Verkauf kamen, zu entparaffinieren. Eingehende Erläuterungen und Fließschemata zur Tabelle II finden sich in der "Aktennotiz betreffend die Produktion der Anlage in Lützkendorf vom 25.9.42", deren Verfasser auf Grund ihrer langen Erfahrungen das komplizierte Ineinandergreifen der Einzelprozesse beim Propanverfahren genauer schildern können, als es im Rahmen der vorliegenden Zusammenstellung möglich ist.

Von den 4 in der Entparaffinierungsanlage Lützkendorf vorhandenen Filtern sind z.Zt. 3 im Betrieb, das vierte wird ständig in Reserve gehalten bzw. gewaschen oder neu bespannt. Mit diesen 3 Filtern wird ein Durchsatz von etwa 3 - 4 cbm/h erreicht; falls das vierte ebenfalls im Betrieb wäre, könnten rund 5,5 cbm/h durchgesetzt werden, womit die geforderte Jahresleistung von 100 000 to Rohöl auch nach Schema 2 der Tabelle I erreicht werden könnte. Erst die Verarbeitung der 10 000 jato Spindelöl würde - bei der Fahrweise auf Autoöl - eine Vergrößerung der Filterfläche um etwa 1,3 Filter notwendig machen. Bei der Fahrweise nach Schema 1a können jedoch nach den bisher erzielten Ergebnissen schon mit den jetzigen 3 Filtern die 100 000 jato Rohöl aufgearbeitet werden; bei einer Umstellung auf Flugmotorenöl nach Schema 1b ist ferner die Entparaffinierung der 10 000 jato Spindelöl mit 3 Filtern wahrscheinlich möglich.

Im Vertrag mit der Wintershall A.G. ist die Aufnahme von 50 - 60 000 jato Destillat + Rückständen durch die Propan-Anlage vorgesehen; z.Zt. werden 58 000 jato eingebracht, wovon aber die 10 000 jato Spindelöl, die nicht entparaffiniert werden, abzuziehen sind. Eine Gegenüberstellung der Zahlen des im Vertrag gegebenen Beispiels mit den tatsächlichen derzeitigen Verhältnissen zeigt folgende Tabelle:

		Vertragsbeispiel	heutige Zerlegung
Rohöl	%	100	100
wird zerlegt in			
Benzin, Gasöl, Leuchtöl	%	37,1	42
und Rückstand	%	62,9	58
Der Rückstand wird zerlegt in			
Spindelöl	%	5,1	10
Destillatöl	%	16,2	12
Vakuumrückstand	%	40,5	35

Das Destillatöl und der Vakuumrückstand gehen in das I.G.-Verfahren ein; nach dem Vertragsbeispiel sollen liefern:

- 16,2 % Destillatöl etwa 10 % Maschinenöl, entsprechend für die tatsächlich vorhandenen (bez. auf Rohöl);
- 12 % " " 7,4 % " " (bez. auf Rohöl);
- 40,5 % Vakuumrückstand etwa 11 % Cylinderöl, entsprechend für die tatsächlich vorhandenen (bez. auf Rohöl);
- 36 % " " 9,8 % " " (bez. auf Rohöl).

Diese Zahlen seien nun mit denen aus dem Schemata der Tabelle I verglichen

	soll liefern	ergibt nach		
		Schema 1 a	Schema 2	Schema 1 b
12 % Destillatöl	7,4 %	5,8 %	6 %	0,8 + 6,1 %
36 % Vakuumrückstand	9,8 %	9 %	8,8 %	5,0 %

Die Produktionszahlen der auf Grund der bisher erreichten Betriebsleistungen zusammengestellten Tabelle I bleiben also noch etwas unter den im Vertrag genannten Ausbeuten; im Schema 1b liegt die schlechte Ausbeute aus dem Vakuumrückstand an der scharfen Fahrweise auf Flugöl, während das Vertragsbeispiel für Autoöl ausgelegt ist.

Die Patentlage für das in Lützkendorf angewandte Verfahren ist kurz wie folgt:

Geschützt sind:

- 1) die Entparaffinierung,
- 2) die stufenweise Fällung von Asphalt und Harz
 - a) durch Temperaturerhöhung
 - b) durch Verwendung verschiedener Kohlenwasserstoffe abnehmender Siedegrenzen,
- 3) das Mehrstufenverfahren mit leichten Kohlenwasserstoffen
 1. Stufe: Asphaltabscheidung
 2. " : Harzabscheidung
 3. " : Entparaffinierung.

Tabelle I_a

Fahrweise			Schema Ia		Schema Ib			Schema Ic	
			auf Autoöl Phenolanlage vorgeschaltet		auf Flugöl Phenolanlage vorgeschaltet			auf Autoöl Phenolanlage nachgeschaltet	
<u>Eingang</u>	Vakuum-Rückstandsöl Destillatöl	cbm	38 000	15 000	38 000	15 000	38 000	15 000	
<u>Anfall</u>	Asphalt + Harz	"	17 000		17 000		20 000		
	Paraffin-Gatsch	"	2 700	2 200	1 900	450	2 700	2 600	
	Phenol-Extrakt	"	8 400	4 400	13 700	2500	5 700	3 700	
	Bleichende-Verlust (H ₂ SO ₄ -Verlust)	"	300		200	50	300	200	
	Fertigöl: leichte Komponente	"		6 200		1000		6 500	
	schwere "	"	9 600		5 500		9 300		
	Gesamt-Autoöl	"		15 800		6600		15 800	
	" Flugmotorenöl "	"			6 300				
<u>Durchsatz</u>	Phenol-Anlage	cbm/h	5	5,5	5	5,5	2,5	4	
	Entparaffinierung	"	5	5,5	5	5	3	5	
	Entasphaltierung	"	5	5,5	5	5	6,5	5	
<u>Laufzeit</u>	je Komponente	Tage:	175	100	Phen. 290	30	250	108	
	zusammen	"		275	Entp. 100	13			
					Phen. 320	75			
					Entp. 188		358		
	Hinzu kommen bei Fahrperioden von 6 Wochen								
	Umstellungszeit	24							
	Reparaturzeit	30							
	Abstellen u. Anheizen des Phenolofens	18		72			72		
	Gesamt			347			430		
	Reserve			18					

033

Zurück an

PARAFFLOW.

Vorzimmer Dir. Dr. Pier

Anzug aus der Broschüre der Standard
Oil-Dev. Co.

Parafflow wurde zuerst 1931 in der Ölindustrie angeboten. Bis Ende Juli 1932 war davon eine Menge verkauft, die für 40 Mill. gal. (150 000 m³) Motoröl genügt.

I. Was Parafflow ist, was es tut und was es nicht tut.

1. Was ist Parafflow?

Parafflow ist ein in besonderer Weise hergestelltes K.-öl, das pennsylvanisch- oder Oklahoma-Brightstock im Aussehen ähnelt. Es reduziert den Stockpunkt in starkem Maße ohne die Schmier-eigenschaften oder andere zu beeinflussen oder in irgendeiner Weise zu verändern.

Parafflow ist ein reines K.-öl, das eine direkt verfügbare, billige Methode gewährleistet, zur Erzeugung von hochwertigen, tiefstockenden, paraffinbasischen Schmierölen, die nicht vollständig entparaffiniert zu sein brauchen. Parafflow selbst hat jedoch erstenslicherweise einen Stockpunkt von 15° F (-9,5°C), aber es kann, wenn es einem Motoröl in geringen Mengen zugesetzt wird, dessen Stockpunkt um +5° F (23°C) drücken, z.B. von 35° F (1,7°C) auf 10° F (-23,3°C).

2. Wie wird Parafflow gemacht?

Die Herstellung von Parafflow geschieht in zwei Stufen:

1. Chlorierung von langkettigen Kben.
2. Kondensation dieser chlorierten Produkte zu einem Öling von hohem Molekulargewicht (Friedel-Crafts, AlCl₃).

Es resultiert ein viscoses K.-öl von vorwiegend aliphatischem Charakter, das nur noch gereinigt zu werden braucht. Da es selbst ein K.-öl der Schmierölkategorie ist, bildet es stabile Mischungen mit normalen Ölen in allen Verhältnissen.

3. Was bewirkt Parafflow?

Parafflow reduziert nicht nur den Stockpunkt, wenn es in kleinsten Mengen paraffinbasischen Schmierölen zugesetzt wird, sondern es verbessert auch die Lösbarkeit und Pumpbarkeit weit unterhalb des Stockpunktes.

Im allgemeinen ist seine Wirkung nicht anders als die gleich großer Zusätze von pennsylvanischen Brightstock, abge-

20728

sehen von der einmaligen Wirkung der Stockpunktserniedrigung. Dichte, Flammpunkt, Brennpunkt und Viskosität bleiben praktisch unverändert. Änderungen in der Hydrierbarkeit liegen innerhalb der Versuchsfehler. Die Veränderung im Conradson-Test ist die gleiche, die bei Zusatz von 1% Brightstock hervorgerufen wird. Dasselbe gilt für die Farbe. Paraffin hat nur geringen oder keinen Einfluss auf den Erhebungspunkt.

4. Wie wird die Wirkung von Paraffin erklärt?

Bei der Entfernung von 2-3% Paraffin aus einem Kopfl wird der Stockpunkt um 20-50°F (10-25°C) erniedrigt. Entsprechend wird der Stockpunkt durch Zugabe von Paraffin erhöht. Im polarisierten Licht sieht man unter dem Mikroskop ein sorgfältig entparaffiniertes Öl unterhalb des Stockpunkts wie ein amorpher fester Stoff aus mit nur einigen halbkristallinen Strukturen, die die Homogenität unterbrechen.

Ein paraffinhaltiges Destillat dagegen zeigt ein Netzwerk von Paraffinkristallen, die den freien Fluss des Öls auf zweierlei Weisen verhindern: 1. das Öl wird in den Zwischenräumen zwischen den Paraffinkristallen festgehalten (rein mechanisch). 2. das Öl wird durch Solvation oder Adsorption zurückgehalten (Gelartig).

Die Gegenwart einer geringen Menge Paraffin drängt die Ausbildung von Kristallen zurück und verändert die Gestalt derselben von Nadeln zu Körnern, die untereinander von gleicher Grösse sind und in der Flüssigkeit schwimmen.

Nicht nur Paraffin allein kann die Kristallgrösse reduzieren, auch Ceresin, Paraffingatsch, Asphalt usw. verringern die Kristallgrösse, aber sie erniedrigen nicht den Stockpunkt. Dies zeigt, dass die Wirkung des Paraffins nicht allein auf diese Weise erklärt werden kann. Paraffin verhindert vielmehr, dass die Kristalle Öl durch Solvation oder besonders durch Adsorption zurückhalten. Dadurch wird die Viskosität des Paraffin-Ölschlammes reduziert, sodass die Temperatur, bei der das Öl aufhört zu fließen, erniedrigt wird. Diese beiden Wirkungen machen den Effekt des Paraffins. Öle, die keine langen nadelförmigen Kristalle enthalten, sprechen auf Paraffin nicht so gut an. Die Verkleinerung der Kristallausmaße wird auf kollidale Schutzwirkungen und nicht auf die Wirkung von Kristallkeimen zurückgeführt.

5. Ist der Einfluss von Paraffin enthalten?

In hundertsten von Motorversuchen im Labor und beim Lauf von hundertsten von Meilen auf der Strasse ist die Stabilität der durch Paraffin beeinflussten Stockpunkte bewiesen worden. Auch Erhitzung und Abkühlung der mit Paraffin versetzten Öle sowie Durchlassen von Luft bei hohen Temperaturen in Gegenwart von solchen Metallen und Metalloxyden mit denen das Öl auch im Motor in Berührung kommt, brachte keine Veränderung der Ölproben im Stockpunkt. Die Behandlung mit Dampf oder Wasser, mit Säuren oder Alkalien konnte ebensowenig die stockpunktniedrigende Wirkung von Paraffin beeinflussen.

6. Beeinflusst Paraffin die Stabilität gegen Oxydation?

Auf Grund der verschiedensten Oxydationstests konnten sich die Zweifel zerstreuen lassen, ob Paraffin die Oxydationsstabilität wie Schlamm-, Harz- oder Koksablagung fördert. Die Stabilität des Öls ist vor und nach der Zugabe von Paraffin die gleiche. In Anbetracht dessen, dass ein starkes Entparaffinieren die Widerstandsfähigkeit gegen Oxydation verringert, folgt daraus, dass ein mit Paraffin behandeltes Öl besser einer Kohlenstoff-, Schlamm- und Harzablagung widersteht als ein entparaffiniertes Öl.

7. Welchen Einfluss hat Paraffin auf die Motorleistung?

Unzählige Versuche auf der Landstrasse wurden von der Standard Oil Co. of N.J., von der Standard Oil Dev. Co., der Standard Oil of Louis. mit Paraffin ausgeführt, bevor das Produkt auf den Markt angeboten wurde. Während der Untersuchungen wurden der Öl- und Energieverbrauch, die Menge der Koksablagung, die Harzablagung in der Kurbelkammer, Ringstecken, Ölverschleiss gemessen und nur die besten Resultate in Hinblick auf Paraffin festgestellt. Es konnten sogar überragend hohe Mengen von Paraffin zugesetzt werden ohne dass andere Motorbedingungen eintreten als die wie bei Zusatz von hochqualifizierten brightstock. Sowohl in den nördlichen, kalten Zonen wie auch in den Tropen wurden Wagen gefahren, die mit einem mit Paraffin behandelten Öl geschmiert waren.

8. Sind irgendwelche Verunreinigungen in Paraffin?

Paraffin enthält keine Fremdstoffe ausser den gewöhnlich in Raffinerieprodukten vorkommenden Spuren von Verunreinigungen.

9. Kann ein mit Parafflow versetztes Öl grössere Lasten tragen ?

Bei abnorm hohen Zusätzen von Parafflow zum Öl kann eine grössere Tragfähigkeit in den Reibungsmaschinen festgestellt werden, jedoch bei den normalerweise zugesetzten geringen Mengen ist in der Richtung nichts festzustellen.

10. Warum ist Parafflow besser als die sog. Stockinhibitoren ?

Parafflow ist selbst ein Schmieröl und kein "wonderstoff" im Öl. Es ist daher vollkommen mischbar mit diesem und nicht wie andere Mittel dieser Art (Seifen, Al-stearat, Säuren usw.) un-stabil, sodass es entweder ausgeschieden oder im Charakter verändert wird.

11. Ist Parafflow immer gleich ?

Parafflow wird auf gleichen Gutegrad raffiniert. Zum Vergleich wird es zwei Ölen in Mengen von 1% probeweise zugesetzt, von denen es den Stockpunkt des einen von 35°F ($-17,8^{\circ}\text{C}$) und des zweiten von 30°F ($-1,1^{\circ}\text{C}$) auf 0°F ($-17,8^{\circ}\text{C}$) herabsetzen muss. Die Farbe des Parafflow muss immer gleich sein. In der Viskosität, Dichte, Flammpunkt und anderen Daten ist ein kleiner Spielraum innerhalb solcher Grenzen gelassen, dass dem Öl, dem es zugesetzt wird, noch eindeutige Spezifikationen zukommen.

12. Beinflusst Parafflow den Stockpunkt aller Öle gleichmässig ?

Die Wirkung des Parafflow wechselt von Öl zu Öl. Ein Öl braucht vielleicht 74% Parafflow Zusatz, um den Stockpunkt um 35°F (17°C) herabzusetzen und ein anderes 1/2%. Der Typ des Öls, die Paraffinart, die Raffinationsmethode, die Viskosität und andere Faktoren bestimmen die Empfindlichkeit gegen Parafflow. Man kann wohl die Empfindlichkeit vorausschätzen, im allgemeinen muss sie aber in Laboratoriumsversuchen festgestellt werden.

Die Stockpunkte von Kistenölen und anderen naphthenbasischen Ölen werden nicht durch Parafflow herabgesetzt. Es reduziert nicht sicher den Stockpunkt von paraffinbasischen, nicht viskosen Neutralölen (weniger als $90/100^{\circ}\text{F}$ ($37,8^{\circ}\text{C}$)) und nicht von Motorölen mit Viskositäten über $85/210^{\circ}\text{F}$ ($98,9^{\circ}\text{C}$). Das Gebiet, in dem Parafflow gut wirksam ist liegt zwischen SAE 10 und den niederen Stufen von SAE 50. Es sind praktisch alle Autoöle, die während des Winters gebraucht werden, eingeschlossen.

Hydrierte Öle sind gegen Parafflow empfindlich.

13. Beeinflusst Parafflow die Viskosität des Öls?

Parafflow bewirkt die bemerkenswerte Wirkung, ein Öl noch plastischer zu erhalten, wo ein nicht mit Parafflow versetztes Öl nicht mehr fließt, wobei der Stockpunkt nur um wenige Grade herabgesetzt wurde.

14. Wird Parafflow durch Harze oder Schmiermittel beeinflusst?

In manchen Fällen ja; z.B. von Talg oder Alaufensett. In Gegenwart dieser Stoffe wird der Stockpunkt nur um wenige Grade erniedrigt. Aber z.B. zweifach destillierte Ölsäure beeinflusst die Wirkung von Parafflow nicht.

15. Wie wird Parafflow mit Motorölen gemischt?

Die Mischung geschieht so als wäre Parafflow gewöhnliches Leichtöl. Die Mischungstemperatur beträgt 140°F (60°C) bei mechanischer Rührung. Manche Hersteller fanden es vorteilhaft, ihren Parafflow eine gleiche Menge des zur Herstellung der Mischung verwendeten Neutralöls zuzusetzen und dann natürlich doppelt so viel von der Mischung zu verwenden als sie sonst tun würden.

16. Welche Wirkung hat die Verdünnung des Kurbelwellenöls auf Parafflow?

Wegen der allgemeinen Auffassung bringt die Verdünnung des Kurbelwellenöls keine Erniedrigung des Stockpunkts bei normalen Ölen mit sich. Dieser erleichtert Verdünnung den Kaltstart, aber dies ist eine Folge der verringerten Viskosität und nicht eines erniedrigten Stockpunkts.

In Hinblick darauf, dass das Kurbelwellenöl in Mitteleuropa mit 5% oder mehr unverestertem Parafflow verdünnt wird bei Winterfahrbedingungen, ist es empfehlenswert, dass mit Parafflow behandelte Öle vom Stockpunkt 0°F ($-17,8^{\circ}\text{C}$) bei wirklichen Fahrbedingungen noch bei weit tieferen Temperaturen flüssig sein werden.

II. Kaltstartbedingungen von einem mit Parafflow behandelten Motoröl.

17. Beeinflusst der Stockpunkt das Starten eines kalten Motors?

Nein. Jede andere Meinung ist falsch.

18. Wovon hängt das leichte Starten ab?

- a. Von der extrapolierten Viskosität des Öls bei der Starttemperatur;
- b. Von der Art und den Dimensionen des elektrischen Systems.

wegen der eintretenden Verdünnung des Kurbelwannenöls ist es möglich, mit einem Öl kalt zu starten, auch wenn es ursprünglich viel höher viskos war als 40.000 Sec. Verdünnung reduziert die Viskosität, aber nicht den Stockpunkt, der mit Parafflow behandelten Öle.

19. Welche Wirkung hat Parafflow auf die Leichtigkeit des Startens?
Was die Startkraft anbelangt, so ist der Stockpunkt ohne Bedeutung sondern die Viskosität bei der Starttemperatur massgebend. Soweit die Umdrehung-Torsion betrachtet wird haben die Parafflow-behandelten Öle grosse Vorteile. Es muss jedoch gesagt werden, dass diese Kräfte klein sind gegenüber den motorischen Torsionskräften, die, wie oben erwähnt, nicht vom Stockpunkt, sondern von der extrapolierten Viskosität abhängen.

20. Welchen Einfluss hat Parafflow auf den Ölkreislauf?

Die Pumpbarkeit des Öle ist von grosser Wichtigkeit. Bei Kaltstart läuft der Motor vielleicht schon bevor das Öl alle Teile erreicht hat, wodurch grosser Verschleiss entsteht. Parafflow verbessert die Pumpfähigkeit der Öle. Oberhalb des Stockpunkts zeigen die mit Parafflow versetzten Öle wenig Vorteile gegenüber den anderen in Bezug auf die Pumpfähigkeit aber unterhalb des Stockpunktes ist die verbessernde Wirkung von Parafflow eindeutig.

21. Wie kann die bessere Pumpbarkeit von Parafflow gezeigt werden?

A. Nack Motor-test.

Die Pumpbarkeit von paraffinhaltigen Öl ist den entparaffinierten oder einem mit Parafflow versetzten Öl weit unterlegen. Unterhalb -15°F ($-26,1^{\circ}\text{C}$), d.h. unter dem Stockpunkt von allen drei untersuchten Ölen, war die Pumpfähigkeit des mit Parafflow behandelten Öls noch grösser als die des entparaffinierten Öls.

Bei 20°F ($-6,7^{\circ}\text{C}$) war die Pumpfähigkeit von entparaffinierten und von mit Parafflow behandelten Öl gleich gut; bei 0°F ($-17,8^{\circ}\text{C}$) dagegen nahm die Zirkulation mit der Entfernung von der Pumpe bei dem entparaffinierten Öl merklich ab gegenüber dem mit Parafflow versetzten Öl.

B. Die Versuche waren reproduzierbar.

C. Cadillac Pump-Test.

Interessant ist nicht nur, dass das paraffinhaltige Öl die Leitungen kurz unter seinem Stockpunkt verstopft, sondern auch in welcher Weise das geschieht. Von dem kalten Öl, das

die Pumpe umgibt, wird ein Kern von ungefähr 1 Zoll (2,5 cm) Durchmesser, der sich bis zur Oberfläche des Ols ausdehnt, angesaugt und dann verstopft sich die Pumpe. Bei parafflow-behandeltem Öl, das mehr plastisch ist, wird die Pumpe immer weiter gespeist.

Es wurde beobachtet, dass wenn auch das entparaffinierte und das mit Parafflow behandelte Öl die gleiche Viskosität bei 10°F ($-12,5^{\circ}\text{C}$) haben, jedoch die Zirkulierungsgeschwindigkeit unterhalb -10°F ($-23,3^{\circ}\text{C}$) von letzterem fast 2 mal so gross ist wie von ersterem in der kurzen Zeit bis dieses aufhört zu fliessen.

Parafflow wirkt vorbeugend und verhindert Abnutzung und Zylinderbrüche, die auf mangelnde Ölkirkulation zurückgeführt werden. Der Gebrauch von Parafflow gibt alle Vorteile der flachen Viskositäts-Temperaturkurve eines paraffinhaltigen Öls ohne irgendeine/sonstige erwünschte Eigenschaft zu beeinträchtigen.

III. Vergleich von entparaffiniertem Öl mit einem paraffinhaltigen und einem mit Parafflow versetzten Öl.

Die Laboratorien der Standard Oil Dev. Co. und anderer Gesellschaften haben gefunden, dass das moderne Entparaffinieren mit Zentrifugen nicht der richtige Weg zur Erniedrigung des Stockpunkts ist. In Einzelnen sind die Veränderungen in der Flüchtigkeit, dem V.I., Conradson-Test, Oxydationsstabilität usw. nur gering, aber zusammen sind sie doch von Bedeutung für die Herstellung hochwertiger Schmiermittel.

22. Welchen Einfluss hat starkes Entparaffinieren auf den V.I.?

Ein mit Parafflow behandeltes Öl von Stockpunkt 0°F ($-7,8^{\circ}\text{C}$) hat einen um einige Punkte höheren V.I. als dasselbe Öl, wenn es auf einen Stockpunkt von 0°F ($-17,8^{\circ}\text{C}$) entparaffiniert ist.

23. Hat Paraffin einen Einfluss auf die Schmierfähigkeit?

Paraffinwachsen haben einen besseren Reibungswiderstand, als die Öle, aus denen sie gewonnen wurden. Unter normalen Fahrbedingungen ist eine Veränderung des Reibungswiderstandes ziemlich bedeutungslos, aber unter abnormalen Bedingungen, wie ungewöhnlicher "starke" Lager, extreme Verdünnung, ungenügender Ölzufluss, ist ein Öl von hoher Schmierfähigkeit von Bedeutung, da es über diese zeitweiligen Missstände hinweg hilft.

24. Welchen Einfluss hat Paraffin auf die Oxydationsbeständigkeit?

Entparaffinieren setzt die Stabilität gegen Oxydation herab. Ringstecken usw. wird durch die Harz- und Koksabscheidungen ver-

— verursacht, ein mit Paraffin behandeltes Öl ist weniger geneigt, Schlamm und Harz zu bilden.

IV. Die Verwendung von Paraffin in Getriebölen.

Wenn Paraffin den Stockpunkt von paraffinbasischen Zylinderölen nicht mehr als um $5-10^{\circ}\text{F}$ ($2-5^{\circ}\text{C}$) herabsetzt, wie ist es dann möglich, dass Paraffin gut für Transmissionsöle hat? Weil Paraffin einen Einfluss auf die Viskosität hat, können folgende Vorteile zustande:

- a) Bei tiefen Temperaturen wird die Kraft zum Betreiben eines Getriebes stark verkleinert. Dieser Einfluss ist bei sehr tiefen Temperaturen am stärksten und verschwindet am Stockpunkt oder in dessen Nähe.
- b) Bei tiefen Temperaturen wird der Bremswiderstand der Transmission und das Differential in weitem Ausmaß reduziert.
- c) Öle, die normalerweise dazu neigen, Verstopfungen zu bilden, zeigen eine Abnahme dieser Tendenz.
- d) In Hypoidgetrieben wird die Schmierung verbessert, sodass die Zahnräder nach harter Beanspruchung noch ein gutes Aussehen haben.
- e) Das Umgehen mit Schmiermitteln bei kaltem Wetter wird erleichtert.

25. Voraus wird es ersichtlich, dass Paraffin die Kraft zum Betreiben eines Getriebes herabsetzt?

Das Produkt aus dem Bericht, das an dem Freibeben bei einem Brown-Lupo-Getriebe nicht und aus der Zeit bis Gleichgewicht eingetreten ist (Freibehaupt) beträgt bei Verwendung von Paraffin nur 36% von dem ohne Paraffin.

Die Hubachse macht ohne Verwendung von Paraffin eine halbe Umdrehung in 50 sec. bei 0°F ($-17,8^{\circ}\text{C}$) und mit Paraffin schon in 25 sec.

Bei -10°F ($-23,3^{\circ}\text{C}$) waren ohne Paraffin 315 lbs (142 kg)/sec. nötig, mit Paraffin nur 155 lbs ($71\text{ kg}/\text{sec}$), was einer Reduktion von 50% entspricht.

In Gänze lässt sich sagen, dass der Gebrauch von Paraffin die Anwendung einer um 40% kleineren Kraft bei Temperaturen unter dem Stockpunkt des Schmiermittels bewirkt.

26. Voraus kann der Schluss gezogen werden, dass Paraffin den Bremswiderstand herabsetzt?

Bei tiefen Temperaturen war der Verlust an Energie wegen des Festhaltens des Öls bei 10 Meilen (16 km)/Std. um 18% geringer

mit Paraffin in leichten Getriebeölen (115/200° (93,3)) und ca. 14% geringer in schweren Getriebeölen (200/210° (98,9)).

Durch Erhöhung des Paraffinanzsatzes von 1% auf 2% wird ein relativ geringer Effekt erzielt.

27. Verursacht Paraffin Schäumen in Getriebeölen?

Paraffin verursacht bei hohen Temperaturen kein Schäumen im Getriebeöl und daher auch keine Verluste von Schmieröl aus solchen Gründen.

28. Wie weit wird der Einzeitt von Verstopfungen durch den Gebrauch von Paraffin herabgesetzt?

Ohne Paraffin tritt bei 12°F (-11,1°C) Verstopfung ein, die Anwendung von Paraffin bringt eine Verbesserung um 10°F (5°C), indem erst bei +2°F (-16,7°C) Verstopfung einsetzt.

29. Wie beeinflusst Paraffin den Stahl- oder Durchdringungstest?

Dieser Test, bei dem die Zeit gemessen wird, den ein Stift zum Durchdringen verschiedener Tiefen von Öl braucht, dient als einfaches Mittel, die Viskosität, die Getriebekraft, den Zugwiderstand und die Verstopfung bei tiefen Temperaturen zu beurteilen. Paraffin verdoppelt die Durchdringungsfähigkeit eines Öls.

V. Verwendung von Paraffin in der Herstellung von Schmierölen.

Bei Zusatz geringer Mengen Paraffin zu einer Schwerölklassung von paraffinhaltigem Öl scheidet sich das Paraffin beim Abkühlen als ein dichter trockener Schlamm ab. Diese Erscheinung ist, abgesehen von einer Veränderung der Kristallform, eine Folge folgender Tatsachen: a) der Bildung kleinerer Paraffinkristalle,

b) der Verringerung der in den Kristallen eingeschlossenen Ölmengen.

Die Menge an notwendigem Paraffin wechselt von Öl zu Öl, beträgt aber im allgemeinen 0,3 - 0,7%. Die Wirksamkeit wird aber in Gegenwart von Paraffingasch stark erhöht. Es genügen dann bereits 0,1% Paraffin bei Anwesenheit von 1% gewöhnlichem dunklen Paraffingasch um dieselbe Wirkung zu erzeugen, die ein Zusatz von 0,3% bei Abwesenheit von Paraffingasch hervorruft. Für jede Art von Antiparaffinierung gibt es eine optimale Menge Paraffinzusatz; zu viel ist ebenso unwirksam wie zu wenig.

A. Paraffin als Hilfe bei der Kaltabscheidung.

Bei der Kaltabscheidung von Paraffin aus Öl muss das Paraffin frei beweglich sein und schwerer als die Flüssigkeit, Es werden feine, harte, gleichmäßige Paraffinkristalle, die kein Öl absor-

Wasser und die sich schnell zu einem kompakten Niederschlag absetzen, gewaschen.

Paraffin verbindet die Kristalle und -struktur und reduziert damit die ... und die ... Bildung. Das gefällte Paraffin ist fester und Paraffingutschverluste werden verringert. Paraffin ermöglicht die Anwendung von hohen ... und die ... Einleitung von ... bei denen ... die Kaltabscheidung oder das Zentrifugieren verwendet werden kann.

Bei ... ähnlichen ... zur Zweck der ... der Kristallgröße tritt ... die Bildung einer ... ein. ... durch ... von Paraffingutsch kann die Kristallgröße ... werden. Jedoch, ohne Paraffin tritt in beiden Fällen kein ... ein.

Paraffin hat eine ... verschiedene ... auf behandelte und nicht behandelte ...

In ... des untersuchten ... wächst die Inhibitorwirkung von Paraffin mit abnehmender ... wegen des ... in den ... Anteilen ... vorhanden kristallinen ... Der ... Unterschied wird ... wenn ... dass höhere ... der ... in ... den ... von nicht inhibierten ... oder ... die ... die enthalten mehr amorphes ... und ... schneller ab.

B. Paraffin als Hilfe beim Zentrifugieren.

Da die Zentrifuge ein ... Mittel ist, die Kaltabscheidung zu beschleunigen, sollte man ... dass Paraffin auch beim Zentrifugieren eine Hilfe sei. ... ist das nicht in allen Fällen so. Zwei Faktoren sind für ... Zentrifugieren maßgebend: 1. Schnelle Abtrennung der ... in Paraffingutsch und ... Lösung; 2. Bildung von Paraffingutsch solcher ... dass er nicht die ... verstopft.

Die ... zur Kaltabscheidung ... dass Abtrennung ... ist, nichts aber über die ... des Paraffingutts. Eine zu gute ... kann zur Bildung eines ... unbeweglichen Paraffingutts führen. ... wird die ... nicht kristallines Paraffingutsch gewaschen und ... geringere Mengen Paraffin angewendet werden als bei der Kaltabscheidung.

Ausserdem ist es nötig, Paraffingatsch zuzusetzen. Parafflow verhindert beim Zentrifugieren das Festhalten von Öl und die Verluste von Paraffingatsch.

Der Paraffingehalt im Öl ist für das Zentrifugieren massgebend. Bei grossen Mengen Paraffin muss stark mit Schwerbenzin verdünnt werden. Massnahmen, die die dabei nötigen Schwerbenzinnengen verringern, reduzieren gleichzeitig 1. die Kühlkosten; 2. Stripp-Kosten; 3. Lösungsmittelverluste.

Zusatz von 1/2% Parafflow (bezogen auf schwerbenzinfreies Öl) zu flüssigen Motorenölkonzentrierten (52/210° F) (93,9°C) oder zu teilweise kristallinen Zylinderölen vergrössert den Durchsatz sehr und damit die oben angeordnete Wirtschaftlichkeit. In gleicher Weise wirkt das Zentrifugieren in 2 Stufen. Parafflow ist bei stufenweisem Zentrifugieren ungewöhnlich wirksam.

C. Parafflow als ein Mittel zur Verhinderung des Stockens von zentrifugierten Motorenöl.

Parafflow ist kein Konkurrent der Zentrifuge, sondern eine Ergänzung derselben. Zusammen mit der Zentrifuge bei der Raffination angewendet, wurden bessere Schmieröle bei geringeren Kosten erhalten. Zuerst wird das Öl mässig entparaffiniert und dann mit Parafflow auf einen Stockpunkt von 0°F (-17,8°C) gebracht. Für diesen Zweck wurde die grösste Menge Parafflow verkauft.

Es ist besser, ein Öl mit Parafflow bei -20°F (-28,9°C), als bei -60°F (-51,2°C) zu zentrifugieren aus folgenden Gründen:

1. Verminderte Kühlkosten.

Das Kühlen macht 60% der mittleren Gesamtkosten des Entparaffinierens aus. Beim Arbeiten bei höherer Temperatur kann die Zentrifugierviskosität geringer und die Ölkonzentration in dem Schwerbenzin grösser sein, womit höhere Durchsätze verbunden sind.

2. Verminderte Ölverluste:

Die Bedeutung, die Ölverluste auf ein Minimum zu reduzieren, ist oft unterschätzt worden. Aber gerade hier fallen die Vorteile von Parafflow besonders ins Auge. Der Ölverlust macht zusammen mit den Kühlkosten und einer bewährten Qualität einen grossen Teil, wenn nicht die ganzen Kosten von Parafflow aus.

VI. Wer gebraucht Parafflow?

Obgleich Parafflow erst seit einigen Monaten technisch hergestellt wird, zählen doch die grössten Schmierölerhersteller der Welt zu seinen Abnehmern.

Literaturzusammenstellung über Äthylenschmieröl
(ohne Geheimanmeldungen).

Die Polymerisation von Äthylen unter Druck in Gegenwart von $AlCl_3$ wurde zuerst von Ipatieff (B. 44 (1911) 2978) untersucht. Später veröffentlichten Ipatieff u. Rontala (B. 46 (1913) 1748) und Szayna (Przemysl Chem. 12 (1928) 637) weitere Arbeiten über die Äthylenpolymerisation.

Stanley, Nash, Bowen (J. Inst. Petrol. Techn. 16 (1930) 830) bezu-
sichtigen zuerst die Schmierölfabrikationen bei ihren Untersuchungen.

Literaturzitat	Reaktionsbedingungen	Ausbeute		Eigenschaften
Nash, Bowen, Stanley J. Inst. Petrol. Techn. 16 (1930) 830	5-10 ⁰ , 35-40 atm in Petroläther, $AlCl_3$. $AlCl_3$, 35 atm 75 ⁰ 100 ⁰ 150 ⁰ 180 ⁰	0,4 g/Stde Öl	davon 36 % Schmier- öl Fraktion	Bei Reaktionstem 15 ⁰ : V.I. - 30; spez. Gew./15,5 ⁰ 0,856, Viskosität centistokes/ 37,8 ⁰ :112 Bei 150 ⁰ : V.I. - 23 Spez. Gew./15,5 ⁰ : 0,921 Viskosität centistokes/37,8 ⁰ 200
Waterman, Tulleners Chim. et Ind., Sonder- 29 (1933) 496 Nr. J. Soc. Chem. Ind. 42 (1930) 349 T	70-150 atm in Pentan 125-150 ⁰	105 g/Stde Öl mit 30% Schmieröl- Fraktion		V.I. + 13 Viskosität: Saybolt sec./90 ⁰ 61,4
Sullivan, Voorhees, Neeley, Shankland Ind. Eng. Chem. 23 (1931) 604	21-93 ⁰ in Benzin- lösung $AlCl_3$			V.I. - 150 Viskosität: Saybolt sec./ 99 ⁰ : 80
Ipatieff, Grosse Am. Soc. 58 (1936) 915	$AlCl_3$ + HCl 20-30 ⁰ , 20 atm	Öl mit 25 % Schmieröl		
Watermann, Tulleners, Leendertse Trans. Faraday Soc. 32 (1936) 522	Stellten fest, daß die Schmierölfractionen cyklische Kohlenwasserstoffe enthalten: Fractionen mit dem Mol. Gew. 250-350 enthalten 1 Ring/Mol., mit dem Mol. Gew. 530 2 Ringen/Mol., wodurch die niederen Werte des V.I. erklärt werden.			
Hessels, von Krevelen, Waterman Rec. 59 (1940) 702 (Betaafische Petrol. Mij)	125 atm, 175 ⁰ in Gegenwart von H_2 , Ni, $AlCl_3$; in Pentanolösung	280 g/Stde Öl mit 70-80% Schmieröl- Fraktion		V.I. 70-100 gesättigte Pro- dukte mit wenig cyklischen Ver- bindungen

Literaturtitel	Reaktionsbedingungen	Ausbeute	Eigenschaften
Atkinson Storoh Ind. Eng. Chem. 26 (1934) 1120	Zwei-Stufen-Verfahren: 1. Therm. Polym. ohne Kat. 370-390°; 50-70at 2. Polym. der unges. flüss. Produkte 25°; gew. Druck; AlCl ₃	30-35% Schmieröl bezogen auf flüss. Polymerisat der 1. Stufe	V. I. 108 Viskosität Saybolt sec./99°: 44
Hall, Wiggins, Nash J. Inst. Fuel 9 (1935) 44, 106	Al + AlCl ₃ , 200° 300°		V. I. 67 Viskosität centistokes/ 37,8°: 151° spez. Gew. 15,5°: 0,902 V. I. 40 Viskosität centistokes/ 37,8°: 217 spez. Gew. 15,5°: 0,890
Elkington E. P. 356 068; 1531	AlCl ₃ oder andere anorg. Halogenide + organische, polare Verbindungen (Nitrobenzol) + inakt. metall. Halogenide (NaCl)		
Howes E. P. 372 763; 1932	Floridaserde		
Otto, Brennstoffchem., 8 (1927) 321	BF ₃ , 70 atm, gew. Temp.		V. I. 45 Viskosität centistokes/ 37,8°: 133. Die Gegenwart von CO setzt die Reaktionsgeschwindigkeit stark herab
Hoffmann, Otto, Stegemann E. P. 313 067; 1928 E. P. 307 802 E. P. 1 885 060; 1929 1 933 434	BF ₃ , Druck, in Gegenwart von H ₂ O, Halogensäuren, halogenierten Kohlenwasserstoffen		

Literaturtitel	Reaktionsbedingungen	Ausbeute	Eigenschaften
Hoffmann, Otto, Stegemann, B.P. 293 487; 1927 A.P. 1 811 150; 1931 F.P. 632 768 Nash, Stanley, Brown, Petrol. times 24 (1930) 799	BF_3 oder AlCl_3 ; Ni als Beschleuniger		100-%ige Polymeri- sation statt 20% ohne Ni Öle dünnflüssiger als ohne Ni.
Hoffmann, Otto, Stegemann DRP 507 919 AP 1 885 060 du Pont de Nemours AP 2 183 503 I.G. Ital. P. 373 953 FR 793 226	$\text{BF}_3 + \text{H}_2\text{O}$ oder HF		Steigerung der Polymerisations- geschwindigkeit durch Zusatz von H_2O oder HF
Standard Oil Co. AP 2 111 831; 1932	350 - 400°C, 1350 atm, ohne Katalysatoren		V.I. mindestens 100. Viskosität Saybolt/ 99°: 75
Standard Oil Co. F.P. 800 155; 1936	Polymerisation von Krackgasen; 49°C, AlCl_3		Viskosität Saybolt sec./99°: 40 - 10 000
Standard Oil Co. A.P. 2 216 372; 1937	Polymerisation von Krackgasen; AlCl_3 , BF_3 oder ähnliche, wenig erhöhte Temp. und Druck. Anschließend Hydrie- rung: 158 atm, 260°C, Ni		Stockpunkt -178°C
Standard Oil Co. A.P. 1 947 306; 1932	Polymerisation von Ölfraktionen 225-1350 atm, 400-670°C		

Die in Gegenwart von AlCl_3 erhaltenen Schmierölfractionen sind gesättigt und stabil, haben aber einen zu kleinen V.I.. Die höhersiedenden Kohlenwasserstoffe sind zu viskos.

Durch Temperatursteigerung wird die Polymerisationsgeschwindigkeit merklich gesteigert, die Lebensdauer des Kontaktes jedoch erheblich verkürzt. Außerdem werden Nebenreaktionen wie Cracken und Dehydrieren begünstigt.

Nach dem Patent der Standard Oil Co. (A.P. 2 111 831) wird der V.I. wesentlich verbessert, wenn man die Polymerisation ohne Kontakt bei über 1000 atm vornimmt. Die Oxydationsbeständigkeit der Äthylenschmieröle ist

geringer als die der natürlichen Schmieröle, obgleich die Harzbildung gering ist. Die Öle, die bei niedriger Temperatur hergestellt werden, sind stabiler.

In Gegenwart von metallischem Al entsteht bei höheren Temperaturen eine metallorganische Zwischenverbindung der Kohlenwasserstoffe, die katalytisch aktiv ist, so daß sich beträchtliche Mengen flüssiger Olefine bilden, die in einer zweiten Stufe zu Schmierölen mit hohem V.I. polymerisiert werden können. (Hall, Birmingham, 1937; Howes B.P. 363 846; 1931)

Die Anwendung von BF_3 als Katalysator bei höherer Temperatur bewirkt eine Verminderung des V.I.

Die Eigenschaften von Schmierölen, die bei der Polymerisation technischer Äthylenkonzentrate entstehen, werden von Petrov, Antsuz, Pozhiltzeva, Refiner 12 (1933) 293 beschrieben (Jahrgang unvollständig im Werk; die betreffende Nummer fehlt).

Der Polymerisationsmechanismus wurde von Stanley (J. Soc. Chem. Ind. 49 (1930) 349 T) von Hunter, Yohe (Am. Soc. 55 (1933) 1248, 5075), Ipatieff (Catalytic Reactions at high temperatures and pressures, 1936) untersucht.

(5)

Zur Einführung von Schwefel in die Ester-Schmieröle.

=====

In Frage käme ein Zusatz von Estern der Thio-carbonsäuren zu den üblichen Carbonsäure-Estern. Man unterscheidet hier die Ester der Thio-säuren $R-(C:O)-S-R'$, der Thionsäuren $R-(C:S)-O-R'$ und der Dithiosäuren $R-(C:S)-S-R'$.

Die Thiolsäure-Ester siedeln etwa 40° höher als die entsprechenden Carbonsäure-Ester; Schmelzpunkte sind meist nicht bekannt. Es sind bewegliche Flüssigkeiten von höchst unangenehmem Geruch, ziemlich leicht oxydabel unter Bildung von Sulfonsäuren.

Die Thionsäure-Ester siedeln etwa 10° tiefer als die Thiolsäure-Ester, sie sind leichter zersetzlich als diese und riechen noch übler.

Ester der Dithiosäuren siedeln etwa 60° höher als die der Carbonsäuren und besitzen einen widerlich stechenden Geruch.

Die Säuren selbst sind rotgelbe, dicke, stinkende Flüssigkeiten mit Siedepunkten, die etwa denen der Carbonsäuren gleichen.

Darstellung: Thiolsäure-Ester aus den Alkylhalogeniden mit den (Blei-) Salzen der Mercaptane (z.B. VE20, 2322); Thionsäure-Ester aus den Iminoäthern mit Schwefelwasserstoff (z.B. G 1903, II, 423); die Dithiosäure-Ester mittels Alkylsulfaten aus den Dithiosäuren, diese aus Alkylmagnesiumhalogeniden mit Schwefelkohlenstoff.

Die Ester der Thio-säuren erscheinen, vor allem wegen ihrer Zersetzlichkeit, als nicht geeignet für Schmierölzusatz. Schwefel-Analoga der Dicarbonsäuren oder deren Ester sind bisher nicht beschrieben.

Möglicherweise lassen sich aber die Thioäther höherer Alkohole verwenden, welche recht tiefe Schmelzpunkte (etwa 30° höhere als die entsprechenden Sauerstoff-Äther) und etwa 60° höhere Siedepunkte als die O-Äther besitzen. Störend ist nur die Neigung der Thioäther, mit Metallsalzen Komplexe zu bilden und ihre Eigenschaft, durch Oxydation in hochschmelzende Sulfone überzugehen. Die Darstellung der Thioäther geschieht aus den Natriumsalzen der Alkylschwefelsäuren mittels Alkalisulfids.

Wegen der korrodierenden Eigenschaften der Sauerstoffverbindungen des Schwefels können nur geringe Zusätze oxydabler Schwefelverbindungen zu Schmierölen erfolgen. Die genannten erscheinen daher als nicht verwendbar; auch dürften kleine Mengen kaum einen wesentlichen Einfluß auf die Güte der Öle ausüben. Hinzu kommt noch die teure und umständliche Darstellung und der üble Geruch.

gez. Hölscher

(6)

Zurück an
Verzimmer Dir. Dr. Pier

Arbeiten über Propylen-Schmieröle in den Hochdruckversuchen Nr. 59

Im Anschluss an Arbeiten zur Alkylierung von Polystyrol mit Propylen im Jahre 1937 wurde die Polymerisation mit Propylen als Rohstoff mit und ohne Zusatz geringer Mengen (ca. 1%) Polystyrol studiert.

Da bei der Polymerisation von Propylen zu Schmierölen wegen der Iso-Struktur der erhaltenen Kohlenwasserstoffe nur ein beschränkter Viskositätsindex erhalten wird, wurde die Polymerisation in Gegenwart von ca. 1% Polystyrol durchgeführt, was hierbei weitgehend alkyliert und dadurch ölfählich wird, wobei es ähnliche Eigenschaften aufweist wie Ölmineral B 15. Mit chlorhaltigen Lösungsmitteln (Äthylchlorid) wurde in einer Ausbeute von 90-95% ein Öl folgender Qualität hergestellt:

spez. Gewicht (20°C)	ca. 0,860
Visc. 30°C	8 - 10 E
Visc. 50°C	5 - 10 E
Flammpunkt	225°C
Conradson-Test	0,05 %

Eine im Jahre 1941 geplante Anlage zur Erzeugung von 6000 Tonne Jahresleistung für die bereits ein Programm eingeleitet war - auf dem Weg der Ludwigshafener DFB-Anlage kann leider nicht mehr zur Ausführung kommen.

25% - 55% Propylen-Öl und 75% - 55% Intava-Öl Komponente 7 wurden gereinigt und zwei Flammotoröle P 16 und P 18 von Gumming- und Rotring-Qualität hergestellt.

	P 16	P 18
spez. Gew. (20°C)	ca. 0,860	ca. 0,875
Visc. 30°C	8 - 10 E	5,8 E
Visc. 50°C	25 E	18 E
Flammpunkt	96	94
Conradson-Test	0,25 %	0,20 %
Flammpunkt	ca. 230°C	ca. 230°C
Laufzeit in Einzylinder-Motor	20-24 h	20-24 h

Beide Öle haben bei Motor-Versuchen in Flammotoren-Einzylinder eine Laufzeit von 20-24 Stunden gegenüber 8-10 Stunden Laufzeit bei Rotring alter und neuer Qualität. P 16 wird schon seit einigen Jahren von der DVL und ihren P-Abteilungen als bisher bestes Öl für den Überlademotor TAV 132 an Stelle von Gumming verwendet. In diesem Motor wird das Öl bekanntlich besonders hohen Beanspruchungen ausgesetzt.

(6)

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

Arbeiten über Propylen-Schmieröle in den Hochdruckversuchen

Im Anschluss an Arbeiten zur Alkylierung von Polystyrol mit Propylen im Jahre 1937 wurde die Schmierölsynthese mit Propylen als Rohstoff mit und ohne Zusatz geringer Mengen (ca. 1%) Polystyrol studiert.

Da bei der Polymerisation von Propylen zu Schmierölen wegen der Iso-Struktur der erhaltenen Kohlenwasserstoffe nur ein schlechter Viskositätsindex erhalten wird, wurde die Polymerisation in Gegenwart von ca. 1% Polystyrol durchgeführt, das hierbei weitgehend alkyliert und dadurch löslich wird, wobei es ähnliche Eigenschaften aufweist wie Opanol B 15. Mit etherhaltigen Lösungsmitteln (Aethylacetat) wurde in einer Ausbeute von 90-95% ein Öl solcher Qualität hergestellt:

spez. Gewicht (20°C)	ca. 0,830
Visc. 99°C	8 - 16 E
V.d.	55-100
Siedepunkt	225°C
Conradson-Zahl	0,05 %

Eine im Jahre 1941 geplante Anlage zur Erzeugung von 6000 Liter dieses Öls - für die bereits ein Programm eingereicht war - aus dem Programm der Ludwigshafener DAB-Anlage kam leider nicht mehr zur Ausführung.

25% - 55% Propylen-Öl und 75-65% Intava-Öl Komponente 7 wurden gemischt und zwei Flugmotorenöle P 16 und P 18 von Grünring- und Rotring-Anstalt hergestellt.

	P 16	P 18
spez. Gew. (20°C)	ca. 0,830	ca. 0,879
Visc. 99°C	3,5 E	3,0 E
50°C	25 E	18 E
V.d.	26	94
Conradson-Zahl	0,25 %	0,20 %
Siedepunkt	ca. 230	ca. 230
Laufzeit in Einzel- Länder-Motor	20-24 h	20-24 h.

Beide Öle haben bei Motor-Versuchen in Flugmotoren-Einsylindern eine Laufzeit von 20-24 Stunden gegenüber 8-10 Stunden Laufzeit bei Rotring alter und neuer Qualität. P 16 wird schon seit einigen Jahren von der DVL und ihren Pflanzstätten als bisher bestes Öl für den Überlandmotor BMW 132 an Stelle von Grünring verwendet. In diesem Motor wird das Öl bekanntlich besonders hohen Beanspruchungen ausgesetzt.

12/43

Eine Mischung von Propylen-Schwefelöl und SS 302 (111) wurde mit 50% Intava-2-Komponente 7 auf Rotring-Qualität unter der Bezeichnung P 20 hergestellt.

P 20

spez. Gew. (20°C)	0,875
Visc. 50°C	3,0
50°C	18,0
V.S.	104
Conradson-Test	0,20%
Flammpunkt	230°C
Laufzeit in Einsylinder-Motor	ca. 12 h

P 20-01 hatte im Gegensatz zu 15 und P 18 im Einsylinder eine Laufzeit von ca. 12^h gegenüber 3-10^h bei Rotring alter und neuer Qualität. Ein Vollmotorversuch im Ju 211-Motor verlief einwandfrei. 3 Vollmotorversuche im MW 322 hatten nur Laufzeiten von einigen Stunden. Nach Ansicht der Motorensachleute hat diese kurze Laufzeit nichts mit der Qualität des Öles zu tun. Die genaue Ursache konnte wegen Überlastung der Erprobungsstelle Recklin nicht geklärt werden.

En letzter Zeit wurde auch die Herstellung von Zylinderölen mit hohem Flammpunkt durch Polymerisation von Propylen versucht. Es wurden in einer Ausbeute von 40-70% Öle mit einer Viskosität von 6-10⁵ bei 100°C und einem Flammpunkt von 270-307°C hergestellt. Während die aus Paraffin nach dem Chlorverfahren hergestellten Kolben-schmieröle thermisch sehr stabil sind mit einem Flammpunkt bis zu 360°C hergestellt werden können, sind die Propylen-Schwefelöle oberhalb 300°C sehr unbeständig.

Weitere Versuche zur Herstellung von Zylinderölen aus Propylen sind im Gange.

gez. Christmann.

050

7

Der Auslands-Patentbesitz

der Juk-Partner auf dem Propangebiet.

Einleitung.

Propanbehandlung in Stufen.

Propanbehandlung in Kombination mit speziellen anderen Behandlungen.

Kombinierte Behandlung mit Propan und selektiven Lösungsmitteln.

Kombinierte Behandlung mit Propan und Schwefelsäure oder Bleicherde.

Asphalt.

Entparaffinierung mit Zusatzstoffen.

Elektrisches Feld bei der Entparaffinierung.

Kühlung bei der Entparaffinierung.

Abtrennung des Paraffins vom Öl, besonders durch Filtration.

Anwendung von Homologen des Propanes u.a. normalerweise gasförmigen Kohlenwasserstoffen.

Wiedergewinnung und Reinigung von Propan.

Propanbehandlung spezieller Stoffe.

Verschiedenes.

Anhang: Verzeichnis der Patente.

Einleitung.

Im Anschluss an die Aktennotiz betr. Propanbehandlung u.dgl. zur Herstellung von Schmierölen vom 9.10.1942 von Dr. Rahn und Dr. Göhre wird im folgenden ein Überblick über den gesamten Auslandspatentbesitz der amerikanischen Joint-Partner auf dem Propangebiet gegeben. Einschlägige Patente der Kellogg liegen nicht vor. Es kommen somit nur solche der Union Oil, der Standard Oil of Indiana und der Standard Oil of New Jersey bzw. Standard Oil Development in Betracht. Während nur verhältnismässig wenige deutsche Schutzrechte dieser Firmen auf dem Propangebiet bestehen (siehe die oben genannte Aktennotiz), sind die ausländischen, insbesondere die amerikanischen Schutzrechte sehr zahlreich, sodass sich eine zusammenfassende Darstellung rechtfertigt. Die im Text enthaltenen Nummern entsprechen den laufenden Nummern der im Anhang enthaltenen Patente.

Einige Patente schützen in breiter Form die Abscheidung von Paraffin aus gekühlten Öl-Paraffin-Propan-Gemischen (10, 2) und die Abscheidung von Asphalt mit flüssigem Propan bei mindestens 120° F (59) sowie die Herstellung von Schmieröl unter gleichzeitiger Ausfällung von Asphalt und Paraffin (18).

652

Propanbehandlung in Stufen.

Daneben ist in zahlreichen Schutzrechten die Ausführung einer mehrstufigen Propanbehandlung beschrieben. So kann Propanbehandlung bei stufenweise steigender Temperatur erfolgen (189). Nach dem Ausfällen von Asphalt mit Propan kann die Öl-Propan-Lösung zwecks Raffination des Öls durch Druckverminderung abermals in Schichten zerlegt werden (197). Andererseits kann anschliessend an eine erste Propanbehandlung das nicht in Propan Gelöste durch weitere Propanbehandlungen zerlegt werden, die bei allmählich erniedrigten, über der Entparaffinierungstemperatur liegenden Temperaturen ausgeführt werden (184). Nach dem Entasphaltieren von Öl mit Propan kann durch Verdampfen von Propan und die damit verbundene Abkühlung das Paraffin ausgefällt werden (183, 28). Aus paraffin-freien Ölen kann man erst die Hauptmenge Asphalt, dann den restlichen Asphalt zusammen mit gelartig erstarrenden Ölfractionen mit Propan ausfällen, wobei man gute Schmieröle erhält (29). Es ist beschrieben, nach einer teilweisen Entasphaltierung von Destillationsrückständen mit Propan (1 : 3-5) den restlichen Asphalt mit Propan zu entfernen, nachdem das teilweise entasphaltierte Produkt destilliert wurde, bis 60-80 % entfernt sind (40). Ferner wird vorgeschlagen, mit Propan zunächst unter höherem Druck und bei höherer Temperatur Hartasphalt, dann unter geringerem Druck bei tieferer Temperatur Weichasphalt und Paraffin zu fällen (33). An eine stufenweise Abscheidung des Hart- und Weichasphalts mit Propan (32) kann eine Entparaffinierung mit Propan angeschlossen werden (34, 38). Nach einer Entasphaltierung mit Propan kann man, um das Verhältnis Verdünnungsmittel : Öl herabzusetzen, anderes asphaltfreies Öl zur Propanlösung zugeben und unter Kühlung entparaffinieren (71). Auch die Paraffinabscheidung kann stufenweise bei abnehmendem Verhältnis Lösungsmittel : Öl vorgenommen werden (52). Ein Harz-Öl-Gemisch, das durch Entharzen von Schmieröl mit Propan bei 70°C erhalten worden ist, kann man zwecks Gewinnung des Öls bei 38°-50°C mit Propan zerlegen (163). Wascht man aus mit Propan gefälltem Asphalt anhaftendes Öl mit Propan aus, so kann die Waschflüssigkeit zum Fällen von weiterem Asphalt verwendet werden (22).

65

An eine Entasphaltierung mit einem Propan-Aethan-Gemisch kann nach dem Verdampfen des Aethans eine Entparaffinierung mit Propan angeschlossen werden (15). Andererseits kann auch an eine erste Behandlung mit Propan eine zweite mit Aethan angeschlossen werden (12).

Nach einer Entparaffinierung von asphaltfreiem Öl mit 2,5 - 3 Vol. Propan kann nach dem Ergänzen auf 10 Vol. Propan in der Wärme weitere Zerlegung in Schichten erfolgen (171). Entparaffinierung mit Propan kann bei stufenweise niedriger werdender Temperatur fraktioniert erfolgen (187). Hart- und Weichparaffin kann auch in der Weise getrennt gewonnen werden, dass man Hartparaffin fest abscheidet und aus der davon getrennten Weichparaffin-Öl-Propan-Lösung durch weiteres Kühlen das Weichparaffin fällt (110). Man kann auch Paraffin + Öl durch viel kaltes Propan zum Erstarren bringen und das Öl aus der festen Masse mit Propan extrahieren (75, 76, 85). Schliesslich kann man aus gemeinsam bei -40°C aus Propanlösung ausgefälltem Hart- und Weichparaffin zunächst das Öl mit Propan auswaschen und dann bei -7°C das Weichparaffin mit Propan herauslösen (62).

Propanbehandlung in Kombination mit speziellen anderen Behandlungen.

In zahlreichen Patenten ist eine Propanbehandlung im Zusammenhang mit anderen Behandlungen beschrieben. So kann sich an eine Entasphaltierung mit Propan eine Entparaffinierung mit Benzin anschliessen, wobei das Benzin vor (4) oder nach (5) der Entfernung des Propans aus dem Öl-Paraffin-Gemisch zugegeben werden kann.

Gemeinsam mit Propan ausgefälltes Hart- und Weichparaffin kann nach dem Entfernen des Propans mit kaltem Butan (oder Aceton) zerlegt werden (97).

Zwecks Herstellung nichtklopfender (isooctanreicher) Motorbrennstoffe kann man paraffinische Öle durch Destillation in Fraktionen mit engen Siedegrenzen zerlegen, aus diesen durch Kühlen in

054

Propanlösung die verfestigten n-Paraffine entfernen und die flüssigen Fraktionen wieder vereinigen (123).

Einer Zerlegung von Öl durch Destillation (bis 650° F) kann eine Propanentaspaltung des Destillationsrückstandes folgen, der dann weiter destilliert wird (bis 750° F) (14).

Auf eine Entaspaltung mit Propan kann eine Behandlung mit Aluminiumchlorid unterhalb (6) oder bei Cracktemperatur (11) folgen.

An eine Entparaffinierung von Schmieröl in Propanlösung kann eine Raffination durch Behandlung mit Luft in Gegenwart von Katalysatoren angeschlossen werden (208). Asphalt kann durch Extraktion mit Propan von anhaftendem Öl und Paraffin befreit werden; nach Zugabe eines für die Oxydation geeigneten Öls wird das Gemisch oxydiert (1, 77).

Die nichtparaffinischen Anteile, die durch Zerlegung von Öl mit Propan und Phenol gewonnen sind, liefern beim Voltolisieren Schmieröl (201); die wasserstoffärmeren Anteile können auch nach Vornahme einer Hydrierung voltolisiert werden (210).

Ölrückstände können nach dem Entaspalten, Entharzen und Entparaffinieren mit Propan durch Zusatz synthetischer Stockpunktserniedriger verbessert werden (185).

Im Gang eines Verfahrens zum Entölen von Öl-Paraffin-Gemischen durch Dispergieren in Wasser, Einleiten der Öl-in-Wasser-Emulsion in gekühltes Wasser und Abtrennen der festen Teile erfolgt zum Schluss Behandlung mit einem Öllösungsmittel, das das Paraffin bei der Behandlungstemperatur nicht löst (Propan) (104).

Schliesslich sei auf ein Verfahren hingewiesen, bei dem Schweröl mit Propan zerlegt wird; die paraffinischen Anteile werden katalytisch, die nichtparaffinischen Anteile thermisch gekrackt (221); (aus der Patentschrift ist nicht zu ersehen, ob es sich um ein Schutzrecht der Standard Oil of New Jersey oder of Indiana handelt oder einer anderen, nicht dem Juik-Abkommen angeschlossenen Standard Oil-Gesellschaft).

Kombinierte Behandlung mit Propan und selektiven Lösungsmitteln.

Eine grosse Zahl der Patente betrifft die Behandlung von Mineralölen mit Propan und selektiven Lösungsmitteln für Nichtparaffine. Einige dieser Patente sind auf Extraktionen mit speziellen Lösungsmitteln gerichtet, die gegebenenfalls zusammen mit Propan verwendet werden können. So können bei der generell geschützten Entparaffinierung mit Methylacetat (116) oder verflüssigten normalerweise gasförmigen Aethern wie Dimethylether und Aethylenoxyd (117) niedrigsiedende Petroleumkohlenwasserstoffe wie Propan bzw. Butan mitverwendet werden. Bei der Extraktion mit Chloranilin (139) oder mit Dichlordiäthyläther + weiteren selekt. Lösungsmitteln, wie Kresylsäure, Nitrobenzol, Phenol, Anilin, Chlorphenol, Chloranilin (142) oder mit Dichlordiäthyläther + flüssigem SO_2 (23) oder mit chlorierten Aethern (131a, sehr zahlreiche solche Aether genannt) kann Propan zugesetzt werden. Auch bei einer Zerlegung von paraffinisch-naphthenischem Mineralöl mit o- und p-Chlorphenol-Phenol-Gemisch kann Propan zugegen sein (158). Ebenso kann bei der Extraktion naphthenischer Anteile unter Verwendung eines Extraktes aus früheren Extraktionen als Extraktionsmittel Propan mitverwendet werden (212). Nach einer Extraktion mit Triphenylphosphat (191) kann Propan zum Auswaschen dienen.

Die Mehrzahl der hierher gehörenden Patente betrifft jedoch nicht Behandlungen mit speziellen Lösungsmitteln, sondern andere Massnahmen im Rahmen von Extraktionen mit selektiven Lösungsmitteln. Die Propanbehandlung kann vor oder nach der Behandlung mit den selektiven Lösungsmitteln oder gleichzeitig mit ihr erfolgen. So ist z.B. die Reinigung paraffinisch-naphthenischer Öle durch Extraktion mit Phenol in Gegenwart von Propan (190), die Extraktion gemischt-basischer oder asphaltbasischer Schmieröle mit Kresylsäure-Chloranilin-, Kresylsäure-Chlorphenol-, Phenol-Chloranilin-Gemisch gegebenenfalls in Gegenwart von Propan (173), sowie die erschöpfende Extraktion erst mit selektiven Lösungsmitteln für Aromaten (Phenol), dann solchen für Paraffine (Propan) beschrieben (218). Zu einem aus Schmieröl gewonnenen Phenolextrakt kann 5 - 10 % Wasser,

Methanol oder mehrwertiger Alkohol und dann vor Abtrennung des Öls 1/2 - 4 Vol. Propan zugegeben werden, wobei man wertvolle Bestandteile des Extraktes gewinnt. (205).

Nach einer Entasphaltierung mit Phenol und gegebenenfalls Propan und Entparaffinieren der Propanlösung durch Kühlung kann nach Entfernung des Lösungsmittels mit Rücksicht auf restliches Paraffin Stockpunktserniedriger zugegeben werden (177).

Propanlösungen (9), die auch aus der Entasphaltierung von Ölrückständen (13) oder teilweisen Entasphaltierung von Ölen (81) od. aus der Entparaffinierung von Ölen (79) mit Propan stammen können, kann man mit selektiven Lösungsmitteln behandeln. Mittels Propan bei dessen kritischer Temperatur durch Zerlegung von Schmieröl erhaltene Phasen können mit selektiven Lösungsmitteln in Paraffine und Naphthene getrennt werden (146). Aus Lösungen von Öl in Verdünnungsmitteln, wie leichten Kohlenwasserstoffen, Aceton, Butylalkohol, Alkylformiat, Isopropyläther und Butylacetat kann man durch Zugabe von Propan und Verdampfenlassen das Paraffin ausfällen (113). Propan kann auch zusammen mit Dichloräthyläther (131), Di-, Trichloräthylen, Benzol, niederen Alkoholen, aliphatischen Ketonen, Benzol-Aceton (51) zum Entasphaltieren bzw. Entparaffinieren verwendet werden. Bei einigen Verfahren folgt auf eine Entasphaltierung von Schmieröl mit Propan eine (Gegenstrom-) Extraktion mit Naphthenlösungsmitteln; beim Auswaschen des Extrakts mit Propan (147), gegebenenfalls in Gegenwart von Asphalt aus der 1. Stufe (148, 155) werden noch paraffinische Anteile gewonnen, die der selektiven Extraktion wieder zugeführt werden können (147). Auch mit Propan von Asphalt, dann von Paraffin befreite, mit Schwefelsäure behandelte Öl-Propan-Lösungen können mit selektiven Lösungsmitteln extrahiert werden (49). Mit Propan entasphaltiertes Öl kann auch mit selektiven Lösungsmitteln extrahiert, dann durch Propanverdampfung zwecks Entparaffinierung gekühlt, vom Paraffin befreit und erst dann mit Schwefelsäure gereinigt werden (68). Eine Schwefelsäurebehandlung kann auch mit Öl-Propan-Lösungen durchgeführt werden, die zuvor mit selektiven Lösungsmitteln extrahiert wurden (69). Entasphaltiertes Öl kann vor der Zerlegung mit selektiven Lösungsmitteln in paraffinische und nichtparaffinische Antei-

057

le auch vom Propan befreit werden (7), gegebenenfalls nach Entparaffinierung in Propan (8). Für die Zerlegung von mit Propan entasphaltiertem, dann entparaffiniertem und von Propan befreitem Öl werden speziell wasserfreie aliphatische Alkohole empfohlen (17). Den Asphalt (bei 60-95° ausgefällt) kann man bei tieferer Temperatur nochmals mit Propan extrahieren und das Herausgelöste mit dem entasphaltierten Öl vereinigen (160). Nach einer Zerlegung von Kohlenwasserstoffgemischen mit Propan und selektiven Lösungsmitteln für Nichtparaffine kann das Raffinat vom Propan befreit und dann mit selektivem Lösungsmittel allein extrahiert werden (26). Andererseits können die durch Zerlegung von Ölen in paraffinische und nichtparaffinische Anteile erhaltenen Fraktionen mit Propan weiter zerlegt werden (44), wobei aus dem Extrakt noch Schmieröle gewonnen werden können (61).

Einer stufenweisen Extraktion mit flüssigem Schwefeldioxyd und Dichlordiäthyläther kann bei asphalthaltigen Ausgangsstoffen Entasphaltierung mit Propan vorangehen (24). Bei der Schilderung eines Phenolextraktionsverfahrens, bei dem Phenol und Extrakt mittels Benzin von einander getrennt werden, ist Propan erwähnt, jedoch ist nicht ersichtlich, ob und wie es mitverwendet werden soll (216). Ebenso kann Propan bei einem Verfahren mitverwendet werden, bei dem ein die unerwünschten Bestandteile (Naphthene) völlig lösendes zusammen mit einem die unerwünschten Bestandteile sehr selektiv lösenden Mittel Anwendung findet (130). Das Raffinat einer Gegenstromextraktion von paraffinisch-naphthenischen Ölen mit selektiven Lösungsmitteln (evtl. + Propan) kann in mehr oder weniger paraffinische Fraktionen zerlegt und erstere der Gegenstromextraktion wieder zugegeben werden zwecks Gewinnung sonst im Extrakt verloren gehender weniger paraffinischer Anteile (154). Auch aus dem Extrakt einer Extraktion mit selektiven Lösungsmitteln kann man mit Propan paraffinische Anteile gewinnen und dem Ausgangsstoff wieder zufügen (64).

Bei der Behandlung von Schmieröl mit selektivem Lösungsmittel und Propan kann man unter gewissen an Hand von Druck-Temperatur-Phasendiagrammen erläuterten Bedingungen die Schichtentrennung durch Druckminderung bewirken (161). Bei der Zerlegung von Kohlenwasserstoffen mit Propan kann die Dichte des Lösungsmittels durch

fortschreitende Druckänderung und Zugabe eines die Dichte verändernden, mit dem Propan mischbaren Mittels (Benzol, Aceton, Pyridin, schwere Kohlenwasserstoffe) verändert und so Fraktionierung erzielt ^{werden} (192). Aus Asphalt-Paraffin-Öl-Gemischen, die beim Extrahieren von Mineralöl mit selektiven Lösungsmitteln erhalten worden sind, kann das Öl mit Propan herausgelöst werden; beim Erwärmen schmilzt dann das Paraffin, während der Asphalt ausfällt (92).

Bei der (Phenol-) Extraktion von Schmieröl in Lösung gegangene wertvolle Anteile können wiedergewonnen werden durch Zugabe eines Stoffs, der Trennung der Extrakte nach der chemischen Zusammensetzung bewirkt (Wasser, phenolhaltiges Wasser, Methanol, mehrwertige Alkohole, Acetonitril), dann eines Stoffs, der Trennung nach dem Molegewicht bewirkt (Propan) (214).

Vergleiche auch die im Abschnitt „Anwendung von Homologen (des Propan) und anderen normalerweise gasförmigen Kohlenwasserstoffen“ besprochene Verwendung von Cyclopropylen zusammen mit selektiven Lösungsmitteln (56).

Kombinierte Behandlung mit Propan und mit Schwefelsäure oder Bleicherde:

Eine kombinierte Behandlung mit Propan und mit Schwefelsäure ist mehrfach beschrieben (z.B. 79). Ölrückstände sollen mit weniger als 3 Teilen Propan entasphaltiert werden; der gelöste Teil wird unter Zugabe von weiterem Propan mit Schwefelsäure behandelt (176); den Säureschlamm kann man absitzen lassen und nach dem Verdünnen mit flüssigen Kohlenwasserstoffen mittels Wasserdampf von Propan befreien (175). Schweres mit Propan entasphaltiertes Schmieröl, das mit Schwefelsäure (93 %ig) gereinigt worden ist, wird nach dem Neutralisieren von Propan befreit (152). Der Überschuss des zum Neutralisieren des Öls dienenden Alkalis kann zum Waschen saurer, aus dem Säureschlamm gewonnener Propan enthaltender Gase dienen (167). Auch gekühlte, bereits ausgeschiedenes Paraffin enthaltende Lösung kann einer Schwefelsäurebehandlung unterworfen werden; die sauren Reaktionsprodukte und das hochschmelzende Paraffin lässt man zunächst zusammen, dann das restliche Paraffin absitzen (31). Vgl. auch 69, 15, 16, 48 und 49.

Mehrfach ist auch erwähnt, dass man Öl in Propanlösungen durch Behandlung mit Bleicherde bleichen bzw. reinigen kann (120, 70, 219).

Asphalt.

Einige Patente beschäftigen sich mit Asphalt, der mit Propan ausgefällt worden ist. So enthält ein amerikanisches Patent (21) Stoffansprüche für ölfreien, mit Lösungsmitteln (Propan) ausgefallenen Asphalt mit bestimmten Eigenschaften (Carbengehalt 0, Smp. 138-139° F, etc.) Bei Verwendung von (z.B. mit Propan) gefälltem Asphalt soll man stabile Asphaltemulsionen vom Öl-in-Wasser-Typus erhalten, wobei Alkali allein als Emulgiermittel dient (96). Stabile Asphaltemulsionen mit bis zu 60% Asphaltgehalt lassen sich nach einem anderen Patent (203) herstellen, wenn man Destillationsrückstandsasphalt (80 %) zusammen mit (20%) Asphalt verwendet, der mit Propan ausgefällt worden ist. Körnigen Asphalt erhält man, wenn man geschmolzenen Asphalt mit soviel flüssigem Propan mischt, dass das Propan verdampft, und der Asphalt zu kleinen Körnern erstarrt (196). Harte bituminöse Massen erhält man auch durch Verdünnen asphalthaltiger Erdölrückstände mit Butan (oder anderen Kohlenwasserstoffen mit 4 C-Atomen), Erhitzen, Absitzenlassen und Auswaschen (207; betrifft also nicht eigentlich Propan). Natürlich kann man Asphalt durch Zerlegung von Erdölrückständen mit Propan herstellen (200).

Entparaffinierung mit Zusatzstoffen.

In einer Reihe von Patenten ist es beschrieben, in Gegenwart von Zusatzstoffen zu entparaffinieren, die die Abscheidung des Paraffins in leicht abtrennbarer Form begünstigen. Als ein solcher Zusatzstoff kann Asphalt dienen (20, 84, 97). Statt Asphalt zuzugeben, kann man bei der vorangehenden Entasphaltierung absichtlich nur einen Teil des Asphalts entfernen; der im Öl verbleibende Teil begünstigt dann die Kristallisation des Paraffins (30). Auch oxydierte asphaltische Rückstände können verwendet werden (90); bei dem

gleichen Verfahren können Stoffe zugesetzt werden, die als Rückstand bei der Extraktion von Erdölrückständen mit Propan oder anderen Lösungsmitteln erhalten werden. Weiterhin können oxydiertes Paraffin (88, 97), das vor der Oxydation mit Propan extrahiert sein kann (101) oder klebrige evtl. vulkanisierte Paraffinoxidationsprodukte (91) als Zusatz verwendet werden. Mehrfach werden in Gegenwart von Aluminiumchlorid erhaltene Kondensationsprodukte aus aromatischen und chlorierten aliphatischen Kohlenwasserstoffen (89, 129), insbesondere aus Naphthalin und chloriertem Paraffin empfohlen (134, 138, 180). Aus diesen Produkten können die unwirksamen Anteile mit Lösungsmitteln, z.B. Propan, herausgelöst werden (195). Auch Kondensationsprodukte aus aliphatisch-aromatischen Kohlenwasserstoffen mit organischen Säurechloriden, wie Sebacyl- oder Phthalylchlorid, sind genannt (215). Weitere Zusatzstoffe sind Polyester von Oxyfettsäuren, z.B. das durch mehrtägiges Erhitzen von Oxystearinsäure durch Selbstveresterung entstehende Produkt (211), Ester von Wachssäuren, z.B. natürliche Wachse (74, 89), Erdölkrackrückstände (97), durch Fällen von Erdölrückständen zum Beispiel mit Propan erhaltene Produkte (133), gekracktes Petrolpech, Petroleumkrackdestillate, Voltolisierungsprodukte (89, 198a), schweres Schmieröldestillat (145), höchstsiedende Fraktion von Rohöl (193), Cholesterin enthaltende Stoffe wie Wollfett und Lanolin (213, 94) oder oxydiertes Wollfett und Lanolin (105), Triäthanolaminseifen, Metallseifen, öllösliche Polymerisationsharze, natürlicher oder synthetischer Kautschuk (134). Bei der Schwefelsäurebehandlung einer Öl-Propan-Lösung entstehende Produkte können als Kristallisationskerne bei der nachfolgenden Abscheidung von Paraffin durch Kühlung dienen (16). Kieselguhr, Fullererde, Ton, Sägemehl erleichtern das Filtrieren (10).

Auch bei der Entparaffinierung unter Einwirkung eines elektrischen Feldes können Zusatzstoffe angewandt werden, wie mehrkernige aromatische Verbindungen (100), Asphalt und Erdölrückstände (35), Wachse (74), Fettsäuren, z.B. Montan-, Carnauba-, Melissen-, Cerotin- und Stearinsäure (106) oder allgemein die Paraffinabscheidung begünstigende Elektrolyte, wie Säuren (Ameisen-, Essig-, Öl-Palmitinsäure (98)), ferner SO_2 , CO_2 , Salze, organische Basen und NH_3 (72).

061

Elektrisches Feld bei der Entparaffinierung.

Nur kurz sei auf die Patente der Union Oil hingewiesen, die die Entparaffinierung unter Verdünnung mit Propan und Verwendung eines elektrischen Feldes beschreiben (45, 53, 58, 71a, 86, 95, 109). In einem Patent (41) ist die Anwendung eines elektrischen Feldes beim Entparaffinieren generell beansprucht; die Mitverwendung von Verdünnungsmitteln, wie Propan, ist darin zwar beschrieben, jedoch ist das Arbeiten ohne Verdünnungsmittel als vorteilhaft bezeichnet.

Bei der Abtrennung von Paraffin aus Öl-Propan-Lösungen unter Mitverwendung eines elektrischen Feldes können Elektroden verwendet werden, die als Drehtrommel (47, 87), als metallisiertes Gewebeband (99), als drehbare Scheibenelektroden mit Kratzern (46) oder als plattenförmige Elektroden (50) ausgebildet sind; sie können dem Ölstrom entgegen bewegt werden (102).

Wie bereits im vorangehenden Abschnitt "Entparaffinierung mit Zusatzstoffen" angegeben, können auch bei Anwendung eines elektrischen Feldes Zusatzstoffe mitverwendet werden (35, 72, 74, 98, 100, 106).

Kühlung bei der Entparaffinierung.

Die Abtrennung von Paraffin aus Öl-Propan-Lösungen, die durch Verdampfen von Propan gekühlt worden sind, ist in breiter Form geschützt (111). Diese Maßnahme ist übrigens häufig beschrieben (z.B. 118). Eine ganze Reihe von Patenten betrifft die Durchführung der Kühlung. So wird empfohlen, zunächst schnell (bis 33° herunter), dann langsam (33° bis 1,6°), dann wieder schnell (1,6° bis Entparaffinierungstemperatur) abzukühlen (220). Man kann das Öl in flüssigem Propan lösen oder gasförmiges Propan im Öl absorbieren, bis beispielsweise 2,5 Vol. auf 1 Vol. Öl kommen (119). Das Lösen des Öls kann auch unter Erwärmen in wenig Propan erfolgen, worauf man kühlt, eine grössere Menge Propan und Butan zugebt und durch Verdampfenlassen von Propan das Paraffin in leicht abscheidbarer Form ausfällt (112). Die Verdampfung des flüssigen Propan kann beschleunigt werden, wenn man das Propan im Dampfraum mittels

00

Kühlschlange kühlt (124).

Fortschreitende Abkühlung kann durch stufenweise Druckverminderung in einer Reihe getrennter Kammern erfolgen, wobei das Paraffin in der letzten Kammer abgetrennt wird (204). Stufenweise allmähliche Abkühlung unter Vermeidung von Stosskühlung soll sich auch vorteilhaft beim Durchfliessen einer verhältnismässig dünnen Leitung unter Zuführung von flüssigem Propan von abnehmender Temperatur an aufeinanderfolgenden Stellen (25) oder beim Durchströmen einer Mehrzahl von Kammern durchführen lassen, die durch parallele Rohre verschiedenen Durchmessers miteinander verbunden sind (169). Eine Mehrzahl von Kühltürmen, in denen am Boden der Druck jeweils so gross ist, wie oben im vorgehenden Turm, ist mehrfach empfohlen (157, 162), ebenso sollen reihenweise miteinander verbundene Kühlkammern, in denen jeder die Temperatur unten etwa 2° höher ist als oben beim Austritt der Lösung, vorteilhaft sein (65). Genaue Kontrolle der Verminderung des hydrostatischen Drucks eignet sich zur Erzielung eines gleichmässigen Temperaturabfalls (66). Beim stufenweisen Abkühlen in mehreren Kammern kann der Dampfraum der 1. Stufe mit der 2. Kammer in Verbindung stehen, in der die Dämpfe aus der 1. Stufe kondensiert werden (136, 132). Die Abkühlung durch Verdampfen von Propan kann auch in einer Stufe unter hohem, in einer Stufe unter niederem Druck erfolgen; das Filter wird dabei abwechselnd hohem und niederem Druck ausgesetzt (83).

Ferner ist es beschrieben, das zu entparaffinierende Öl durch eine lange Kühlzone zu führen, in der man an verschiedenen Stellen Propandampf entnimmt und so Kühlung bewirkt (114). Die Öl-Propan-Lösung kann in einem Wärmeaustauscher vorgekühlt werden, bevor sie durch Verdampfung von Propan auf die Paraffinabscheidungstemperatur gebracht wird (3). Beim Kühlen durch Entspannen und Verdampfen von Propan kann die Propanmenge durch Zugabe von Propan an anderer Stelle konstant gehalten werden (36, 149). Zirkulation der Lösung sorgt für Gleichmässigkeit der Temperatur (36, 37); die Zirkulation kann durch Einblasen von Gas bewirkt werden (78). Aus einer Propanlösung kann durch Einleiten von inertem Gas (N_2 , H_2 , Luft, Rauchgas, CH_4) von gleicher Temperatur und gleichem oder höherem Druck soviel Propan verdampft werden, dass aus der durch das Verdampfen weiter gekühlten Lösung das Paraffin völlig kristallisiert (150). Bei einem anderen Verfah-

ren wird verflüssigtes Gas mit viel höherem Dampfdruck als Propan (CO_2) in die kaskadenförmig unter 7 - 14 atm. Druck abwärtsfließende Öl-Propan-Lösung in Abständen eingeführt; das Gas verdampft und führt auch zur Verdampfung von Propan; das Paraffin wird in leicht abtrennbarer Form abgeschieden (174).

Anstatt durch eine enge Öffnung zu entspannen, kann man zu entparaffinierende Gemische durch lange enge Rohre mit zunehmendem Querschnitt leiten, wobei die allmähliche Entspannung allmähliche Kühlung bewirkt (137).

Gut filtrierbare Paraffinkristalle soll man erhalten (125), wenn man durch die fühlbare Wärme des Verdünnungsmittels (Propan) um $0,5 - 1,5^\circ\text{C}$ (nach dem brit. Patent $1/2 - 8^\circ\text{F}$) pro Minute kühlt, dann durch Verdampfung des Verdünnungsmittels weiter kühlt.

Die Kühlung kann auch durch Verdünnen mit Propan und Behandlung mit einer kalten, nicht mit der Öl-Propan-Lösung mischbaren Flüssigkeit (Salzlösung, Alkohol, Glykol) und Entspannung und Verdampfung von Propan/erfolgen (122).

Leicht filtrierbares Paraffin soll erhalten werden, wenn man das Paraffin in Abwesenheit oder Anwesenheit von nur geringen Mengen Lösungsmittel durch Kühlen ausfällt und das Öl mit kaltem Lösungsmittel (Propan) aus dem festen Paraffin, das dann seine Struktur beibehält, herauslöst (107, 108).

Aus paraffinfreiem Schmieröl kann man durch tieferes Kühlen als zur Entparaffinierung erforderlich eine paraffinische Fraktion zum Kristallisieren bringen; durch ihre Abtrennung erfolgt eine weitere Zerlegung in entsprechender Weise wie sie sonst beim Entparaffinieren herbeigeführt wird (127).

Schliesslich sei auf einen Schwitzprozess hingewiesen, bei dem Propan nur in Wärmeaustausch mit dem zu entparaffinierenden Material tritt (140).

nach der Abtrennung des Paraffins, im Wärmeaustausch mit der abgetrennten Kühlflüssigkeit

Abtrennung des Paraffins vom Öl, insbesondere durch Filtration.

Es wird empfohlen, in den Filterkuchen Propan bei steigendem Druck (0,7 bis 1,4 atm steigend auf 3,5 bis 7 atm) einzuführen, sodass das Öl sowohl ausgeblasen als ausgewaschen wird (67); nach dem Entfernen des Filterkuchens noch am Filter haftende Teile können durch frische zu entparaffinierende Flüssigkeit abgespült werden (63). Man kann Öl-Paraffin-Propan-Gemisch kontinuierlich durch Filter filtrieren, die in geschlossener Kammer rotieren; verdampfendes Aethan ruft Kühlung und Filtrierdruck hervor; das Paraffin wird mit Butan gewaschen und nach dem Trocknen mechanisch vom Filter entfernt (126). Auch umlaufende, in die Flüssigkeit eintauchende Filter können verwendet werden, wobei Propan als Druckgas, kondensiertes Propan als Waschflüssigkeit dient (141, 165, 73). Man kann kondensierbares Gas als solches in das Filter leiten, um den Filtrierdruck aufrecht zu halten und es mit dem Filtrat entfernen (143); vorteilhaft verwendet man Propan-Aethan-Gemisch.

Schwer filtrierbare Öl-Paraffin-Propan-Mischungen sollen sich besser filtrieren lassen, wenn das Filter eine Schicht zuvor abfiltriertes, leicht filtrierbares Paraffin trägt (82).

Man kann in einer Absetzkammer sich drei Schichten ausbilden lassen, von denen die obere paraffinfreies Öl, die untere leicht absitzendes Paraffin ist; die mittlere, aus Öl und schwer absitzendem Paraffin bestehende Schicht wird erhitzt und mit frischem zu entparaffinierendem Öl vermischt (42).

Die Abtrennung des Paraffins lässt sich auf Grund des Unterschieds der spez. Gewichte bewirken, wenn man Lösungsmittel verwendet, die nach dem Vermischen mit dem Öl leichter (Propan) oder schwerer sind als das Paraffin (194). Genügende Mengen Propan sind Voraussetzung für gute Filtrierbarkeit (57). Durch plötzliches Entspannen des im Paraffinfilterkuchen enthaltenen Propans wird der Filterkuchen porös, leicht zerreibbar und ablösbar (59). Man kann auf die Flüssigkeit einen grösseren Filtrierdruck ausüben als auf die festen Paraffintteile (190a).

Die Erzeugung von Propan von hohem Druck zur Erzeugung

des Filtrierdrucks und für die Verwendung als Rückblasegas zur Entfernung des Filterkuchens soll vorteilhaft geschehen, wenn verhältnismässig kaltes Propan von niederem Druck, das dem Filtrat entnommen ist, mit wärmerem Propan von hohem Druck (das z.B. aus dem Propanvorratsbehälter stammt) in einem "Thermokompressor" komprimiert wird (80).

Anwendung von Homologen des Propans u.a. normalerweise gasförmigen Kohlenwasserstoffen.

Während in den meisten Patenten allgemein von verflüssigten normalerweise gasförmigen Kohlenwasserstoffen gesprochen wird und Propan in den Vordergrund gestellt ist, daneben seine Homologen und gelegentlich auch Olefine erwähnt werden, werden in einzelnen Fällen spezielle Homologe oder Gemische von Homologen mit Propan empfohlen. So soll Butan für die Entparaffinierung (115) oder die stufenweise Entasphaltierung (bei 200°F) und Zerlegung von Ölen (bei 250°F) (188) oder die Entölung von Asphalt (207) verwendet werden. Andererseits werden auch Gemische von Propan mit etwa 40 % Aethan für die Entasphaltierung (60) oder Propan-Aethan-Gemische mit 15-85 % Aethangehalt für die Zerlegung von asphaltfreiem Öl (178) empfohlen. Vgl. auch Abschnitt "Propanbehandlung in Stufen" 12 und 15 und Abschnitt "Propanbehandlung in Kombination mit speziellen anderen Behandlungen" 97.

Beim Extrahieren mit selektiven Lösungsmitteln verringern Propan und seine Homologen deren Lösungsvermögen; statt dessen kann man auch sog. "Aktivierungsmittel" zusetzen, die das Lösungsvermögen der selektiven Lösungsmittel erhöhen; als Aktivierungsmittel soll Cyclopropylen verwendet werden (56); in der Beschreibung sind noch andere entsprechend wirkende Stoffe erwähnt, z.B. Aethylen, Propylen, Butylen, Isobutylen.

066

Wiedergewinnung und Reinigung von Propan.

Für die Wiedergewinnung von Propan aus Lösungen von entasphaltiertem Öl in Propan ist vorgeschlagen worden, eine grössere Menge der Lösung zu erhitzen und in eine Zone einzuführen, in der plötzliche Verdampfung erfolgt; eine kleinere Menge der Lösung wird oben in diese Zone eingeführt und dient als Rückfluss (170). Auch indem man die Öllösung auf die kritische Temperatur und den kritischen Druck des Propan bringt und Propan und Öl trennt, kann man das Propan wiedergewinnen (186).

Aus mit Propan aus Schmieröl ausgefälltem Asphalt oder Paraffin kann man das Propan abtrennen, wenn man diese Stoffe mit heissen Ölen mischt (93); auch kann man den propanhaltigen Asphalt in solcher Menge zu propanfreiem, 230-260°C heissen Asphalt zugeben, dass die Temperatur des Gemisches 200°C beträgt; das Gemisch wird in eine Trennzone von 1 - 14 atm. Druck gebracht, in der das restliche Propan mit Wasserdampf entfernt wird (168). Schwierigkeiten beim Entparaffinieren kann man vermeiden durch Anwendung von Propan, das vorteilhaft in flüssiger Form, mit Entwässerungsmitteln (H_2SO_4 , $CaCl_2$, Na_2CO_3 , $NaCl$, $CaO + NaOH$) oder durch Destillation vom Wasser befreit worden ist (43).

Propanbehandlung spezieller Stoffe.

Während für die überwiegende Zahl der Verfahren zur Propanbehandlung mineralische Öle (Destillationsrückstände oder -fraktionen), die der Schmierölgewinnung dienen, als Ausgangsstoffe verwendet werden, bezieht sich eine Anzahl der Patente auf die Behandlung spezieller Stoffe. So kann rohes Paraffin durch Lösen in 3 - 15 Vol. Propan, Entfernen der Verunreinigungen und Fällen durch stufenweises Abkühlen gereinigt werden (181). Petrolatum lässt sich mit Propan in der Wärme in Schichten zerlegen (199). Der Ölgehalt von Petrolatum oder slop wax soll mittels Propan auf 25 % oder weniger erniedrigt werden, bevor das Paraffin oxydiert wird (198).

Ein durch Abkühlen ausgefälltes Asphalt-Paraffin-Gemisch kann zerlegt werden durch Behandlung mit einem den Asphalt, aber nicht das Paraffin lösenden Mittel und einem Mittel, in dem der Asphalt unlöslich, das Paraffin löslich ist (Propan) (19). Verhältnismässig schwach gefärbten Asphalt erhält man, wenn eine (z.B. mit Butan) von Hartasphalt befreite Asphaltfraktion in Propanlösung bei erhöhter Temperatur mit Schwefelsäure behandelt wird (206). Aus oxydiertem Öl wird mittels Propan der Asphalt abgetrennt; von den durch Zerlegung des Öls mit selektiven Lösungsmitteln erhaltenen Fraktionen wird die mit der geringsten Viskositätsdichte-Konstante dem Asphalt wieder zugemischt (Asphalt von gewünschten Eigenschaften) (39). Bei der Oxydation von Öl zwecks Asphaltherstellung kann eine bestimmte Menge einer wärmeabsorbierenden, unter der Oxydationstemperatur siedende Flüssigkeit (z.B. Propan) zugegeben werden, deren Verdampfung die Oxydationstemperatur regelt (27). Oxydiertes Mineralöl kann mit Propan entparaffiniert werden (103). Erdölkrackrückstände kann man mit Propan zerlegen und die gelösten Anteile der Krackung wieder zuführen (156). Geschwefeltes Mineralöl kann mit selektiven Lösungsmitteln für die Schwefelverbindungen oder mit Propan bei dessen kritischer Temperatur extrahiert werden; das Raffinat hat verbesserten Viskositätsindex und ist bei hohen Lagerdrücken verwendbar (172). Bei der Extraktion von Schmieröl mit selektiven Lösungsmitteln in Lösung gegangene geringe Mengen paraffinischer Anteile können gewonnen werden, indem man den Extrakt bei erhöhter Temperatur mit Schwefel behandelt und den Asphalt, z.B. mit Propan, ausfällt (209). Aus rohen Stockpunktserniedrigern (179), die auch als Hilfsmittel bei der Entparaffinierung dienen können (195) und die durch Kondensation von Naphthalin mit chloriertem Paraffin in Gegenwart von Aluminiumchlorid erhalten werden, extrahiert Propan die unwirksamen Bestandteile; chloriertes Paraffin, das für die Herstellung solcher Stockpunktserniedriger dienen soll, kann mit selektiven Lösungsmitteln oder mit Propan in verschieden hoch chlorierte Produkte zerlegt werden (159). Aus durch Voltolisierung polymerisierten flüssigen Wachsestern (z.B. Spermöl) können mit Propan besonders hochmolekulare Stoffe abgeschieden werden (202). Schliesslich kann Propan auch zur Wiedergewinnung von gebrauchtem Schmieröl dienen, wobei das im Propan Gelöste mit Schwefelsäure und gegebe-

nenfalls mit Ton behandelt werden kann (135), sowie zur Wiedergewinnung öllöslicher viskoser Harze (hydrierter oder polymerisierter Kautschuk) aus gebrauchtem Schmieröl durch Fällen mit Propan (164). Aus Asphalt-Paraffin-Gemischen kann man mit Propan das Paraffin herauslösen (54).

Verschiedenes.

Im übrigen enthalten die Patente noch verschiedene auf die Propanbehandlung bezügliche Einzelheiten. So sind Kolonnenapparaturen für die Gegenstromextraktion mit Propan (217, 182) sowie Entparaffinierungsapparaturen beschrieben, bei denen jeder Teil mit einer Propansauggasleitung in Verbindung steht, die Gasdichtigkeit und gewünschte Temperatur gewährleisten und Verluste verhindern soll (153, 121).

Man kann das Propan auch heiss in zu entparaffinierendem Öl lösen bis Schichtenbildung eintritt (etwa 70-90°C). Nach der Abkühlung wird aus der leichteren Schicht Paraffin abfiltriert; die schwerere Schicht besteht aus schwer filtrierbarem Paraffin (144). Im Rahmen eines Verfahrens zur Gewinnung von Paraffin aus Petrolatum ist es beschrieben, Phasentrennung unter Beibehaltung der gleichen Temperatur durch Druckerniedrigung zu bewirken (199).

Bei der Überführung von Asphalt-Propan-Gemischen aus einer Hochdruckzone in eine Niederdruckzone mit Hilfe eines Druckminderungsventils kann das Festwerden verhindert werden, indem man ein Flußmittel (Gasöl, Benzol, Halogenkohlenwasserstoffe) einspritzt (151).

Schliesslich ist aus den Patenten noch zu entnehmen, daß bei 38-46°C entasphaltierter ungekrackter Rohöldestillationsrückstand durch Zusatz von 0,25 - 2% Gasölkrackteer hinsichtlich seiner Schmieröleigenschaften verbessert werden kann (166) und dass man die Eigenschaften von Strassenöl durch Zugabe eines Propanextraktionsrückstandes aus Krackteer verbessern kann (128).

Engel

003

Anhang.

Verzeichnis der Patente.

Union Oil Company.

- 1) AP. 1 948 296 7. 7.30/20. 2.34
- 2) AP. 2 218 514 7. 7.30/22. 10.40
- 3) AP. 2 218 515 7. 7.30/22. 10.40
- 4) AP. 2 218 516 6. 10.30/22. 10.40
- 5) AP. 2 031 204 6. 10.30/18. 2.36
- 6) AP. 1 948 163 18. 5.31/20. 2.34
- 7) 8) AP. 1 988 711/2 4. 8.31/22. 1.35
 - = F.P. 740 803
 - = E.P. 408 947/8 = Rumän.P. 20 984
 - = Can.P. 344 453 = Mexik.P. 33 371.
- 9) AP. 2 006 092 4. 8.31/25. 6.35
 - = E.P. 410 103.
- 10) AP. 2 218 517 27. 11.31/22. 10.40
- 11) AP. 1 948 164 23. 2.32/20. 2.34
- 12) AP. 1 988 713 23. 2.32/22. 1.35
- 13) AP. 2 006 093 23. 2.32/25. 2.35
- 14) AP. 2 081 731 7. 3.32/25. 5.37
- 15) AP. 1 968 392 19. 3.32/31. 7.34
- 16) AP. 1 948 346 9. 5.32/20. 2.34
- 17) AP. 2 031 234 9. 5.32/18. 2.36
- 18) AP. 2 049 046 9. 5.32/28. 7.36
- 19) AP. 2 081 310 16. 5.32/25. 5.37
- 20) AP. 2 031 095 17. 5.32/18. 2.36
- 21) AP. 1 988 714 29. 7.32/22. 1.35
 - abgezw. v. Ser. 625 565 v. 7.7.30
- 22) AP. 1 949 989 29. 7.32/ 6. 3.34
 - abgezw. v. Ser. 625 564 v. 7.7.30
- 23) AP. 1 948 042 10. 10.32/20. 2.34
- 24) AP. 1 988 793 22. 10.32/22. 1.35
- 25) AP. 2 031 117 24. 10.32/18. 2.36
- 26) AP. 2 026 729 28. 11.32/ 7.1. 36
- 27) AP. 1 988 766 9. 1.33/22. 1.35

070

- 28) AP. 1 944 491 10. 1.33/23. 1.34
abgezw.a.Ser. 650 994 v.7.7.30
- 29) AP. 2 010 007 6. 3.33/ 6. 8.35
- 30) AP. 2 010 008 6. 3.33/ 6. 8.35
- 31) AP. 2 091 624 24. 4.33/31. 8.37
- 32) AP. 2 041 275 23. 5.33/19. 5.36
- 33) AP. 2 041 277 23. 5.33/19. 5.36
erneuert 26. 3.35
- 34) AP. 2 041 278 13. 6.33/19. 5.36
- 35) AP. 2 039 636 24. 7.33/ 5. 5.36
= F.P. 775 640 = Can.P. 351 088 = Rum.P.22 955
- 36) AP. 1 988 767 25. 7.33/22. 1.35
- 37) AP. 1 988 768 25. 7.33/22. 1.35
- 38) AP. 2 041 276 1. 8.33/19. 5.36
- 39) AP. 1 988 715 7. 8.33/22. 1.35
- 40) AP. 2 002 004 7. 8.33/21. 5.35
- 41) AP. 2 086 666 21. 8.33/13. 7.37
- 42) AP. 1 989 355 21. 8.33/29. 1. 35
- 43) AP. 1 988 740 21. 8.33/22. 1.35
- 44) AP. 2 043 389 26. 8.33/ 9. 6.36
- 45) AP. 2 042 758 18. 9.33/ 2. 6.36
- 46) AP. 2 042 775 18. 9.33/ 2. 6.36
- 47) AP. 2 031 210 19. 9.33/18. 2.36
- 48) AP. 2 006 095 2.10.33/25. 6.35
- 49) AP. 2 006 096 3.10.33/25. 6.35
- 50) AP. 2 031 214 9.10.33/18. 2.36
- 51) AP. 2 031 096 14.10.33/18. 2.36
- 52) AP. 2 081 732 6.11.33/25. 5.37
- 53) AP. 2 067 162 5.12.33/ 5. 1.37
- 54) AP. 2 081 733 8.12.33/25. 5.37
- 55) AP. 2 048 244 18.12.33/21. 7.36
- 56) AP. 2 167 970 18.12.33/ 1. 8.39
- 57) AP. 1 988 706 19.12.33/22. 1.35
- 58) AP. 2 054 273 26.12.33/15. 9.36
- 59) AP. 2 081 473 5. 2.34/25. 5.37
abgezw.a.Ser. 555 017 v. 4.8.31

071

- 60) AP. 2 040 239 13. 2.34/12. 5.36
61) AP. 2 106 234 19. 2.34/25. 1.38
62) AP. 2 045 567 27. 2.34/30. 6.36
63) AP. 2 081 300 2. 4.34/25. 5.37
64) AP. 2 100 429 10. 4.34/30.11.37.
65) AP. 2 031 118 22. 5.34/18. 2.36
66) AP. 2 060 517 22. 5.34/10.11.36
67) AP. 2 031 107 28. 5.34/18. 2.36
68) AP. 2 006 094 12. 6.34/25. 6.35
abgezw. aus Ser. 555 018 v.4.8.31
69) AP. 2 006 097 12. 6.34/25. 6.35
abgezw. a.Ser. 555 018 v.4.8.31.
70) AP. 2 191 091 12. 6.34/20. 2.40
abgezw.a.Ser. 555 018 v. 4.8.31.
71) AP. 2 119 733 2. 7.34/ 7. 6.38
71a) EP. 442.429 2. 7.34/ 3. 2.36
U.S.Priorität v.17.7.33.
72) FP. 775 640 4. 7.34/ 5. 1.35
US. Priorität v.17. u.24.7.33
73) AP. 2 081 296 27. 8.34/25. 5.37
74) AP. 2 107 772 22. 9.34/ 8. 2.38
75) AP. 2 218 518 25. 9.34/22.10.40
76) AP. 2 218 519 25. 9.34/22.10.40
77) AP. 2 029 290 18.12.34/ 4. 2.36
abgezw.a. AP. 1 988 715
78) AP. 2 081 287 21.12.34/25. 5.37
abgezw.a. AP. 1 988 768
79) AP. 2 006 098 26. 1.35/25. 6.35
80) AP. 2 119 749 2. 2.35/ 7. 6.38
81) AP. 2 101 308 4. 3.35/ 7.12.37
abgezw.a.Ser. 594 605 v.23.2.32
82) AP. 2 098 545 25. 3.35/ 9.11.37
83) AP. 2 133 618 25. 3.35/18.10.38
84) AP. 2 031 108 6. 5.35/18. 2.36
85) AP. 2 218 520 24. 5.35/22.10.40

082

- 86) AP. 2 109 131 25. 5.35/22. 2.38
87) AP. 2 109 130 25. 5.35/22. 2.38
88) AP. 2 158 671 28. 6.35/16. 5.39
89) AP. 2 081 519 6. 8.35/25. 5.37
90) AP. 2 081 297 12. 8.35/25. 5.37
91) AP. 2 186 909 3. 9.35/ 9. 1.40
92) AP. 2 119 759 29.10.35/ 7. 6.38
93) AP. 2 081 734 14.12.35/25. 5.37
abgezw. aus AP. 2 041 276.
94) AP. 2 099 190 24. 2.36/16.11.37
95) AP. 2 174 938 25. 2.36/ 3.10.39
abgezw. a.AP. 2 053 552.
96) AP. 2 137 975 31. 3.36/22.11.38
97) AP. 2 194 968 31. 3.36/26. 3.40
98) AP. 2 151 318 20. 4.36/21. 3.39
abgezw. a.AP. 2 039 636.
99) AP. 2 109 125 29. 5.36/22. 2.38
100) AP. 2 107 770 6. 7.36/ 8. 2.38
abgezw. a.Ser. 745 167 v.22.9.34.
101) AP. 2 119 940 6. 7.36/ 7. 6.38
102) AP. 2 109 350 3. 8.36/22. 2.38
103) AP. 2 158 672 15.12.36/16. 5.39
104) AP. 2 205 096 19. 3.37/18. 6.40
105) AP. 2 119 938 10. 4.37/ 7. 6.38
106) AP. 2 107 771 17. 4.37/ 8. 2.38
107) AP. 2 229 659 18.10.37/28. 1.41
108) AP. 2 229 658 18.10.37/28. 1.41
109) EP. 513 631 1. 3.38/18.10.39
110) AP. 2 194 969 22. 4.38/26. 3.40
abgezw. a.Ser. 203 542 v.31.3.36.

Standard Oil of Indiana.

- 11) AP. 2 218 511 7. 8.30/22.10.40
= EP. 390 222
= Mexik.P. 32-562.

073

- 112) AP. 2 077 712 31. 8.31/20. 4.37
- 113) AP. 2 077 656 31. 8.31/20. 4.37
- 114) AP. 2 026 651 31. 8.31/ 7. 1.36
- 115) AP. 1 943 236 31. 8.31/ 9. 1.34
= FP. 739 264
- 116) AP. 1 938 545 16. 9.31/ 5.12.33
- 117) AP. 1 862 874 26.10.31/14. 6.32
= FP. 739 264
- 118) AP. 1 956 780 11.12.31/ 1. 5.34
- 119) AP. 1 976 535 7. 3.32/ 9.10.34
- 120) AP. 2 215 362 10. 3.32/17. 9.40
- 121) AP. 2 038 624 18. 3.32/28. 4.36
- 122) AP. 2 005 988 19. 3.32/25. 6.35
- 123) AP. 1 951 780 12. 5.32/20. 3.34
- 124) AP. 2 026 336 20. 6.32/31.12.35
- 125) FP. 739 264 29. 6.32/ 9. 1.33
= EP. 409 110 Zus.zu 390 222
US.Prior. 31.8.31/26.10.31/18.3.32
- 126) AP. 2 005 984 30. 6.32/25. 6.35
- 127) AP. 1 980 649 30. 6.32/13.11.34
- 128) AP. 2 096 949 5. 7.32/26.10.37
- 129) AP. 1 998 648 9. 7.32/23. 4.35
- 130) EP. 413 307 11.11.32/11. 7.34
= FP. 43 393 Zus.zu 748 925
- 131) AP. 2 017 432 21.11.32/15.10.35
= EP. 432 478 = FP. 44 220 Zus.zu 748 925
- 131a) FP. 748 925 22.11.32/13. 7.33
US.Prior. 23.11.31, 18.4., 6.5., 7.6.32
= EP. 410 175
- 132) AP. 1 977 054 27.12.32/16.10.34
= Can.Pat. 357 209.
- 133) AP. 2 034 175 29.12.32/17. 3.36
- 134) AP. 2 059 837 29.12.32/ 3.11.36
- 135) AP. 2 070 626 29.12.32/16. 2.37
- 136) AP. 1 977 055 23. 1.33/16.10.34
- 137) AP. 2 006 011 24. 4.33/25. 6.35

074

138) AP. 1 998 747 29. 9.33/23. 4.35

= Can.P. 353 993

139) EP. 426 221 8.11.33/29. 3.35

= FP. 44 219 Zus.zu 748 925

140) AP. 2 045 425 13. 1.34/23. 6.36

141) AP. 2 081 397 1. 3.34/25. 5.37

= Can.P. 356 955

142) AP. 2.138 833 2. 4.34/ 6.12.38

143) AP. 2 097 728 30. 4.34/ 2.11.37

144) AP. 2 069 170 9. 5.34/26. 1.37

145) AP. 2 053 872 24. 5.34/ 8. 9.36

146) AP. 2 086 487 29. 5.34/ 6. 7.37

147) AP. 2 146 147 28. 6.34/ 7.2.39

148) AP. 2 079 911 28. 6.34/11. 5.37

149) AP. 2 083 700 30. 6.34/15. 6.37

150) AP. 2 127 708 30. 6.34/23. 8.38

151) AP. 2 110 905 20. 8.34/15. 3.38

152) AP. 2 145 852 23. 8.34/ 7. 2.39

153) AP. 2 122 019 1.12.34/29. 6.39

154) AP. 2 079 885 14.12.34/11. 5.37

155) AP. 2 079 886 29.12.34/11. 5.37

156) AP. 2 166 933 11. 2.35/25. 7.39

157) AP. 2 076 141 8. 3.35/ 6. 4.37

158) AP. 2 138 834 26. 3.35/ 6.12.38

abgezw. a.Ser. 605 814 v. 18.4.32

159) AP. 2 030 307 10. 4.35/11. 2.36

= Can.Pat. 364 058

160) Can.P. 360 397 15. 4.35

US. Prior 29.4.34.

161) AP. 2 066 686 22. 7.35/ 5. 1.37

162) AP. 2 076 161 22. 7.35/ 6. 4.37

163) AP. 2 143 882 15. 8.35/17. 1.39

164) AP. 2 073 506 9. 9.35/ 9. 3.37

165) AP. 2 081 398 14. 3.36/25. 5.37

166) AP. 2 141 257 28. 5.36/27.12.38

075

- 167) AP. 2 177 734 23.12.36/31.10.39
- 168) AP. 2 116 772 23.12.36/10. 5.38
- 169) AP. 2 167 340 30.12.36/25. 7.39
- 170) AP. 2 192 253 31.12.36/ 5. 3.40
- 171) AP. 2 143 872 31.12.36/17. 1.39
- 172) AP. 2 142 916 10. 4.37/ 3. 1.39
- 173) AP. 2 171 646 3. 3.38/ 5. 9.39
- 174) AP. 2 202 542 18. 3.38/28. 5.40
- 175) AP. 2 205 613 29. 4.38/25. 6.40
- 176) AP. 2 217 727 9. 6.38/15.10.40

Standard Oil Development

- 177) AP. 2 081 174 11.11.31/25. 5.37
- 178) AP. 2 119 871 21.12.31/13. 8.37
erneuert 7. 6.38

- 179) AP. 2 045 806 29.12.31/30. 6.36
= EP. 402 253
= FP. 747 558.

- 180) AP. 2 008 674 16. 2.32/23. 7.35
- 181) AP. 2 103 504 26. 2.32/28.12.37
- 182) AP. 2 153 507 26. 2.32/ 4. 4.39
- 183) AP. 1 978 361 3. 5.32/23.10.34
- 184) AP. 2 148 716 23. 5.32/28. 2.39
- 185) AP. 2 045 742 29. 7.32/30. 6.36
- 186) AP. 2 115 003 30. 7.32/26. 4.38
- 187) AP. 2 049 059 1. 9.32/28. 7.36
- 188) AP. 2 115 846 17. 3.33/ 3. 5.38
- 189) AP. 2 110 845 10. 6.33/ 8. 3.38

abgezw.a.Ser. 612 908 v. 23.5.32

- = FP. 770 903
- = EP. 434 672 +
- EP.434 714.

- 190) AP. 2 025 965 3. 8.33/31.12.35
abgezw.a.Ser. 582 501 v.21.12.31

- 190a) EP. 418 939 30.11.33/ 2.11.34
US.Prior. 3.5.33
= EP. 775 938
= Ital.P. 321 167

016

- 191) AP. 2 146 650 11. 1.34/ 7. 2.39
 192) AP. 2 116 188 13. 3.34/ 3. 5.38
 193) AP. 2 106 969 28. 4.34/ 1. 2.38
 = FP. 780 999
 = EP. 431 306
 = Holl.Anm. 71 529
- 194) AP. 2 055 627 4. 6.34/29. 9.36
 195) AP. 2 135 044 14. 7.34/ 1.11.38
 196) AP. 2 062 374 18. 8.34/ 1.12.36
 = FP. 787 756
- 197) AP. 2 202 389 7. 9.34/28. 5.40
 = FP. 791 605
 = EP. 449 707.
- 198) EP. 434 311 12.10.34/29. 8.35
 US.Prior.v.10.11.33
 = FP. 779 895
- 198a) FP. 787 183 13. 3.35/18. 9.35
 U.S.Prior.v. 11.5.34
- 199) AP. 2 160 930 23. 3.35/ 6. 6.39
 200) EP. 465 288 29.11.35/ 5. 5.37
 US. Prior. 5.4.35.
 = FP. 800 144
 = Can.P. 369 520.
- 201) AP. 2 178 769 11. 1.36/ 7.11.39
 = EP. 485 105
 = FP. 813 729
- 202) AP. 2 170 665 31. 1.36/22. 8.39
 = FP. 815 962
 = EP. 488 026
- 203) AP. 2 141 230 27. 2.36/27.12.38
 = FP. 815 363
 = EP. 486 932
- 204) AP. 2 189 885 13. 5.36/13. 2.40
 abgezw. a.Ser. 563 557 v.18.9.31.
- 205) AP. 2 148 710 21.11.36/28. 2.39
 206) St. 55 577 5.12.36.
 US. Prior. 31.12.35
 Entspr.Auslandsrechte noch nicht bekannt.

- 207) EP. 815 738 30.12.36/21. 7.37
US. Prior. 31.3.36
- 208) EP. 491 962 9. 2.37/ 9. 9.38
Zus. zu 477 663
US. Prior. 24.12.36
- 209) AP. 2 163 245 15. 6.37/20. 6.39
= EP. 835 149.
- 210) AP. 2 235 124 30.12.37/18. 3.41
- 211) AP. 2 196 374 9. 2.38/ 9. 4.40
- 212) FP. 837 204 27. 4.38/ 6. 2.39
US. Prior. 16.9.37
= EP. 503 575
- 213) AP. 2 209 168 18. 5.38/23. 7.40
- 214) FP. 852 220 7.10.38/26. 1.40
- 215) FP. 845 198 26.10.38/14. 8.39
US. Prior. 3.12.37 u. 12.2.38
= EP. 509 550.
- 216) AP. 2 216 932 27. 2.39/ 8.10.40
= EP. 852 454
- 217) FP. 853 718 2. 5.39/27. 3.40
US. Prior. 29.7.38
- 218) FP. 854 958 19. 5.39/29. 4.40
US. Prior. 19.10.38
- 219) FP. 855 556 1. 6.39/15. 5.40
US. Prior. 22.10.38
- 220) FP. 861 744 18.11.39/15. 2.41
US. Prior. 19.10.38

Standard Oil Comp. (ohne nähere Angabe).

- 221) FP. 862 161 8.12.39/28. 2.41

8

Auszug aus "der Gebrauch von Zusatzstoffen in Automobil-
schmiermitteln."

Miller, Winzing, Kone, Refiner 20 (1941) No. 2, 15.

Die Entwicklung der Motorschmieröle geht entsprechend den Erwartungen dahin, daß zu hochraffinierten Mineralölen kleine Mengen chemischer Stoffe zugesetzt werden, die dem Öl die Eigenschaften verleihen, die von guten Schmierölen verlangt werden. Die heutige Raffination entfernt unerwünschte Komponenten durch Destillation, Säurebehandlung, Lösungsmittelextraktion und Bleicherdefiltration. Das Ausmaß der Behandlung hängt beträchtlich von der Natur des Rohöls ab, von dem Viskositätsgrad und von den Qualitäten, die von dem endgültigen Schmieröl verlangt werden. Es gibt Grenzen der durch die Raffination erreichbaren Qualität. Keine Raffination kann einem Öl Eigenschaften erteilen die nicht im Rohöl vorhanden sind. Durch die Raffination ist es aber auch möglich, daß wichtige Stoffe aus dem Schmieröl entfernt werden. Es ist daher von Bedeutung, daß zum Ausgleich sowohl für die nicht vorhandenen Eigenschaften des Schmieröles wie auch für die durch die Raffination entfernten wichtigen Stoffe, Zusätze in Form von chemischen Stoffen gemacht werden können. Ein solcher Zusatz ersetzt oft billig einen Stoff, der sich bei der Raffination nur kostspielig im Öl erhalten läßt.

Durch diese Faktoren ist der Gebrauch von Zusatzstoffen begünstigt worden. Seitdem die Automotorenhersteller die spezifische gewinnbare Kraft der Motoren vergrößert haben, sind die Ansprüche an Schmiermittel höher geworden. Mit dem Wachsen der gewinnbaren Kraft pro Volumeinheit der Kolbenverschiebung wurden auch die Arbeitsbedingungen schärfer und ~~mit~~ ebenso stiegen die Temperaturen von Kolben und Ventilen und die Drucke auf Ringe und Lager. Infolgedessen ist das Schmiermittel von heute nicht nur größeren Zersetzungseinflüssen ausgesetzt, sondern muß auch größere Lasten tragen. In manchen Maschinen muß das Schmieröl außerdem die Oberfläche heißer Kolben kühlen, was früher die Aufgabe des Kühlwassers war. Oft ist so der Gebrauch gewöhnlicher Schmieröle ganz unmöglich geworden, aber der Zusatz von chemischen Stoffen hat in manchen Fällen das Problem erfolgreich gelöst.

1941/20

Die wichtigsten Eigenschaften eines Schmieröls sind folgende:

1. Viskosität und Flüchtigkeit.
2. Viskosität-Temperatur-Charakteristik und Verhalten bei tiefen Temperaturen
3. Chemische Stabilität.
4. Reinigungs- und Schlamm-Dispergierfähigkeit (Verhinderung der Ablagerungen im Motor)
5. Schmierfähigkeit (oiliness) und Abnutzungscharakteristik.

1. Viskosität und Flüchtigkeit.

Es ist nötig, daß das Schmieröl eine bestimmte Viskosität hat damit der Schmierölfilm unter den Arbeitsbedingungen erhalten bleibt. Gleichzeitig soll die Flüchtigkeit so klein sein, daß ein Verdampfen von den heißen Zylinderwänden und Kolben verhindert wird. Außerdem bedingt eine geringe Flüchtigkeit einen kleinen Ölverbrauch. Die beste Flüchtigkeit kann nur durch wirksame Raffination erreicht werden; sie ist eine der wenigen Eigenschaften, die nicht durch Zusätze verbessert werden kann.

2. Viskosität-Temperatur-Charakteristik und Verhalten bei tiefen Temperaturen.

Die Viskosität von Schmierölen ist außerordentlich empfindlich gegen Temperaturschwankungen. Das Öl soll eine möglichst große Viskosität bei den hohen Temperaturen der Zylinderwände und Kolben behalten, denn dadurch ist eine gute Schmierung und kein zu großer Ölverbrauch bedingt. Auf der anderen Seite muß die Viskosität bei tiefen Temperaturen, wie sie der Winter mit sich bringt, so niedrig wie möglich gehalten werden, damit die Maschine gut starten kann. Beim Unterschreiten gewisser Grenzen wird das Starten sehr schwierig oder unmöglich. Ein Öl mit niedrigem Viskositäts-Temperatur-Koeffizient oder hohem Viskositäts-Index ist erwünscht.

Durch die Wahl bestimmter Rohöle und durch selektive Raffination können Motorenöle mit einem Viskositäts-Index von 80-100 und sogar 110 wirtschaftlich hergestellt werden. Es ist nicht ratsam mit diesen Methoden auf einen höheren Viskositäts-Index hinzuarbeiten außer in besonderen Fällen. In den letzten Jahren ist man dazu übergegangen, den Viskositäts-Index durch Zusatz geringer Mengen bestimmter hochmolekularer, polymerer, geradkettiger Verbindungen zu erhöhen und es ist auf diese Weise gelungen, erstklassige Motorenöle herzustellen. Gewisse Butylenpolymere haben sich dabei besonders bewährt. (Oil Gas J. 33 Nr. 26, 98). Die Wirkung solcher Polybutylen-Zusätze ist in folgender Tabelle wiedergegeben:

- 3 -
Viskosität, Sayboltsekunden

Temperatur °C	I V. I. 105 SAE 20-01	II V. I. 130 Öl + 1,6% Polybutylen (bei 98,9° die gleiche Visk. wie I)	III V. I. 105 Öl II ohne Polybuty- len.
-17,8	32 000	12 000	7 000
-10,1	5 200	2 800	1 450
21,1	920	650	330
37,8	351	280	150
54,4	168	150	84
98,9	56,5	56,5	43,5
148,7	38,7	39,5	34,5

Außerdem wurden eine Anzahl anderer gestreckter Verbindungen wie Kautschuk, hydrierter Kautschuk, bestimmte Celluloseester und -Äther usw. auf diesen Zweck hin untersucht; der Erfolg war von der Stabilität, der relativen Wirksamkeit, den Kosten usw. abhängig.

Beim Abkühlen der Öle kristallisieren hochschmelzende Komponenten wie Paraffinwachs aus, so z.B. aus dem Mid-Continent- und Pennsylvanischen Rohöl. Dadurch wird das Öl fest ~~und~~ und läßt sich dann nicht mehr durch die Pumpen befördern. Das Schmiermittel kann erst zirkulieren, wenn es sich beim Laufen des Motors erwärmt; vorher ist die Schmierung schlecht und die Maschine leidet Schaden. Durch die Raffination kann viel Paraffin entfernt werden, so daß der Stockpunkt um 10-15°C erniedrigt wird. Das Entparaffinieren auf einen niedrigeren Stockpunkt ist kostspieliger und ein Öl mit einem Stockpunkt unter -17,8°C ist oft mit Hilfe der Entparaffinierungsverfahren nicht wirtschaftlich herzustellen. Infolgedessen ging man auch hier zur Zugabe von Stoffen über, die den Stockpunkt herabsetzen und man hatte damit guten Erfolg.

Die Stockpunktserniedriger scheinen zu bewirken, daß die Paraffinkristalle klein bleiben und daß die Absorption von Öl auf den Kristallen verhindert wird. Beide Funktionen sind typisch kolloidal und die Wirkung der Stockpunktserniedriger ist wahrscheinlich auf ihren kolloidalen Zustand besonders bei tiefen Temperaturen zurückzuführen. Folgende Tabelle gibt eine Übersicht über die Wirksamkeit von Stockpunktserniedrigern.

Öl	ursprünglicher Stockpunkt, °C	Säurepunkte, °C				
		Konzentration der Zusätze in %:				
		0,25	0,35	0,50	1,0	1,5
A	39	-17,8	-	-23,3	-28,9	-31,7
B	-6,7	-17,8	-	-23,3	-26,1	-28,9
C	-1,1	-	-23,3	-	-28,9	-
D	-1,1	-	-	-17,8	-26,1	-
E	-15,0	-	-23,3	-	28,9	-

Die wirtschaftlich wichtigsten Stockpunktsenkerniedriger sind höher molekulare Friedel-Crafts-Kondensationsprodukte von Aromaten oder Phenolen mit chloriertem Paraffinwachs. Aber auch andere Kondensationsprodukte und polyolisierte Produkte sollen wirksam sein. Auch Aluminiumseifen wurden verwendet, jedoch verlieren sie ihre Wirkung bei längerem Gebrauch. Außerdem kommen als Stockpunktsenkerniedriger in Frage: verschiedene Ester, hochmolekulare Ketone und viele andere in der Patentliteratur angeführte Stoffe, die allerdings nicht alle besonders gute Wirksamkeit haben.

3. Chemische Stabilität.

Während des Gebrauchs im Motor altert das Schmieröl und erleidet unter dem Einfluß der erhöhten Temperatur und der Luft chemische Veränderungen. So lagern sich koksartige und sauerstoffhaltige Stoffe (Peroxyde, Säuren, Ester, Alkohole, Ketone, Laçone) ab. Es treten Zersetzungen, Zwischenreaktionen, Kondensationen und Polymerisationen auf. (World Petrol. Congr. London 2 (1933) 441; Oil Gas J. 35 (1936) Nr. 6, 62). Außerdem spielt die Hydrierung und Dehydrierung eine bedeutende Rolle, denn bei Laboratoriumsversuchen wurden 50% des verbrauchten Sauerstoffs als Wasser wiedergefunden.

Manche der entstandenen Produkte sind sehr schädlich. Die sauren Stoffe korrodieren die Lagermetalle wie Bleibronze und Cadmiumlegierungen. Zersetzungsprodukte, die unlöslich im Öl sind, und Verdampfungsrückstände neigen dazu sich als Lacküberzüge auf empfindliche Motorteilen abzulagern wie z.B. auf Ventilen, Kolben und Kolbenringen und verursachen dadurch das Ringstecken. Außerdem kann sich das unlösliche Material mit dem Ruß oder anderem Schmutzbestandteilen des Kurbelwannenöls zu einem Schlamm vereinigen, der möglicherweise die Schmierölleitungen verstopft und so zu Schmierölmangel führt.

Durch die selektive Raffination ist es möglich weitgehend die zur Bildung von Oxydationsprodukten neigenden Stoffe zu entfernen und ein Öl herzustellen, das sehr widerstandsfähig gegen Lack- und Schlammbildung ist. Gleichzeitig erfüllt diese Raffination andere Zwecke, indem sie den Viskositätsindex und die Flüchtigkeitseigenschaften des Öls oft in beträchtlichem Ausmaß verbessert. Die Neigung zur Säurebildung bei der Oxydation wird jedoch durch die Raffination nicht verringert, sondern läßt sich nur durch die in manchen Petroleumfraktionen vorhandenen natürlichen Antioxydationsstoffe verhindern. Manche Öle enthalten diese Stoffe nicht oder sie werden bei der Raffination aus den Ölen entfernt. Es wurde versucht das Problem zu lösen, indem man solchen Ölen oxydationsverhindernde Stoffe zusetzte. Im Laufe der letzten Jahre wurden hierfür zahlreiche Produkte entwickelt und auch wirtschaftlich angewendet.

Diese Zusatzstoffe wirken in verschiedener Weise. Einmal haben sie die Wirkung von Antioxydationsstoffen, auf der anderen Seite passivieren sie das Metall, indem sie die Metalloberfläche desaktivieren und die Fähigkeit zur Oxydation herabsetzen. Folgende Tabelle gibt einen Überblick über die Korrosion von Lagermetallen durch ein SAE 20-Motorenöl mit hohem Viskositätsindex mit und ohne oxydationsverhindernde Zusätze:

Öl	Lagermetall	Dauer des Probelaufs in Stunden	Verlust des Lagermetalls Gew. in g.
Grundöl	Cu-Pb	30	0,418
Grundöl + 0,1% Zusatz	Cu-Pb	30	0,104
Grundöl	Cd-Ag	4	0,422
Grundöl + 0,1% Zusatz	Cd-Ag	20	0,170

Die Versuche wurden mit einem 8-Zylinder-Automotor bei hoher Geschwindigkeit und einer Kurbelwammentemperatur von 150°C ausgeführt.

Die Verbindungen die in der Patentliteratur am häufigsten als Antioxydationsstoffe aufgezählt werden, sind:

1. Verschiedene Arten von Phenolen.
2. Bestimmte S-haltige Verbindungen.

3. Zahlreiche organische Phosphite.

4. Bestimmte Amine.

Oft werden auch Kombinationen zwischen diesen Stoffen erwähnt.

Manche Phenole sollen nur unter gewissen Bedingungen wirksam sein. Diese Stoffe sind darum in Motorölen nicht verwandbar, mindestens eine Verbindung, β -Naphthol hat aber in hochwertigen Turbinenölen Anwendung gefunden. Die als Oxydationsverhinderer zur Anwendung kommenden Phenole haben den Wasserstoff des Kerns durch Substituenten ersetzt, wodurch sie weitere erwünschte Eigenschaften erhalten.

Unter den Schwefelverbindungen befinden sich Dibenzyl-Disulfid und sulfurierte fette Öle, wovon letztere in größerem Maßstab vor allen Dingen in Spezialölen für hochbeanspruchte Benzin- und Dieselmotoren verwendet werden. Gewisse Oxythioäther, die die Wirkung der Hydroxylgruppe mit der der Schwefelgruppe vereinigen und die sowohl als Antioxydationsmittel wie auch passivierend auf das Metall wirken, sind ebenfalls von Interesse. Außerdem sind eine Reihe von Schwefelverbindungen vorgeschlagen worden, deren Wirkung jedoch zweifelhaft ist. Aber auch die Verbindungen, die nur die Schwefelgruppe als wirksame Gruppe enthalten, vereinigen die Wirkung von Antioxydations- und Passivierungsmittel in sich.

Die Alkyl- und Arylester der phosphorigen Säure sind gute Antioxydationsmittel und besitzen außerdem Passivierungs- und Filmverstärkungseigenschaften. Die Antioxydationswirkung scheint mit dem 3-wertigen Phosphor verbunden zu sein, der bei der Oxydation in 5-wertigen Phosphor übergeht und die für die Oxydation verantwortliche Reaktionskette abbricht. Triphenyl-, Triamyl-phenyl- und Tributyl-phosphite sind wirtschaftlich verfügbar und wurden mit Erfolg für nichtkorrodierende Motorschmiermittel verwendet.

Verschiedene Arten von Stickstoffverbindungen wirken ebenfalls unter bestimmten Bedingungen als Antioxydationsmittel, im allgemeinen sind sie jedoch nicht besonders gut für den Gebrauch im Automotor. Aliphatische Amine wie z.B. Dibutylamin, Triamylamin, oder Cyklohexylamin sind von Interesse, wegen ihrer Fähigkeit, die Farbe des Öls gegen Einflüsse des Lichts und der Hitze stabil zu machen und die Metalloberfläche gegen bestimmte Arten der Korrosion zu schützen. Die aromatischen Amine wie Phenyl- oder Naphthylamin

- 7 -

besitzen jedoch im Gegensatz zu den aliphatischen Aminen Inhibitorwirkung verschieden Grades. Andere Stickstoffverbindungen und Gemische von Aminen mit anderen Verbindungen wie z.B. phosphorhaltige sind ebenfalls Inhibitoren.

Eine Reihe von Patenten beansprucht den Gebrauch von Organometallverbindungen wie Tetrabutylzinn, Triphenylwismut als Antioxydationsmittel und Korrosionsverhinderer. Außerdem wurden Metallsalze von Alkoholen und Diketonen vorgeschlagen. Diese Verbindungen sollen die Ablagerungen im Motor verhindern, aber sie sind teuer in der Herstellung.

4. Reinigungs- und schlamm dispergierende Eigenschaften.

Die Entfernung von gewissen schlamm bildenden Stoffen durch Refinement ist nur bis zu einer bestimmten Grenze möglich. Viele Ablagerungen im Motor haben ihren Ursprung in unverbrannten Brennstoffrückständen oder anderen Verschmutzungen wie Wasser oder Staub; die thermische Zersetzung spielt eine größere Rolle als die Oxydation. Durch den Zusatz von Reinigungs- oder Schlamm dispergierungsmitteln sollen diese Ablagerungen verhindert werden. (SAE Journ. 45 (1939), 485; SAE Journ. 40 (1937), 165; Oil Gas J. 37 (1938) Nr. 5, 47; Oil Gas J. 38 (1939) Nr. 3, 44; Nat. Petrol. News 33 (1940) Nr. 12, R-88; Nat. Petrol. News 32 (1940) Nr. 18, R-149; SAE Journ. 41 (1937), 547; 47 (1940) 62).

Eines der ersten Mittel, die zur Verhinderung der Bildung unlöslicher Stoffe vorgeschlagen wurden, waren voltolisierte fette Öle wie z.B. Elektrion (Chém. et Ind. 25 (1931) 443; Oil Gas J. 35 (1937) Nr. 45, 127; Bull. soc. chim. Belg. 26 (192) 55). Die Dispergierungsfähigkeit verhindert die Ablagerung von Lack im Motor auf Kolbenteilen und verzögert die Ansammlung von Schlamm in der Kurbelwanne und auf dem Filter. Der Gebrauch von voltolisierten Zusatzstoffen ist jedoch auf gewisse europäische Flugöle beschränkt geblieben. Es wurden auch andere Kondensations- und Polymerisationsprodukte vorgeschlagen.

Eine weitere interessante Klasse von Dispergierungsmitteln sind die Metallseifen verschiedener Art. Schon 1924 war es bekannt, daß geringe Mengen von Alkaliseifen das Verhalten von Schmierölen verbessern. Aber auch andere Metallseifen wurden vorgeschlagen wie Zinn-, Chrom-

und Nickelseifen. Öle mit diesen Zusätzen wurden in den letzten Jahren wirtschaftlich hergestellt. (Chem. Trade J. 101 (1937) 365). In letzter Zeit wurde gezeigt, daß 1% Aluminiumnaphthenat als Zusatz zu einem naphthenischen Öl merklich das Ritzstecken und die Lackbildung in Dieselmotoren vom Raupenschlepper-Typ reduziert. Die gleichen Vorteile werden von den Calciumseifen der Phenylstearinsäure und der Dichlorstearinsäure verlangt. (Oil Gas J. 37 (1938) Nr. 5, 47). Außerdem wurden verschiedene andere Seifen vorgeschlagen. Jedoch sind diese Seifen sehr korrodierend für Kupfer-Blei-Legierungen und ähnlich empfindliche Lagermetalle und wenn das Öl altert, wird die korrodierende Wirkung in Motoren, die mit solchen Lagern ausgerüstet sind, besonders stark. Außerdem neigt das Öl dazu, dick zu werden, so daß auch aus diesem Grunde ein häufiger Ölwechsel nötig ist. Trotzdem haben diese Öle in Raupenschleppern weitgehende Anwendung gefunden und die Mängel wurden wegen der Möglichkeit, den Motor sauber zu halten, in Kauf genommen.

Mischungen von schweren Metallseifen mit wasserlöslichen Seifen haben auch gute Wirkung als Dispergiermittel. Es wurde viel daran gearbeitet, die Korrosion durch Metallseifen sowie andere Mängel, die mit diesem Zusatzstoff verbunden sind, zu reduzieren. Es wurde vorgeschlagen, Antioxydations- und Antikorrosionsmittel beim Gebrauch dieser Seifen zuzusetzen, damit die Lagermetallwiderstandsfähigkeit verbessert würde. Die Verwendung von Metallphenolaten anstelle der üblichen Seifen soll geringere Korrosion zur Folge haben. Auch Metallverbindungen unbekannter Zusammensetzung wurden jetzt wirtschaftlich hergestellt; sie besitzen korrosionsverhindernde Eigenschaften und verhindern Ablagerungen aus dem Öl.

5. Schmierfähigkeit und Abnutzungscharakteristik.

Für die meisten Zwecke hat das unzusammengesetzte Schmieröl genügend Schmierfähigkeit und Filmstärke, um eine genügende Kontrolle für die Abnutzung zu sein. Ob die Abnutzung durch sogenannte Schmierfähigkeitsmittel reduziert und die Arbeit der Maschine verbessert werden kann, war Gegenstand verschiedener Meinungsverschiedenheiten. Es wurde jedoch festgestellt, daß die Abnutzung und die Eigenschaft der Schmierfähigkeit nicht unbedingt nebeneinander herzugehen brauchen. (SAE Journ. 41 (1937) 548). Es ließ sich feststellen, daß unter gewissen Bedingungen trotzdem eine verbesserte Schmier-

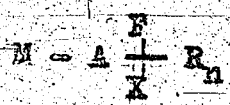
fähigkeit von Vorteil sein kann. Bei sehr großer Geschwindigkeit, wobei leicht eine Abnutzung des Kolbenrings eintritt, wird diese Abnutzung durch Zusatz eines Mittels zur Verbesserung der Schmierfähigkeit herabgesetzt. Auch bei niedrigen Temperaturen, bei denen die Versorgung mit Schmieröl gleich nach dem Starten nicht ausreichend ist und wo die Verbrennungsprodukte für einige Zeit auf den Zylinderwänden bleiben, ist es manchmal nicht ausgeschlossen, daß manche Arten von Schmierfähigkeitsverbesserern die Oberflächen vor Korrosion bewahren und so die Abnutzung reduzieren. Unter den eben geschilderten Bedingungen sind die Vorteile, die aus der vergrößerten Schmierfähigkeit entstehen sehr gering und es ist außerordentlich schwer, sie klar zu zeigen. Ein Grund dafür ist vielleicht, daß die Schmieröle selbst eine gute Filmstärke haben, die schon für die Bedingungen des Motors ausreichend ist.

Im allgemeinen ist der Gebrauch von Schmierfähigkeitsverbesserern nicht weit verbreitet. Die hierfür verwendeten Stoffe enthalten polare Gruppen mit Sauerstoff oder Phosphor oder anderen reaktionsfähigen Elementen wie Schwefel oder Chlor. Unter den sauerstoffhaltigen Produkten dieser Art werden folgende Stoffe gebraucht: natürliche Fette oder pflanzliche Öle wie Schweinefett, Klauenfett, Walrat und Rizinusöl; verschiedene synthetische Ester aus der Paraffinoxydation. Typische schwefelhaltige Stoffe sind: sulfurierte Mineralöle oder f. l. Öle, Alkyl- und Arylsulfide, verschiedene Thioäther. Unter den verwendeten Phosphorverbindungen sind zu finden: Alkyl- und Arylphosphate und -phosphite. An chlorhaltigen Stoffen finden: chlorierte Ester der Fettsäuren und chlorierte Aromaten Anwendung. Unter diesen Stoffen sind Dibenzyldisulfid, sulfuriertes Walratöl und Amyl-phenol-phosphit gleichzeitig sehr aktive Mittel zur Verhinderung der Lagerkorrosion. Trikresylphosphat und Methyl-dichlorstearat verbessern außerdem die Filmstärke.

In letzter Zeit wurde viel Aufmerksamkeit auf Zusätze mit mehreren Funktionen verwendet, wodurch gleichzeitig der Stockpunkt herabgesetzt der Viskositätsindex verbessert, und eine Schlammablagerung verhindert wird. (Nat. Petrol. News 33 (1940) Nr. 12, R-88). Verschiedene der hier besprochenen Stoffe haben diese erwünschten Eigenschaften. Alkylsulfide und -phosphite sind Antioxydationsmittel, verringern die Lagerkorrosion und verbessern die Schmierfähigkeit. Sulfurierte fette

Öle teilen diese Eigenschaften und haben darüber hinaus schlamm-dispergierende Eigenschaften. Voltolisierte Kohlenwasserstoffe verbessern den Viskositätsindex erniedrigen den Stockpunkt und dispergieren den Schlamm. Voltolisierte fette Öle vergrößern noch die Schmierfähigkeit und können nach dem Sulfurieren die Oxydation und die Lagerkorrosion vermindern.

Bei der Betrachtung dieser Stoffe mit mehreren Funktionen ergibt sich, daß die meisten Zusätze, die als Stockpunktserniedriger, als Viskositätsindex-Verbesserer und Schlamm-dispergierend wirksam sind, stabile kolloidale Systeme in dem Schmieröl bilden. So z.B. Friedel-Crafts-Kondensationsprodukte, voltolisierte Produkte, bestimmte Cellulose und andere Ester, Seifen usw. Bei Anwesenheit von Ester- oder anderen polaren Gruppen werden auch schmierfähigkeitsverbessernde Eigenschaften erzielt oder man läßt den Stoff mit einem Mittel reagieren, das eine Polarität erteilt, wie z.B. Schwefel oder Chlor, damit ein solcher Effekt erhalten wird. So erteilt z.B. Schwefel Antioxydationseigenschaften und unterdrückt die Lagerkorrosion. Schließlich verursacht die Einführung von Metall die Verhinderung von Schlammbildung. Es müßte daher möglich sein, ein Universalzusatzmittel herzustellen, das alle die oben aufgezählten Eigenschaften besitzt und das folgende Formel haben müßte:



Darin bedeuten:

- M ein Metall,
- A ein Ring zum Zusammenhalten der einzelnen Teile des Moleküls.
- R_n Gruppen, die dem Molekül kolloidale Eigenschaften erteilen.
- X ein oder mehrere Radikale, in A oder R substituiert, zur Verhinderung von Korrosion.
- F ein oder mehrere Radikale, identisch X, zur Verbesserung der Schmierfähigkeit.

Die Hauptschwierigkeit in der Verwirklichung dieses Vorschlages ist, die gewünschten Eigenschaften gegeneinander abzugleichen. Außerdem schwanken die Bedürfnisse nach individuellen Schmierölen und der Gebrauch in verschiedenen Motoren, so daß es schwer halten würde, ein allgemein verwendungsfähiges Zusatzmittel herzustellen. Denn die meisten Zusatzmittel werden so angewendet, daß eine gewisse Eigenschaft die das Öl am meisten verbessert, erhalten wird. Die anderen erwünschten

ten Eigenschaften werden durch die Auswahl des Grundöls, Raffinationsmethoden und Hilfszusätze kontralliert.

Einen Ausblick auf die künftige Entwicklung der Zusatzstoffe zu geben ist nicht gut möglich, da sich die praktischen Bedingungen jährlich ändern. So traten zuerst die Lagerkorrosionen bei der Einführung von Kupfer- Blei- und Cadmium- Silber-Legierungen auf und die Lackbildung am Kolben erst beim Übergang zu höheren Temperaturen der Kurbelwanne. In den kommenden Jahren werden wahrscheinlich noch höhere Ansprüche an die Schmiermittel gestellt werden. Der hohe Viskositätsindex und der niedrige Stockpunkt werden immer verlangt werden, aber der Grad der chemischen Stabilität, der Schmierfähigkeit und der Reinheit von unlöslichen Stoffen ist nicht als fest anzusehen, so daß die Nachfrage nach Stoffen, die diese Eigenschaften beeinflussen, wohl noch wachsen wird.

(Die Arbeit enthält ein ausführliches Patentverzeichnis der besprochenen Gebiete).

gez. Henkels

30. Januar 1942 Do/En

Zurück an

Vorzimmer Dir. Dr. Pier

KalkulationsunterlagenNur Hydrierflugmotorenöl aus Elwerather Propanraffinat

der Zusammenstellung Rtz. vom 3.12.41 No. 19832 ist über die Hydrierung eines entparaffinierten Propanraffinats, das aus Elwerather Rohöl mit 13,1% Ausbeute erhalten wurde, berichtet. Anliegende Bilanzen geben die Ausbeuten und Produkteigenschaften für 3 verschiedene Hydrierungen auf V.I. 90, 95 und 100. Der Wasserstoffverbrauch incl. Verlust ist hierbei roh geschätzt 120-150 bzw. 200 cbm/t Einspritzung, ferner sind Durchsatz 0,5 kg/l Std., Gasmenge 2,0 cbm/kg Einspritzung und Druck 700 atm evtl. auch 300 atm. Die Schmieröle werden einer leichten Raffination mit ca 2% Bleicherde unterworfen, wobei je 2% Schmieröl verloren gehen.

Das in einer Menge von 10-51% erhaltene Flugmotorenöl hat 0 bis -4°C Stockpunkt und müßte entweder entparaffiniert werden oder könnte auch durch Zusatz von 0,5 bzw. 1,0% Parafflow auf Stockpunkt 11 bzw. 16° gebracht werden. Sein Flammpunkt ist sehr hoch.

Das nebenbei in einer Menge von 13-32% erhaltene Schmieröl hat hohen V.I. und stellt ein sehr gutes Maschinenöl bzw. niedrig viskoses Stellöl für Autoöle mit hohem V.I. dar.

Die Mischung dieser beiden Öle (55-64 Tl) sind ein gutes Verdünnungsöl zur Herstellung von Flugmotorenöl mit synthetischen Ölen, wobei der Stockpunkt durch 0,5-1,0% Parafflowzusatz eingestellt werden müßte.

Das Gasöl (30-48%) ist ebenfalls ein hochwertiges allen Teufen entsprechendes Produkt mit rund 60 O.Z. Die am höchsten siedende Fraktion des Gasöls in Menge von etwa 25% könnte als Spindelöl verwendet werden, der Rest ist immer noch ein gutes Gasöl.

Das Benzin dürfte unterisoderechtig sein und zur Oinschlechte O.Z. haben. Die Schmieröle müßten von Ihrer prak-

Die Ausbeute an Flugmotorenöl V.I. 100 könnte auf etwa 20% erhöht werden, falls eine Viskosität von 2,7⁰ bei 99° C genügt.

tischen Anwendung schon erprobt werden, hierfür wäre ein größerer Versuch notwendig. 40 kg Flugmotorenöl sind zur Erprobung im Motor für Oppak bereitgestellt.

Flugmotorenöl durch Hydrierung
(Bilanzen zu Bericht Rz v 3 12 41 No 198322)

100 Tl Propanraffinat aus Elwerather
Rohöl (-13 l %/Rohöl)

Sp G 0 922/50^o (entparaffiniert)
Fl P 282^o 4.86^o E/99^o
Kokstest 1.7 V I = 59
Stockp -14^o

Hydrierung V I 90

51 Tl Flugmotorenöl
Sp G 0 892/20^o Kokstest 0.3
Stockp -8^o 3.0^o E/99^o
Flp 275^o V I = 90

10 Tl Gasöl ^{xx}
Sp G 0 842/20^o
S.B. 180^o
-350^o 75%

1 Tl Gas

13 Tl Schmieröl
Sp G 0 669/20^o 8^o E/38
Stockp +2^o 1.6^o E/99
Flp 220^o V I = 83

64 Tl Verdünnungsöl
Sp G 0 878/20^o Kokstest 0.1
Stockp +1^o 15^o E/38 = 6^o E/50
Flp 232^o V I = 90

5 Tl Benzin-180^o
S.B. 180^o
-350^o 75%
A.D. 82^o
(= ca C Z 57)

V I 95

51 Tl Fl M Öl
Sp G 0 888/20^o Kokstest 0.3
Stockp -8^o 3.0^o E/99
Fl P 285^o V I = 95

37 Tl Gasöl ^{xx}
Sp G 0 84/20^o
S.B. 180^o
-350^o 70%

1.5 Tl Gas

24 Tl Schmieröl
Sp G 0 867^o 7.3^o E/38
Stockp +4^o 1.6^o E/99
Flp 226^o V I = 87

55 Tl Verdünnungsöl
Sp G 0 874^o Kokstest 0.1
Stockp ga + 5^o ca 100^o E/38 = 6^o E/50
Flp 235^o V I = 90

6.5 Tl Benzin-180^o
A.D. 84^o
(= ca C Z 60)

V I 100

Sp G 0 885 Kokstest 0.3
Stockp -4^o 3.0^o E/99
Flp 290^o V I = 100

10 Tl 32 Tl Schmieröl
Fl M Öl Sp G 0 865 6.8^o E/38
Stockp +6^o 1.6^o E/99
Fl P 230^o V I = 93

48 Tl Gasöl ^{xx}
Sp G 0 838^o A.D. 86^o
S.B. 180^o
-350^o 65% (= C Z ca 62)

2 Tl Gas

8 Tl Benzin-180^o

Verdünnungsöl mit V I 100 erfordert zu weite Extrapolation.

x) Extrapoliert
xx) Das Gasöl enthält nach ca 25 % Spindelöl von etwa Flp. 160^o und 4^o E/20^o

Hochdruckversuche
Lu 558

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pleier
19. Januar 1942 Ohr/eb

10

Zur Herstellung von Propylen-Schmierölen.

Zusammenfassung des derzeitigen Standes.

Zweier-Mischungen von Propylenölen mit Duosolraffinationen können mit einem Viskositäts Index von ca. 97 und Laufzeiten von 16-20 Stunden im Einzylindermotor hergestellt werden. (Öl P 18)

Dreier-Mischungen (Zusatz von Äthylenschmieröl oder paraffin-synthetisches Öl) können mit einem Viskositäts Index von ca. 104 und einer Laufzeit von ca. 12 Stunden hergestellt werden. Ein Vollmotorversuch ist in Reclin mit gutem Erfolg gelaufen. (P 20 Öl)

Die Laufzeit von neuem Retring (mit 50% Äthylöl) ist ca. 8-11 Stunden, der Viskositäts Index beträgt 105.

Mischungen von Propylen-Ölen mit Duosolraffinationen erzielen im Einzylindermotor bessere Laufzeiten als Mischungen von Äthyl-Ölen.

Kalt-Startöle mit 25 % Zusatz von Estern können nach Angaben von Herrn Dr. Zorn nur in einer Menge von 30 000 t hergestellt werden, da nur eine Erzeugung von 7 500 t Esterschmieröle möglich ist.

In einer Polymerisationsapparatur für Propylenöle in Pulitz können auch Paraffin-crackprodukte auf Schmieröl polymerisiert werden.

In der gleichen Apparatur ist auch die Herstellung von Propylbenzol (Kylol) möglich.

Zur Synthese von Schmierölen aus Propylen gingen von uns noch folgende Anmeldungen heraus:

O.Z. 10 800	vom 24.V.38.
" " 10 994	" 24.VIII.38.
" " 11 213	" 16.VII. 38.

1. 9. 1941

Propylen-Schmieröle.

Durch Polymerisation von Propylen mit $AlCl_3$ erhält man zunächst nur Öle mit einem verhältnismäßig schlechten Viskositäts Index von 50-80 und einem mittleren Molgewicht von 400-500. Durch Zusatz von ca 1% Oppanol oder Verwendung von ca 1% Polystyrol bei der Synthese, wobei letzteres in einem chlorhaltigen Lösungsmittel weitgehend alkyliert wird, erhält man Öle mit einem Viskositäts Index von ca 95-105, das in seiner Qualität die Eigenschaften eines guten Flugmotorenöles hat.

Propylen-Schmieröl		Aethylen-Schmieröl
spez. Gewicht	0,842	0,854
Visc. 99°C	3,34°E	3,968E
" 38°C	43,4°E	47,28°E
V.I.	100	110
Flammpunkt	180°C	185°C
Conradson Test	0,04 %	0,07 %
mittleres Molgew. ca	470	620

Dieses Propylen-Schmieröl hatte bei der Prüfung im BMW - Einzylinder Motor bei ausgezeichnetem motorischen Verhalten einen enorm hohen Verbrauch - wohl eine Folge seines niedrigen mittleren Molgewichts von ca 470-, so daß ein solches Öl als Flugmotorenöl nicht in Frage kommt.

Wird die Synthese bei Temperaturen von ca + 10°C in einem chlorhaltigen Lösungsmittel wie Aethylenchlorid ausgeführt, dann erhält man in einer Ausbeute von 90 % ein hochviscoses Öl mit folgenden Eigenschaften.

spez. Gewicht	0,858
Viskosität 99°	9°E
Flammpunkt	230°
Conradson Test	0,04 %
mittleres Molgewicht	800

Mit diesem Propylen-Schmieröl und Gargoyle A bzw. Intava-Mischkomponente 7 als Grundöle wurden folgende Flugmotorenöle hergestellt und im BMW Einzylinder-Motor ein Vergleich mit Rotring alt

und Rotring neu (mit 50 % Aethylen-Schmieröl) untersucht.

	P 16	P 18	P 20	Rotring alt	Rotring neu
	65% Gargoyle A 35% Propylenöl	72% Intava 7 28% Propylen- öl	52% Intava 7 23% Propylen- öl 25% SS 903		50% Intava 7 50% SS 906
spez. Gew.	0,882	0,880	0,873	0,892	0,870
Visc. 99°C	3,56°E	3,1	3,12	3,05	3,26
" 50°C	25°E	19,3	18,4	17,9	19,95
" 38°C	51,7	39,5	36,3	37,5	38,6
V.I.	96	97	104	98	106
Conradson Test	0,35%	0,2%	0,13%	0,25%	0,12%
Flammpunkt	225°C	225°C	221°C	275°C	230°C
Laufzeit	12 ^h	16-20 ^h	12 ^h	8 ^h	8-11 ^h

Die Schmierölversuchsläufe am BMW 132- Ölprüfmotor werden mit dem Rotringöl der Intava verglichen, das eine Laufzeit von ca 8 Stunden ergibt. Die neuere Qualität Rotring, die aus 50% Aethylenschmieröl und 50% Intavaöl besteht, hat eine etwas bessere Laufzeit (8-11 Stunden).

Mischungen von Propylen-Schmierölen mit Gargoyle A hatten bisher im Einzylinder-BMW-Motor eine Laufzeit von ca 12 Stunden (P16 Öl.) Dieses Öl wurde auch bei der DVL mit gutem Erfolg geprüft und für den hochbeanspruchten Überlade-Prüfmotor bevorzugt verwendet.

Verwendet man als Grundöl die Mischkomponente 7 der Intava (Düsolraffinat), so steigt die Laufzeit auf 16-20 Stunden (P18-Öl.), während das neue Rotring (50% Aethylenschmieröl - 50% Intavaöl) eine Laufzeit von 8-11 Stunden hat. Auf Grund dieser Versuchsläufe, die mehrfach durchgeführt wurden, kann man sagen, daß Mischungen von Propylen-Schmierölen mit Düsolraffinaten im Einzylinder-Motor sich in Bezug auf die Laufzeit besser verhalten als Mischungen von Aethylenschmierölen.

Da P-18-Öl nur ca 30 % Propylen-Schmieröl enthält, wurde eine Dreiermischung (P20-Öl) bestehend aus

- 23 % Propylen-Schmieröl
- 25 % Aethylen-Schmieröl
- 52 % Mischkomponente 7

hergestellt, das im Einzylinder-Motor eine Laufzeit von ca 12 Stunden

erreichte, die ca 30 % besser war als die vom neuen Rotring. Durch den Zusatz von 25 % Aethylen-Schmieröl wurde aber die Laufzeit von der Zweier-Mischung P18 von 16-20 Stunden wieder auf 12 Stunden verkürzt.

Dieses P20 Öl, das in seinem Viskositäts Index dem neuen Rotring entspricht (V.I.104), wurde in Rechlin im zu 211 F Vollmotor mit gutem Erfolg gefahren. (Sonder-Bericht in Anlage).

Mit dem Reichsluftfahrtministerium (Herrn Keilpflug) wurde vereinbart, daß die Zweier-Mischung (P18-Öl) in Rechlin im Einzylinder BMW-Motor und im Vollmotor geprüft wird.

gez. Christmann

1 Anlage

Gewinnung von Flugmotorenöl aus Nienhagener Öl der Nerag.

Zusammenfassung:

Vorliegende Versuche wurden durch eine Mitteilung der Nerag veranlaßt, die behauptete, nach Einführung des Propanverfahrens zur Entasphaltierung und einer anschließenden Furfurolraffination, Flugmotorenöl nur in einer Menge von ca. 3 % des Rohöls herstellen zu können.

Nach dem Destillationsverfahren ist nach Angabe der Nerag das Flugmotorenöl in einer Ausbeute von 5,4 % zu erhalten.

Die Nerag glaubt, daß die Differenz nur durch die neu eingeschaltete Propanentasphaltierung zu erklären ist.

Um diese Frage zu klären, stellte uns die Nerag zwei entasphaltierte Vakuum-Rückstände mit Kokstest 2,0 bzw. 3,0 zur Verfügung. Außer diesen beiden stand noch ein bei uns hergestellter Vakuum-Rückstand mit Kokstest 2,6 zur Verfügung.

Als Ergebnis dieser Versuche läßt sich zusammenfassend sagen:

- 1.) Aus dem von der Nerag gelieferten entasphaltierten Vakuum-Rückstand mit Kokstest 2 wurde durch Stellen mit arteigenem Maschinenöl ein Flugmotorenöl erhalten, dessen Ausbeute 6,35 % des Rohöls betrug.
- 2.) Der Kokstest des entasphaltierten und entharzten Vakuum-Rückstandes ist von besonderer Wichtigkeit. Bei der Herstellung von Flugmotorenöl, an das besondere Anforderungen im Kokstest gestellt werden, muß die Vorstufe schon einen genügend niedrigen Kokstest besitzen.

Die Versuche zeigen, daß zur Erreichung von Maximalausbeuten an Flugmotorenöl bei dem verarbeiteten Nienhagener Öl die Grenze für den Kokstest der Zylinderölvorstufe bei etwa Kokstest 2,0 liegt.

Bei Überschreiten dieses Wertes liefert die Phenolanlage zunächst nur noch in geringerer Ausbeute ein im Kokstest ausreichendes Produkt und ist schließlich bei einem Einsatzöl mit Kokstest 3,0 überhaupt nicht mehr in der Lage, selbst bei schärfsten Raffinationsbedingungen und kleinen Ausbeuten zu genügen.

- 3.) Die Ausbeutedifferenzen zwischen unseren Werten und denen der Nerag können damit nur in der Weiterverarbeitung des Propanraffinats einerseits mit Phenol, andererseits mit Furfurol ihre Erklärung finden.

Gewinnung von Flugmotorenöl aus Nienhagener Cylinderölen und Maschinenölen.

Zur Ermittlung der möglichen Ausbeuten an Flugmotorenöl aus Nienhagener Rohöl wurden verschiedene Cylinderöle und Maschinenöle verarbeitet und untersucht. Zunächst wurde ein Zylinderöl verarbeitet, das uns die Nerag zur Verfügung gestellt hatte. Dieses Öl wurde in der Misburger Großanlage entasphaltiert und entharzt, war dort aus einem 32,2 Gew.-%igen Vakuum-Rückstand erhalten worden und in einer Ausbeute von 54,1 Gew.-% angefallen. Auf Rohöl bezogen stellte dieses Propanraffinat somit eine Menge von 10,98 % dar.

Dieses Produkt hat nach Angabe der Nerag einen Kokstest von 2,0 %. Wir bestimmten außerdem die übrigen Daten wie folgt:

d₅₀ 0,899 ; V₆₀ 27,80 ; St.P. + 42 ; Farbe 8
V₉₉ 4,88 ; V.l. ca. 75 ; Fr.P. 342° ; Phenolpunkt 1:5 116°

Dieses Öl der Merag wurde in unseren halbertechnischen Versuchskolonnen mit Phenol raffiniert, mit dem Ziel, ein Phenolraffinat zu isolieren, das bei höchstmöglicher Ausbeute an Cylinderölkomponente die Gewinnung eines Flugmotorenöls gestattet, dessen Kokstest den Anforderungen von 0,35 genügt und dessen spezifisches Gewicht bei 20° bei etwa 0,890 liegt.

Zu diesem Zweck wurden 3 Versuchsreihen durchgeführt. Alle 3 Phenolraffinationen wurden mit 500 % Phenol gefahren und die Ausbeuten mit den Arbeitstemperaturen und Temperaturgradienten variiert.

Die Tabelle zeigt die Ergebnisse dieser 3 Versuchsreihen.

Eigene Versuchs-Nr.	E.282	E.283	E.284
% Phenol	500	500	500
% Wasser	0	0	0
Temperaturen ohne Gradient	86		
mit Gradient			
Temp. Kolonne oben		88	88
" " unten		84	80
Einsatzpro. % auf Rohöl	10,98	10,98	10,98
Anfall:			
Gew.% Raffinat gefunden	40,1	44,2	47,0
" " " errechnet	41,4	45,1	47,1
Raff. Ausbeute auf Rohöl	4,40	4,85	5,15
Gew.% Paraffin aus Raffinat	31,9	30,7	28,6
" " entparaff. Raff. auf Rohöl	3,0	3,36	3,68
Eigenschaften d. entparaff. Raff.			
d ₇₀	0,862	0,863	0,865
d ₂₀ errechnet	0,892	0,893	0,895
Fl.P. °C	330°	330°	330°
St.P. °C	- 14	- 16	- 16
Farbe	5 N.P.A.	544 N.P.A.	544 N.P.A.
Nach Behandlung mit 5% Terrana			
d ₇₀	0,861	0,862	0,864
d ₂₀	0,891	0,892	0,894
C.C. %	x 0,50	x 0,54	x 0,57
St.P. °C	- 14	- 16	- 16
Fl.P. °C	330	330	330
V ₃₈ °E	x 67,5	x 68,6	x 68,1
V ₅₀ °E	x 32,6	x 33,3	x 33,1
V ₉₉ °E	x 4,38	x 4,35	x 4,37
V.I.	99	x 99	x 100
Wp.	1,92	1,92	1,92
Farbe	4 1/4	4 1/4	4 1/2

x Zahlen von Dr. Schiffmann bestimmt bzw. kontrolliert.

Um mit diesen 3 Phenolraffinaten ein Flugmotorenöl von ca. 17 °E/50° herzustellen zu können, mußten diese dicken Komponenten mit Phenolraffinationsprodukten aus Maschinenölen verdünnt werden.

Zunächst stand hierfür nur ein Öl zur Verfügung, das aus Lützkendorfer Maschinenöl gewonnen worden war und 4,36 °E/50° hatte. Da es wünschenswert war, als Stellkomponente das arteigene Öl zu verwenden, wurde auch dieses von der Herag angefordert. Erfreulicherweise war das Maschinenöl der Herag in eine schwere und eine leichte Komponente unterteilt, sodaß zu hoffen war, hierdurch einen weiteren Ausbeutegewinn zu erzielen.

Die Raffinationsbedingungen für die Maschinenöle und deren Ausbeuten und Eigenschaften sind in der folgenden Tabelle zusammengestellt:

Eigene Versuchs-Nr.	E.161	E.170	E.171
Ölart	Lützkendorfer Maschinenöl	Herag schweres Maschöl	leichtes Maschöl
% Phenol	180	200	180
% Wasser	2% zum Phenol	0	0
Temperaturen mit Gradient			
Temp.-Kolonne oben °C	55	60	55
" " unten °C	50	50	50
Einsatzprod. % auf Rohöl	10	5 bis 7	18 bis 25
Anfall			
Gew.% Raff. gefunden	51,8	49,2	45,4
" " " errechnet	53,4	50,9	47,6
Raff.Ausb. auf Rohöl	5,18	2,46 - 3,44	8,3 - 11,6
Gew.% Paraff. aus Raff.	18,1	20,5	23
" " entpar. Raff. auf Rohöl	4,25	1,96 - 2,74	6,4 - 8,93
Eigenschaften des entparaff. Raffinats nach Behandlung mit 5 % Ferrana			
d ₇₀	0,851	0,859	0,844
d ₂₀ errechnet	0,881	0,889	0,874
C.C. %	x 0,04	x 0,16	0,01
St.P. °C	- 16	- 19	- 17 ⁵
Fl.P. °C	234	263	218
V ₃₈ °E	x 8,28	x 16,38	x 5,54
V ₅₀ °E	x 4,86	x 8,80	x 3,48
V ₉₉ °E	x 1,63	x 1,98	-
V.I.	x 95	x 86	-
Wp.	1,98	2,05	-
Farbe N.P.A.	1/2	2	1/2

x Zahlen von Dr. Schiffmann bestimmt

Zunächst lag das Raffinat aus E. 161, dem Lützkendorfer Maschinenöl, vor. Infolge der praktisch gleichen Viskositäten aller 3 Cylinderölraffinate konnten diese mit der Lützkendorfer Maschinenöllstellkomponente auf etwa 17°E/50 gebracht werden, indem sie im Mischungsverhältnis 67:33 Gewichtsteilen gemischt wurden.

Dabei wurden aus den 3 Cylinderölen mit E. 161 folgende Mischungen und deren Eigenschaften erhalten:

Mischung aus:	E. 282 + E. 161	E. 283 + E. 161	E. 284 + E. 161
Gewichtsteile E. 282, E. 283 E. 284.	67	67	57
Gewichtsteile E. 161	33	33	33
Eigenschaften			
d ₇₀	0,858	0,859	0,859
d ₂₀ errechnet	0,888	0,889	0,889
C.C.	0,35	x 0,36	x 0,37
St.P.	- 14	- 16	- 16
Fl.P.	264	264	263
V ₃₈	-	x 33,0 32,7	x 32,6
V ₅₀	17,3	x 17,0 16,92	x 16,7
V ₉₉	3,0	x 2,83 2,84	x 2,82
V.I.	100	x 98	x 98
Wp.	1,90	1,92	1,92
Farbe	3/2	3 ³ / ₄	3 ³ / ₄
m	-	3,30	-
Säurezahl	-	0,01	-
Verseifungszahl	-	0,10	-
nD ₂₀	-	1,4912	-
Noakttest	-	-	2,6
Ausbeute an Flugmotorenöl	4,48	5,02	5,49
Gew. % auf Rohöl			

Die Mischung E. 283 + E. 161 mit einer Ausbeute von 5,02 % des Rohöls lieferte also bei noch ausreichendem Kokstest die richtige Qualität, daher wurde der Werag das Ausbeuteergebnis dieser Mischung mitgeteilt.

Die Mischung E. 284 + E. 161 genügte hingegen im Kokstest nicht mehr völlig und die Mischung E. 282 + E. 161 lag beträchtlich niedriger in der Ausbeute.

Mit dem vorhandenen Stellöl war also für 17°E/50 nur eine dicke Komponente mit dem Maximalkokstest von 0,54 unterzubringen.

Bei Verwendung der Nerag-Maschinenöle, die in den Versuchen E 170 und E 171 raffiniert worden waren, trat eine gewisse Komplikation dadurch ein, daß die Nerag die Ausbeute an schwerem Maschinenöl mit 5 bis 7 % des Rohöls angab, sodaß die Flugmotorenölausbeuten mit diesen beiden Grenzwerten gerechnet werden mußten.

Die wichtigste Zahl hierbei ist die Ausbeute der Fertigkomponente aus schwerem Maschinenöl mit 1,96 bis 2,74 % des Rohöls.

Zur Herstellung des Flugmotorenöls standen, wie im ersten Falle wiederum die 3 Öle der schweren Komponente aus den Versuchen E 282, E 283 und E 284 zur Verfügung, die jetzt mit schwerem und leichtem Maschinenöl zu mischen waren.

Um eine maximale Ausbeute an Flugmotorenöl zu erzielen, wurde die gesamte zur Verfügung stehende Menge an schwerem Maschinenöl zugegeben bei der Annahme von 7 % vorhandenem schwerem Maschinenöl und die leichte Maschinenölkomponeute zum Stellen der geforderten Viskosität verwendet.

Hierbei zeigte sich, daß das Cylinderöl aus E 284 mit Kokstest 0,57 für Flugmotorenöl nicht mehr in Frage kam, da der Kokstest der auf 17 °E/50 gestellten Mischung mit 0,37 zu hoch lag.

Mit dem Cylinderöl aus E 283 mit Kokstest 0,54 ließ sich hingegen ein Flugmotorenöl herstellen, dessen Kokstest unter 0,35 lag und damit genügt.

Das Cylinderöl aus E 282 liegt in der Qualität besser bei geringerer Ausbeute und scheidet als zu gut aus dieser Betrachtung aus.

Die Flugmotorenölherstellung aus E 283 soll also dargestellt werden. Stellt man das Cylinderöl aus E 283 mit Maschinenöl, so sind 2 Fälle möglich:

- Fall 1: 3,36 % Cylinderöl werden gestellt mit 2,74 % Maschinenöl
= 7 % des Rohöls
" 2: 3,36 % " " " " 1,96 % Maschinenöl
= 5 % des Rohöls

Die Menge des leichten Maschinenöls reicht in jedem Falle aus.

Danach liefert bei Stellen auf 17 °E/50

- Fall 1: 3,36 % Cyl.Öl + 2,74 % schweres Masch.Öl + 0,25 % leichtes Öl
= 6,35 % Flugmotorenöl
Fall 2: 3,36 % Cyl.Öl + 1,96 % schweres Masch.Öl + 0,54 % leichtes Öl
= 5,86 % Flugmotorenöl

Man wird bestrebt sein, das Flugmotorenöl möglichst aus 2 Stellkomponenten zu mischen und nicht wie im vorliegenden Falle 3 Stellöle verwenden. Wenn man dies im vorliegenden Falle tut und das Flugmotorenöl aus dem Cylinderöl und dem schweren Maschinenöl auf die Viskosität von 17 °E/50 einstellt, so kann man beide Komponenten im Mischungsverhältnis 1:1 mischen, erhält dabei praktisch ein Öl mit den gleichen Daten wie das aus 3 Komponenten gestellte, hätte dann aber eine Ausbeute von 6,72 % des Rohöls.

107

In der folgenden Tabelle sind die aus den 3 Stellkomponenten erhaltenen Flugmotorenöle, ihre Mengenverhältnisse und Eigenschaften zusammengestellt. Außerdem enthält die Tabelle die Eigenschaften der Mischung aus 2 Komponenten.

Mischung aus:	E.283; E.170; E.171	E.284; E.170; E.171	E.283; E.170
Gewichtsteile E.283, E.284	55 = 52,9 %	57 = 54,6 %	50 = 50 %
" E.170	45 = 43,3 %	43 = 40,6 %	50 = 50 %
" E.171	4 = 3,8 %	5 = 4,8 %	0
Eigenschaften			
d ₇₀	0,860	0,860	0,861
d ₂₀ errechnet	0,890	0,890	0,891
St.P. °C	- 17	- 17	- 17
C.C. %	x 0,34	x 0,37	x 0,34
Fl.P. °C	275	275	277
V ₃₈ °E	x 33,1		x 33,02
V ₅₀ °E	x 17,06	17,0	x 16,94
V ₉₉ °E	x 2,85		x 2,84
V.I.	x 98		x 98
Wp.	1,92		1,92
Farbe	< 4	4	< 4
Ausbeute an Flugmotorenöl Gew. % auf Rohöl	6,35	6,74	6,72

Die Mischungen aus 3 Komponenten in obiger Tabelle sind im Anfallverhältnis für die beiden dicken Stellöle gemischt. E 283 bzw. E 284 und E 170 im Anfallverhältnis gemischt liefern ein Öl mit ca. 19 °E/50°, andererseits braucht man mehr schweres Maschinenöl, als vorhanden, wenn man mit diesem direkt auf 17 °E/50° stellen will.

Man erkennt daraus, daß es zweckmäßig wäre, um eine dritte Stellkomponente zu vermeiden, die Fraktion des schweren Maschinenöls etwas zu verlängern.

Im Verfolg dieser Untersuchungen wurde außerdem das uns von der Nerag zur Verfügung gestellte Propanraffinat sogenannter Normalqualität mit Phenol behandelt, um damit die eingangs erwähnte Frage zu klären, bis zu welcher Kokstestgrenze das Einsatzprodukt für die Phenolraffination brauchbares Cylinderöl für Flugmotorenöl liefert.

Dieses Propanraffinat war in Misburg aus einem 29%igen Vakuumrückstand in einer Ausbeute von 51,5 % erhalten worden, lag also in einer Menge von 14,9 % des Rohöls vor und hatte einen Kokstest von 3,0.

Dieses Öl wurde unter den schärfsten Bedingungen mit 500 % Phenol 20° unter dem Phenolpunkt bei 97° raffiniert. Hierbei fiel ein Phenolraffinat in einer Ausbeute von 26,2 % an.

Aus diesem Raffinat, das in einer Ausbeute von 2,5 % des Rohöls nach Entparaffinierung vorliegt, ist bei einem Kokstest von 1,0 % durch Stellen mit den vorhandenen Komponenten kein kokstestgerechtes Flugmotorenöl zu gewinnen. Dasselbe gilt für ein Cylinderöl, das aus einem Propanraffinat mit Kokstest 2,6 isoliert wurde und das einen Kokstest von 0,67 aufweist.

gen. Fehrenbach

Anlagen: Ausbeuten und Arbeitsbedingungen der Versuche.

E 282. Phenolraffination des Kokstest 2,0 Cylinderöls mit 500% Phenol

Phenolpunkt 116° (1:5) Arbeitstemperatur 86°

Einfüllung 26 480 g Öl = 100 % = 10,98 % des Rohöls

Raffinat 10 604 g = 40,1 % = 4,4 % " "

Extrakt 16 640 g = 59,9 % = 6,58 % " "

Verlust -

Überschuß 754 g

Eigenschaften der Anfallprodukte

Raffinat: d₇₀ 0,852; C.C. 0,50; Fl.P. 330°

Extrakt: d₇₀ 0,915

Hieraus errechnet sich eine Ausbeute von 41,4 Gew.% gegen 40,1 Gew.%, die gefunden wurde.

Entparaffinierung:

Versuch Nr. : K 924 K 925 K 924a K 925a 4 Versuche

g Einwage : 600 600 600 600 2 400

Filtrat : 375 376 372 378 1 501 = 62,5 %

Waschfiltrat: 32 41 31 30 134 = 5,6 % 68,1%

Paraffin: : 160 159 143 164 626 = 26,1 %

Spülung : 32 24 54 31 141 = 5,8 % 31,9%

zusammen : 599 600 600 603 2 402

Anfall: Öl 68,1 % = 3,0 % des Rohöls d₇₀ 0,862

Paraffin 31,9 % = 1,4 % " " d₇₀ 0,828; Smp 64°

Eigenschaften des entparaffinierten Öles nach Behandlung mit 5 % Terrana

d₇₀ 0,861

St.P. - 14

Fl.P. 330°

C.C. 0,50

x V₃₈ 67,5°E

x V₅₀ 32,6°E

x V₉₉ 4,38°E

x V.I. 99

Wp 1.92

Farbe 4/4 NPA.

104

B 283. Phenolraffination des Kokstest 2,0 Cylinderöls mit 500% Phenol

Phenolpunkt des Einsatzöls 116° (1:5) Arbeitstemperaturen 68°/82°

Einfüllung 25 770 g Öl = 100 % = 10,98 % des Rohöls

Raffinat 11 393 g = 44,2 % = 4,85 % " "

Extrakt 14 857 g = 55,8 % = 6,13 % " "

Verlust

Überschuß 480 g

Eigenschaften:

Raffinat : d_{70} 0,853; C.C. 0,52, Fl.P. 341°;

Extrakt : d_{70} 0,917

Hieraus errechnet sich eine Ausbeute von 45,1 Gew.% gegen 44,2 Gew.%, die gefunden wurde.

Entparaffinierung:

Versuch Nr. : K 938 K 940 K 941 K 943 K 944 5 Versuche

g Einwaage : 600 600 600 600 600 3 000 g

Altrat : 366 391 378 368 395 1 918 g = 64,0%

Waschfiltrat : 56 29 27 31 17 160 g = 5,3% 69,3%

Paraffin: : 171 170 157 154 152 804 g = 26,8%

Spülung : 6 8 38 31 35 118 g = 3,9% 30,7%

zusammen : 599 598 600 604 599 3 000 g

Anfall : Öl : 69,3 % = 3,36 % des Rohöls d_{70} 0,863

Paraffin 30,7 % = 1,49 % " " d_{70} 0,831 Sap. 63°

Eigenschaften des entparaffinierten Öles nach Behandlung mit 5 % Ferrana

d_{70} 0,862

St.P. 15

Fl.P. 335

x C.C. 0,54

x V₃₈ 68,6°E

x V₅₀ 33,3°E

x V₉₉ 4,35°E

x V.I. 99

Wp 1,92

Farbe 4/4

105

B. 284. Phenolraffination des Kokstest 2,0 Cylinderöls mit 500% Phenol

Phenolpunkt des Einsatzöls 116° (1:5) Arbeitstemperatur 88/80°

Einfüllung : 19 370 g Öl = 100 % = 10,98 % des Rohöls
 Raffinat : 9 100 g = 47,0 % = 5,17 % " "
 Extrakt : 10 752 g = 53,0 % = 5,81 % " "

Verlust
 Überschuß 483 g

Eigenschaften:

Raffinat : d₇₀ 0,854; C.C. 0
 Extrakt : d₇₀ 0,918⁵

Hieraus errechnet sich eine Ausbeute von 47,1 Gew.% gegen 47,0 Gew.%, die gefunden wurde.

Entparaffinierung:

Versuch Nr. : K949b K 950b K 955 K 958 K 961 5 Versuche:

g Minwage	: 600	600	600	600	600	3 000 g	
Filtrat	: 401	400	405	400	403	2 009 g	= 66,96%
Waschfiltrat:	22	22	22	39	31	136 g	= 4,53% 71,49%
Paraffin	: 164	134	152	135	150	735 g	= 24,50%
Spülung	: 13	44	21	26	18	122 g	= 4,06% >28,56%
Zusammen	: 600	600	600	600	602	3 002 g	

Anfall : Öl 71,5 % = 3,68 % des Rohöls d₇₀ 0,865

Paraffin 28,5 % = 1,49 % " " d₇₀ 0,831 Smp. 63°

Eigenschaften des entparaffinierten Öles nach Behandlung mit 5% Ferrana

d₇₀ 0,864
 St.P. - 16
 Kl.P. 330°
 x C.C. 0,57
 x V₃₈ 68,1°E
 x V₅₀ 33,1°E
 x V₉₉ 4,37°E
 x V.I. 100
 Wp 1,82
 Farbe 4/2

106

B. 161. Phenolraffination des Lützkendorfer Maschinenöls mit 180 %

Phenol

Phenolpunkt (1:5)	Arbeitstemperatur	55/50°		
Einfüllung	38610 g = 100 %	= 10 %	% des Rohöls	d ₇₀ 0,879; St.P. +31°
Raffinat	20122 g = 51,8 %	= 5,18 %	" "	Fl.P. 230°; V ₅₀ 6,1°E
Extrakt	18317 g = 47,5 %	= 4,75 %	" "	C.C. 0,14
Verlust	171 g	0,4 %		
Überschuß	-			

Eigenschaften der Anfallprodukte

Raffinat :	d ₇₀ 0,841, Fl.P. 238°, St.P. +42°, C.C. 0,04, V ₅₀ 4,25°E
Extrakt :	d ₇₀ 0,927

Hieraus errechnet sich eine Ausbeute von 53,4 Gew.% gegen 51,8 Gew.%, die gefunden wurde.

Entparaffinierung:

Versuch Nr.	: K 808	K 809	K 926	K 953	4 Versuche	
g Einwaage	: 600	600	600	600	2 400	
Filtrat	: 467	460	463	476	1 866 = 77,7%	
Waschfiltrat	: 23	27	30	16	96 = 4,0%	> 81,7%
Paraffin	: 101	100	89	98	388 = 16,2%	
Spülprodukt	: 6	9	21	10	46 = 1,9%	> 18,1%
Zusammen	597	596	603	600	2 396	

Anfall : Öl :	81,7 % = 4,25 % des Rohöls.	d ₇₀ 0,852
Paraffin	18,1 % = 0,93 % " "	d ₇₀ 0,793; Smp. 56°

Eigenschaften des entparaffinierten Öles nach Behandlung mit 5 % Terrana

d ₇₀	0,851
St.P.	- 16
Fl.P.	234
x C.C.	0,04
x V ₃₈	8,28
x V ₅₀	4,86
x V ₉₉	1,63
x V.I.	95
Wp.	1,98
Farbe	1 1/2 NPA.

107

E 170. Phenolraffination des schweren Maschinenöls der Nera mit 200% Phenol.

Eigenschaften des Maschinenöls: d_{70} 0,890; Fl.P. 270° ; St.P. $+ 41^{\circ}$;
C.C. 0,92; v

Phenolpunkt 1:2 85° Arbeitstemperatur $60/50^{\circ}$

Einfällung: 38 410 g = 100 % = 5 - 7 % des Rohöls

Raffinat: 18 912 g = 49,2 % = 2,46 - 3,44 % des Rohöls

Extrakt: 19 999 g = 50,8 % = 2,54 - 3,56 % " "

Verlust:

Überschuß 500 g

Eigenschaften der Anfallprodukte

Raffinat d_{70} 0,849; C.C. 0,16; Fl.P. 269° ; St.P. $+ 47^{\circ}$

Extrakt d_{70} 0,937

Hieraus errechnet sich eine Ausbeute von 50,9 Gew.% gegen 49,2 Gew.%, die gefunden wurden

Entparaffinierung:

Versuch Nr.	K	K	K	K	K	K	K	K	8 Versuche
g Einwäge	989	998	999	1008	1022	1023	1025	1026	4400
g Filtrat	460	445	466	460	297	319	444	452	3343=76%
g Waschfiltrat	39	32	18	27	26	2	27	31	202=4,6% ^{80,6%}
g Paraffin	98	107	104	97	66	64	104	89	729=16,6%
g Spülprodukt	5	13	10	19	-	-	55	26	128=2,9% ^{19,5%}
Zusammen	602	597	598	598	389	385	630	598	4402

Das Gesamtfiltrat hatte einen Stockpunkt von -16° . Durch Nachentparaffinierung von 1000 g dieser Gesamtmenge auf St.P. -22° lieferte die Gesamtmenge einen Stockpunkt von -19° . Diese 1000 g lieferten bei der Entparaffinierung 6 % Paraffin. Der Gesamtmenge wurden durch Nachentparaffinierung 1 % Paraffin entzogen, sodaß der Gesamtparaffingehalt über mehrere Versuche 20,5 % ist.

Anfall Öl: 79,5 % = 1,95 - 2,74 % des Rohöls d_{70} 0,860⁵

Paraffin: 20,5 % = 0,50 - 0,70 % " " d_{70} 0,806, Smp. 60°

Eigenschaften des entparaffinierten Öls nach Behandlung mit 5 % Terrana

d_{70} 0,859	V ₃₈	16,38
St.P. -19	V ₅₀	8,8
Fl.P. 263°	V ₉₉	1,98
x C.C. 0,16	V.I.	86
Farbe 2	Wp.	2,05

100

E 171. Phenolraffination des leichten Maschinenöls der Nerag mit 180% Phenol.

Eigenschaften des leichten Maschinenöls

d_{70} 0,871⁵; Fl.P. 228°; St.P. +31°; C.C. 0,11; V_{50} 4,1°E nach Angabe Nerag V_{50} 3,6 %

Phenolpunkt (1:2) = 81° Arbeitstemperatur 55/50°

Einfüllung 30 820 g = 100 % = 18 - 25 % des Rohöls

Raffinat 13 979 g = 45,4 % = 8,3 - 11,6 % des Rohöls

Extrakt 17 670 g = 54,6 % = 9,7 - 13,4 % " "

Verlust

Überschuß 829 g

Eigenschaften der Anfallprodukte

Raffinat: d_{70} 0,831; Fl.P. 218°;

Extrakt: d_{70} 0,912

Hieraus errechnet sich eine Ausbeute von 47,6 Gew.% gegen 45,4 Gew.%, die gefunden wurden.

Entparaffinierung:

Versuch Nr.	K 1035	K 1121	K 1122	K 1038	K 1039	5 Versuche	
g Einwaage	600	600	600	600	600	3000	
g Filtrat	413	423	415	417	417	2085	=69,5%
g Waschfiltrat	41	52	47	44	40	224	= 7,5% > 77%
g Paraffin	117	94	102	114	108	535	=17,9%
g Spülprodukt	21	31	39	27	35	153	= 5,1% > 23%
Zusammen	592	600	603	602	600	2997	

Anfall Öl 77% = 6,4 - 8,93 % des Rohöls d_{70} 0,844

Paraffin 23% = 1,9 - 2,7 % " " d_{70} 0,787 Smp. 50°

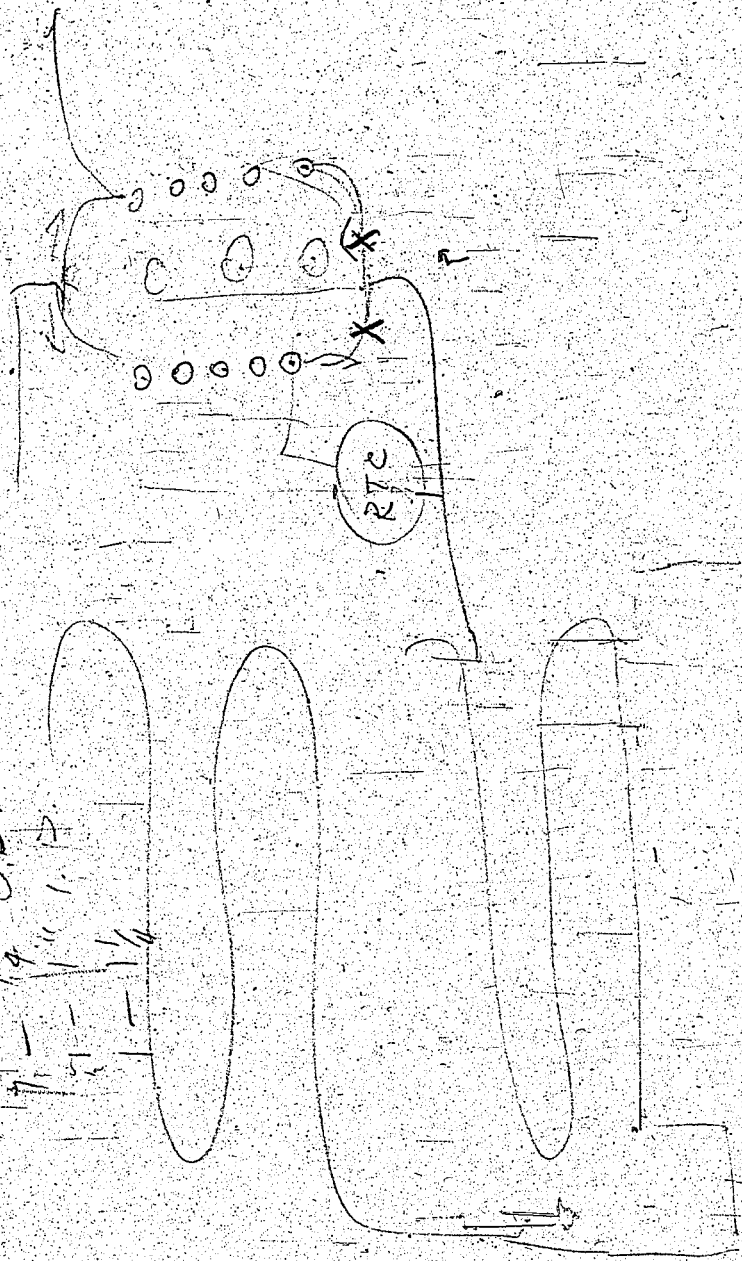
Eigenschaften des entparaffinierten Öls nach Behandlung mit 5% Terrana

d_{70} 0,844	V_{38} 5,54
St.P. 17 ⁵	V_{50} 3,48
C.C. 0,04	Farbe 1/2 NPA.
Fl.P. 218°	

lubrication

10 mm sec

1/4" O.D. 110EN 1800



1/4" O.D. 110EN 1800

(12)
Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pler

Erzeugung trocknender Öle durch Voltolisierung.

Bekanntlich werden die meisten Kohlenwasserstoffe und fette Öle bei der Voltolisierung durch H_2 -Abspaltung in ungesättigte Verbindungen übergeführt, die dann weiter polymerisiert werden. Dies läßt sich z.B. sehr gut an der Jodzahl verfolgen, die je nach Ausgangsmaterial bis auf 60 oder 100 steigen kann. Trocknende Eigenschaften haben jedoch trotz hoher Jodzahl nur solche voltolisierten fetten Öle, die auch vor der Behandlung bereits trocknen. Z.B. läßt sich Leinöl auf diese Weise in seinen trocknenden Eigenschaften zwar verbessern; das nicht trocknende Olivenöl läßt sich jedoch nur verdicken, aber es wird niemals trocknend.

Wir haben eine große Reihe von Versuchen gemacht, oxydierte Kohlenwasserstoffe durch stille Entladung in trocknende fette Öle überzuführen, jedoch blieben sie erfolglos.

Bei systematischen Versuchen mit anderen hydrierten und alkylierten oder arylierten Kohlenwasserstoffen, auch mit solchen, die nach dem Aufhydrieren oxydiert und dehydriert werden, konnte die allgemeine Feststellung gemacht werden, daß mehrkernige Verbindungen bei der Voltolisierung nicht nur verdickt, sondern auch in trocknende Kohlenwasserstoffe übergeführt werden. Als Ausgangsöle werden z.B. verwendet: Hydrierte Anthracenrückstände, hydriertes hochsiedendes Anthracenöl, aufhydriertes Abstreiferschweröl aus Steinkohlehydrierung und hydrierte Steinkohle-Pech-Öle.

Die Versuchsbedingungen sind: Wechselstrom von ca. 5 - 10 000 Volt, ca. 1 000 Perioden, ca. 1 - 2 cm Hg, möglichst tiefe Temperatur (wegen der Farbe) um Zimmertemperatur herum, starke Zerschäumung durch Schaumplatten. Der Stromverbrauch liegt zwischen 5 und 10 KWh pro 1 kg.

Die erhaltenen firnisähnlichen Öle sind natürliche keine fetten Öle, sondern verhalten sich, obwohl sie auf Sikkative wie trocknende Öle ansprechen, mehr wie Lackfirnisse. Es wurde nun die weitere wichtige Feststellung gemacht, daß man durch Zugabe nicht

79044

trocknender fetter Öle zu den mehrkernigen aromatischen Hydrierungs (Alkylierungs)-Kohlenwasserstoffen durch Voltolierung fettsäurehaltige, trocknende Öle erhält, die dadurch dem Leinöl näherstehen.

Als solche Zusätze werden Oxydationsprodukte von Kohlenwasserstoffen der CO-H₂-Synthese sowie solche aus Paraffin und aus Hydrierungs-Kohlenwasserstoffen verwendet. Nach den bisherigen Feststellungen muß jedoch der aromatische Anteil überwiegend bleiben, wenn die Trocknung ausreißend schnell erfolgen soll. Höhere Zusätze brauchen längere Trockenzeiten.

Weiter wurde beobachtet, daß das M. Gew. der zugesetzten Fettsäuren (oder des Esters) einen günstigen Einfluß hat, derart, daß z.B. Paraffine schneller trocknen und auch schneller fertig behandelt werden, wie die entsprechenden niedrigmolekularen Produkte, z.B. Oxydations-Produkte aus Mittelöl der CO-H₂-Synthese. Das hängt vermutlich z.T. mit der Leitfähigkeit und Schaumhaltung der Fettsäuren zusammen, die bei niedrig-molekularen Fettsäuren ungünstiger ist.

Die Versuche werden fortgesetzt mit weiteren Ausgangsmaterialien. Die erhaltenen trocknenden Voltole sind bei verschiedenen Stellen der Coloristischen Abteilung in Prüfung.

gez. Meier

28. Juli 1941 Be/Pr.

Aktenvermerk.

13

Betrifft: Flugmotorenöl.

- 1) Die natürlichen Öle sind heute bei der Luftfahrt in Verwendung und erfüllen mit V.I. ca. 95 die Mindestanforderung. Es ist die als Rotring bekannte Qualität. Zur Zeit werden diese Öle geliefert aus dem Duosol-Verfahren, die Herag wird in Kürze Propan-Furfurol-behandelte Öle liefern, später wird Litzkendorf Propan-Phenolöle herstellen.
- 2) Zur Beschaffung reif sind ferner Mischöle, die SS 900 bzw. 1100 als brighth-stock als Mischkomponente im Verhältnis 1:1 enthalten. Durch die synthetische Komponente wird die Laufzeit erheblich (25 %) verbessert. Jedoch ist die Gefahr der Schlammbildung teilweise grösser als bei Rotring. Die Mischöle, insbesondere die synthetische Komponente, ist beim Lagern sehr empfindlich. Eine 4-5malige Umlagerung ist an der Front nicht zu vermeiden. Die zugesetzten Inhibitoren können durch Wasser wirkungslos werden.

Bei dem 900er und 1100er Öl besteht ausserdem die Gefahr des Eindickens der Öle. Um diesem zu begegnen, sind Zusatzstoffe in Entwicklung.

Mit den Ölen auf Paraffinbasis (1100er Öle) sind bisher nur geringe Erprobungserfahrungen vorhanden, es fehlt an den Versuchsmengen für Probelaufe im Vollmotor. Man hofft aber, dass sie in der Qualität den 900er Ölen gleichkommen.

- 3) Als weiterer Schritt ist die Anwendung der Esteröle vorgesehen, um leichteren Start zu erreichen. Die synthetischen Esteröle liegen in allen Daten (Lauf- und Startverhalten) gut; zu beanstanden ist jedoch der niedrige Flammpunkt von 95°C . Da in den neuen Motoren Schmieröltemperaturen bis zu 164°C gemessen worden sind, kann eine Gefahr bei der Anwendung dieser Öle bestehen.

Die Esteröle sind im Einzylindermotor untersucht, aber noch nicht im Vollmotor erprobt.

4) Neue Planung von Schmierölanlagen.

Als Mindestqualität wird von RLM ein V.I. von 105 gefordert, anzustreben ist aber ein V.I. von 135, wie er den Kaltstartölen entspricht.

Da das Propylenschmieröl bisher nicht im Vollmotor untersucht ist, soll es in die Planung nur in geringem Umfang eingesetzt werden. Es ist eine Anlage von 6000 jato als Grossversuchsanlage in Ludwigshafen geplant. Falls das Propylenschmieröl sich bewährt, und die Vollmotorversuche, die beschleunigt durchgeführt werden sollen, günstig verlaufen, soll das Propylenschmieröl im Göring-Plan in größerem Umfang wieder eingefügt werden.

Das Propylenschmieröl hat nach Angaben von Herrn Dr. Christmann

V.I. 80 bis 85

nach Verdünnung mit Gargoyle A vom V.I. 85 im Verhältnis 1 : 2

V.I. 85,

nach Zusatz von 1 % Oppanol steigt der V.I. auf 95.

gez. Becker.

14

Zurück an

Vorzimmer Dir. Dr. Pler

Hydrierung von Erdölparaffinen
für die Schmierölsynthese.

Zusammenfassung.

Mit K 7846 W hydrierter Paraffingatsch aus Neutral- und Rückstandsöl wurde nach abdestillieren der leichten Anteile auf Schmieröl über Kracken und Chlorieren aufgearbeitet. Es ergeben sich folgende Werte:

Ausgangsmaterial	Neutralöl	Paraffingatsch Lützkendorf	Petrolina Oelbans	
Hydrierung auf % Rückstd.	58,5	44	48,5	
Schmieröl über Spalte	1	Kracken 2	Chlorieren 3	
Ausbeute Gew. %			Kracken 4	
Benzin	5,0	10,5	10,5	
Dieselöl	24,5	42,5	39,5	
Rückstands-Schmieröl	21,5	15,0	27,3	
Sonstige Schmieröle (Vorläufe, Schlammöle)	ca. 12,0	ca. 7,0	15,4	
Gase (Hydr.-Kracken)	21,0	16,4	3,0	
Krackrückstand	5,1	2,9	0,0	
Schlämme & sonstige Verluste	10,9	5,7	4,3	
			6,9	
<u>Produkteigenschaften:</u>				
Benzin: Ep.	185	185	185	185
OZ. Res.	25	44	44	40
Dieselöl: Spez. Gew.	0,824	0,814	ca. 0,814	0,795
Siedebereich	192-340	190-340	1940-340	205-340
Stockpunkt	-5	-9	-9	-12
Cetanzahl	68	65,5	ca. 65,5	83,5
<u>Rückstandsschmieröl:</u>				
Viskosität °E/99°C	5,4	6,5	12,4	6,4
V.J.	110	110	-	108
Kokstest	0,33	0,31	3,2	0,28
Flammpunkt °C	282	285	318	286
Stockpunkt °C	-31	-30	-8	-37

20/17c

Durch Hydrierung von Paraffingatsch erhält man somit (vgl. Spalte 1) über Kracken des Paraffins 21,5 % Rückstandsschmieröl (schwere Komponente des Flugmotorenöls) neben rund 30 % Benzol und Dieselöl und 17 % "anderen" Ölen. Daneben fallen 21 % Gase hauptsächlich aus der Krackung an. Eine schärfere Hydrierung (vgl. Spalte 2) bringt hinsichtlich der Schmierölqualität nichts mehr und verschlechtert nur die Ausbeute. Paraffingatsch aus Destillat und Rückstandsöl (vgl. Spalte 2 und 4) verhalten sich ähnlich. Das schwere Flugmotorenöl hat bis auf den etwas hohen Kohstest normale, gute Qualität, die Krackung verlief ohne Schwierigkeiten.

Über die Chlorierung (vgl. Spalte 3) erhält man 27,5 % Heissdampfzylinderöl neben 15,4 % Spindelöl und 50 % Benzol und Dieselöl. Das Heissdampfzylinderöl liess sich ebenso gut wie aus normalen, guten Paraffin herstellen, die Ausbeute dürfte sich auf Kosten des Dieselöls erhöhen lassen. Die Qualität ist bis auf die etwas höhere Viskosität wie bei normalen Paraffin.

Das erzeugte Dieselöl ist insbesondere bei dem Rückstandsparaffin sehr gut (C.Z. 83,5).

Die Hydrierrückstände eignen sich somit nach Kleinversuchen für die Schmierölherstellung. Zum endgültigen Nachweis der Brauchbarkeit der schweren Komponente des Flugmotorenöls ist jedoch ein Motorenlauf erforderlich.

Die hydrierten Rückstände entsprechen selbst bei starker Spaltung (ca. 50 %) nicht den Anforderungen der Paraffinoxydation. Durch Lösungsmittelbehandlung liess sich die für die Oxydation seinen Daten nach brauchbare Paraffin mit 26 % Ausbeute auf Neutralölgatsch gewinnen. Aus dem hydrierten Petrolatum (Rückstandsparaffin) abgetrenntes Paraffin dürfte für die Oxydation etwas weniger geeignet sein.

Versuchsergebnisse.

In einem 0,5 l Ofen mit K 7846 W wurde Neutralöl-Paraffingatsch Litzkendorff und Petrolatum Oslebhausen (Deutsche Vakuum) bei 250 atm H_2 -Druck 0,8 kg/l n.Stä. und 400-450°, also z.T. stark spaltend hydriert. Die erhaltenen Produkte wurden auf ihre Eignung für die Schmierölsynthese über Kracken und Chlorieren untersucht.

Die Untersuchungen des Litzkendorfer Paraffingatsches und der daraus erhaltenen Produkte enthält Anlage 1, die von Proben für Oppau (Dr. Baumister) Anlage 2. Demnach entspricht der Rückstand der Hydrierung, selbst bei Wegspaltung von 50 %, nicht den Forderungen, die für die Oxydation gestellt werden, nähert sich aber doch den Forderungen, die an Paraffin für die Schmierölsynthese durch Kracken gestellt werden. Bei ca. 50 % Spaltung dürfte das aus dem Rückstand durch Lösungsmittel herausholbare Paraffin auch für die Oxydation brauchbar sein.

Die Untersuchungen des Petrolatums und seiner Hydrierprodukte enthält Anlage 3 und 3a. Für die erhaltenen Produkte gilt das für den Litzkendorfer Neutralöl-Paraffingatsch Gesagte. Lediglich

das durch Lösungsmittel abgeschiedene Paraffin entspricht den Anforderungen der Paraffinoxydation (tiefer Schmelzpunkt) knapper. Dies dürfte an der Konstitution des Rohstoffes liegen.

Nachdem ein Teil der Produkte für die Schmierölsynthese geeignet erschien, wurden grössere Proben vorbereitet und dann auf Schmieröl verarbeitet. Die Eigenschaften dieser Proben und der zugehörigen Benzine und Diesellole enthält Anlage 4. Die Ergebnisse der Oppauer Schmierölversuche sind in den Schreiben des Ammoniaklaboratoriums an die Abt. Mineralöle vom 9. und 13.11.1942 (In 558 Nr. 87 300 und 87 503) enthalten und sind in folgender Tabelle wiedergegeben (vgl. auch Anlage 5).

Ausgangsmaterial	Neutralöl-Gatsch Lütz- kendorf		Petrolatum Calebhan- sen	Zum Vergleich gutes B.K. Paraffin
Probe Nr. Ofen/Datum	528a 316/5.10.ab	529a 316/6-9.10.	566a 316/10-13.10.	
<u>Hydriererausbeute:</u>				
Bew.-% Benzin Gasöl	5,0 24,5	10,5 42,5	12,5 39,0	
Paraffin-Rückstand	68,5	44,0	45,5	
<u>Krackausbeute auf Paraffinrückstand</u>				
Gas + weit. Verl.	27,7	30,5	30	
Olefine	62,0	59,6	59,6	72
Krackrückstand	7,5	6,5	5,8	112
Verluste	2,8	3,4	4,6	
<u>Polymerisationsausbeute auf Olefine</u>				
% Rückstandsöl	50,6	57,0	54,5	77,9
Devon				
°E/100°	5,4	6,5	6,4	ca. 6
V.J.	110	110	108	-
Kohstest	0,33	0,31	0,28	0,2
Flammpunkt	282°	285°	286°	-
Stockpunkt	-31°	-30°	-37°	-
<u>% Rückstandsöl auf hydrierten Paraffin- rückstand</u>				
	51,4	34,0	32,5	
auf Ausgangsmat. der Hy- drierung	21,5	15,0	14,8	56

Die Krackung verlief gut, ohne Koksansatz, nur im Verdampfer war ein lackartiger Überzug entstanden. Die Crackrückstände waren fast flüssig und dürfen nicht zurückgeführt werden. Die Rückstandsöle sind ziemlich hell. Aus dem Schlamm könnte noch Heissdampfzylinderöl gewonnen werden. Insgesamt sind die Öle gut zu beurteilen, lediglich der Koksrest sollte etwas niedriger liegen. Die gegenüber B.K.-Paraffin kleinere Ausbeute wird von Dr. Baumister nicht als besonders störend empfunden.

Eine Probe hydrierter Paraffinrückstand aus Neutralölgatsch ähnlich Probe 529a (316 v.6.10. destilliert auf 50 % Rückstand) wurde von Dr. Christmann auf Heissdampfzylinderöl mit folgendem Ergebnis verarbeitet:

Ausgangsmaterial	Hydrierter Rückstand	Zum Vergleich: Zeitzer Paraffin
Ausbeute Zylinderöl	56,2 % ^{x)}	50-55 %
Spez. Gewicht	0,923/20	0,915/20
Visk. 99°	12,8 E	8 - 10 E
Flammpunkt	318	318
Stockpunkt	-8	-5 bis -10°
Koksrest	3,2 %	3 %

x) Außerdem 3 % Mittelöl, 30,5 % Spindelöl (5° E/20),
1,2 % Paraffin.

Der hydrierte Rückstand ist demnach für die Herstellung von Heissdampfzylinderöl über Chlorierung gut geeignet, die Schmieröl-ausbeute ist wie bei normalen Paraffin, das Öl ist etwas wasserstoffärmer und viskoser.

gez. Donath
gez. Schiffmann

Gemeinsam mit
Dr. Reitz.

Paraffinatzsch Litzkendorf.

Ofen 316.

1942	Datum	Einfullprodukt	4.10.a	4.10.c	6.10.abo						
Kontakt			8376								
Temperatur		P 1522 v.1.742	20,5	22	23						
Druck			250								
Durchsatz		(3 Fas)	0,8								
Von Anfall: Farbe		braun	fast weiß	fast weiß	fast weiß						
Spez.Gew.b.70°/A.P.		0,841/103,5	0,812/102,5	0,796/102,5	0,773/98						
Schmelzpunkt		48,5	47	42	32,5						
Visk. b. 99°C		1,53	1,37	1,27	1,17						
Gew.-Engler											
		85,90% C									
% -200°		13,21% H	0,6	3,0	13,0						
25°		6,45% G	1,3	6,0	19,7						
50°		0,04% M	2,2	10,3	27,4						
75°		0,40% S	3,1	14,3	34,5						
300°			4,0	18,9	42,3						
25°			3,0	23,4	50,1						
580C		2,2	3,0	34,0	59,3						
Paraffinbestimmung:											
Entparaffinierung mit Benzol-Butanon 1:1 1:6 bei -23°C											
% Paraffin		57		45	26						
Spez.Gew.b.70°C		0,806		0,788	0,776						
Smp.		53,5		52	50						
% Restöl		42,5		48 (Leicht-siedende 91 verloren)	60 (Si-Verlust)						
Spez.Gew.b. 20°C		0,916		0,822	0,818						
Anilinpunkt		81			86,5						
Viskos.b.20°C		57,4		2,3	1,46						
50°C ca.		8									
V.J. ca		45									
Vak.Kurve b.19-20 mm Hg)											
		% ad-diert	% ein-zeln	% ad-diert	% ein-zeln	% ad-diert	% ein-zeln	% ad-diert	% ein-zeln		
% -200°C		-	-	7,8	7,8	24,5	24,5	48,5	48,5		
25°		-	-	11,0	3,2	31,3	6,3	58,8	9,4		
50°		0,3	0,3	17,4	6,4	39,1	7,8	69,3	10,5		
75°		3,6	3,3	34,3	16,9	51,3	12,2	81,2	11,4		
300°		42,2	38,9	84,3	30,0	76,2	24,9	92,9	11,7		
25°		82,1	40,2	90,1	25,8	91,7	15,5	98,4	5,5		
Rü.		100	59,8	100	9,9	100	8,3	100	1,6		
Spez. Smp. AP. b.70°C						Spez. Smp. AP. b.70°C					
% -200°C		-	-	0,822	71,70,2	0,815	71,72	0,799	-	73,0	
25°		-	-	-	26	0,804	29,91	0,837	29	93,2	
50°		-	-	0,816	53,3	0,805	31,99	0,766	29	102,8	
75°		-	38,2	0,813	41	0,803	39,4	0,788	39,8	110,3	
300°		0,835	44,6	0,810	47,5	0,802	47,51	0,788	48,5	116,5	
25°		0,840	50,1	0,810	53,1	0,802	54,0	0,794	55	121,5	
Rü.		0,859	57	0,823	60,4	-	61,0	-	61	-	

Proben für Dr. Banmeister.

Ofen 316
Mit P 1522.

Die Anfallprodukte von 4.10. s u. 6.10. abc wurden im Vakuum zerlegt in Vorlauf und Rückstand.

<u>1/2 Vorlauf bis 210° Vak.</u> (bei 20 mm Hg)	27	53
spez. Gew. b. 20°C	0,810	0,798
Anilinpunkt	73,5	74,5
Gew.-Engler:		
% - 175°	4,6	7,3
200	16,6	20,1
25	31,2	34,9
50	48,4	51,1
75	66,6	67,4
300	82,2	83,2
25	91,4	91,5
50	95,0	97,1
Viskos. b. 20°C °E	1,26	1,24
Stockpunkt °C	-15	-12
<u>1/2 Vak.-Rückstand > 210°C</u>	72,2	46,0
Farbe	gelblich	gelblich
spez. Gew. b. 70°C	0,802	0,791
Smp. °C	47,2	42,5
Anilinpunkt	113	110,5
Gew. % - 350°C	0	3,0
entparaffiniert mit Benzol- Butanon (1:6) (1:8)		
<u>1/2 Paraffin</u>	60,5	56,0
spez. Gew. b. 70°C Smp.	0,788 52,5	0,777 50
<u>1/2 Restöl</u>	39	43
spez. Gew. b. 20°C AP.	0,860 100,5	0,838 101
Viskos. b. 20°C °E	7,1	3,5

Anforderungen für Schmieröl-
synthese Op.

Siedegrenze:

340-500°C (b. 760 mm).

d₂₀ nicht über 0,785 - 0,790.

AP. nicht unter 118°.

Erdölretrolatum (Deutsche Vakuum Ölwerkshausen).Ofen 316
1942

1942	Datum	Einfüllprodukt	10.10.a II bc	11.10. bc + 12.10. c
Kontakt			8376	
Temperatur		P 1538	23,5	23,5
Durchsatz		v. 28.9.42	0,8	0,5
Druck			250	
vom Anfall: Farbe:		blaugrün	weiss	weiss
spez. Gew. b. 70°/AP.		0,829 / 128,5	0,762 / 94	0,754 / 90,7
Schmelzpunkt °C		55,6	28,3	23,5
Viskosit. b. 99°C		2,2 ^{0E}	1,16 ^{0E}	1,15 ^{0E}
Gew. Engler.				
% -150°		-	5,7	4,4
- 75 "		- 85,68% 0	8,1	11,0
- 200 "		- 13,78% E	12,5	17,7
- 25 "		- 0,39 " 0	19,5	25,2
- 50 "		- 0,017 " E	22,4	33,7
- 75 "		- 0,15 " E	32,4	43,0
- 300 "		-	43,2	51,8
- 325 "		1	51,2	60,2
- 50 "		4,4	62,0	71,4
<u>Paraffinbestimmung:</u>				
durch Entparaffinierung mit		0,822/70°		
Benzol-Butanon: I. Stufe (1:1)		35,5	132 ^{056°}	-
(1:1)		-23°	-	-
II. Stufe (1:6)		-23°		
(im Gesamtanfall) % Paraffin		78,7	29 (ber.)	23 (ber.)
spez. Gew. b. 70° / AP.		0,818 / 132,5	0,774 / 114,5	0,770 / 113,5
Sp. °C		57,5	44,2	41,8
(im Gesamtanfall) % Restöl				
spez. Gew. b. 20° / AP.		21,5	19,8 (ber.)	17,8 (ber.)
Viskos. b. 38°C		0,890 / 107,5	0,822 / 104	0,814 / 104
" 50 "		22,1	b. 20°C 2,88	2,49
" 99 "		ca. 12	-	-
V. J.		2,20	-	-
		80	-	-

Ofen 316 mit P 1533.

	Einfallprodukt	10.10. a II bc	11.10. bc + 1210c				
zerlegt in Vorlauf bis 325°C %	100%	B1. 50,0 (Verl. 1,2%)	B1. 56,6 (Verl. 2,6%)				
davon spez. Gew. b. 20°C		0,778	0,777				
Anilinpunkt		75,5	76,5				
Visk. b. 20°C		1,20 ^{0E}	1,19 ^{0E}				
Stockpunkt		-22	-24				
Siedekurve:							
% -150°C		6,2	4,3				
- 75 "		16,8	15,7				
-200 "	0	29,3	30,2				
- 25 "		42,4	46,0				
- 50 "		58,6	62,7				
- 75 "		75,1	79,4				
-300 "		90,3	92,9				
- 25 "		97,2	97,3				
- 40 "		98,7	98,6				
n. Rückstand > 325°C %		48,81	40,8				
Farbe	blaugrün	gelb	gelb				
spez. Gew. b. 70°/AP.	0,829 / 128,5	0,781 / 110	0,777 / 109				
Smp.	55,6	38	34,7				
Butanon-Paraf. (1:6) %	78,7	59,5	56,5				
Restöl %	21,3	40,5	43,5				
Vak. Kurve bei 17-18 mm Hg	%	%	spez. Gew. %	%	spez. Gew. %	%	spez. Gew. %
	add. einzeln	add. einzeln	b. 70°C	add. einzeln	add. einzeln	b. 70°C	add. einzeln
- 200°C	-	-	-	-	2,0	2,0	-
- 25 "	-	-	-	23,4	23,4	0,777	31,6
- 50 "	0,5	0,5	-	49,0	25,6	0,780	57,0
- 75 "	1,7	1,2	-	75,0	26,0	0,782	78,2
- 300 "	6,0	6,3	0,802	92,2	17,2	0,786	93,6
- 25 "	21,3	13,3	0,808	99,2	7,0	0,791	99,2
Rü.	100	78,7	0,835	100	0,8	-	100
	Smp.	AP.		Smp.	AP.		Smp.
- 200°C	-	-		-	-		-
- 25 "	-	-		-	100,0		-
- 50 "	20,3	-		30,5	106,0		101
- 75 "	46,8	111,3		40,0	112,5		107
-300 "	52,2	116,0		47,8	118,5		112,5
- 25 "	59,0	132,5		53,4	123,3		118,0
Rü.	59,0	132,5		57,4	-		123,0

Eigenschaften der nach Oppau (Dr. Baumeister)
geschickten grossen Proben mit hydrierten Paraffinprodukten nach
Untersuchung der Vorlaufprodukte.

1942.

Ofen	316		316		316	
Datum	5.10. ah		6.10.abc, 7.10.abc		10.10.abc	
Einfüllung	P 1522		8.10.bc, 9.10.a, 10.10.a		12.10.b, 13.10.a	
nach Op.am	3.2 kg 24.10.		4 kg 24.10.		3.5 kg 29.10.	
Probe Nr.od. Bezeichnung	Qualität wie 528a		Qualität wie 529a		566a	
-Rückstand über	212°C (16 mm)		212°C (16 mm)		ca. 200°C (16 mm)	
% v. Anfall	ca. 70		45		47	
Farbe	gelblich		gelblich		gelblich	
spez. Gewicht b. 70°C	0,800		0,789		0,781	
Sm. °C	47,7		41,7		37,6	
°C	114		110,5		110,5	
°C -350°C	0		0		4,1	
Vorlauf: % v. Anfall	50		55		53	
% Benzin -185°	5		11		13	
Spez. Gewicht/20°	0,753		0,746		0,740	
AP. I, Ia, II	60,3/60,8/63,8		60,3/60,5/64,0		64 / 64,2 / 66,0	
ASTM: Beg.	105		100		98	
-110°C	0,8		6,8		3,5	
20 "	14,5		22,2		17,0	
30 "	26,0		39,0		48,5	
40 "	44,0		54,8		62,8	
50 "	61,3		70,0		76,8	
60 "	76,5		82,7		87,0	
70 "	88,0		91,0		93,7	
80 "	94,7		96,0		93,7	
185 "	96,5		97,2		95,8	
Fraktion 110-140°	0,736		59,2		0,733	
150-180°	0,762		62,7		0,762	
% Paraffine	72,5		75,5		86,0	
" Naphthene	18,8		18,5		12,5	
" Aromaten	8,0		5,0		2,5	
" Unges.	0,7		1,0		1,0	
Oz. Res.	39,0		38,5		30,0	
% Mittelöl bzw. Gasöl	25		44		40	
spez. Gewicht/20°	0,824		0,814		0,796	
Anilinpunkt	75,2		75,5		79,2	
Trübungspunkt °C	+4		-3		-12	
Stockpunkt "	-5		-9		-14	
Viskos. b. 20°C	1,34°E		1,30°E		1,27°E	
Cetanzahl	68		65,5		83,5	
Gew. Engler: Beg.	192 von Fraktion		190		203	
200°	-		0,6		-	
25°	11,8		18,0		12,3	
50°	25,2		41,7		42,8	
300°	74,7		79,1		88,2	
25°	87,5		90,9		97,2	
40°	94,0		96,0		98,9	

Untersuchungen Dr. Baumister.

Produkt No.	528a	529a	566a
Spez. Gewicht/70°	0,804	0,790	0,7805
Anilinpunkt	113	109,5	111
Schmelzpunkt	45,8	37,7	31,5
Krackstufe			
% Krackrückstand	7,44 (0,860/70° AP. 91°)	6,46 (0,847/70° AP. 69°)	5,87 (0,809/70° AP. 98,5°)
% Verluste	2,56	3,40	4,63
% Olefine	62,00	59,63	59,50
% Gas + Verluste	27,75	30,50	30,00
Polymerisation			
% auf Olefine = 100			
Schlamm	20,8	21,0	21,0
Rohöl	79,2	79,0	79,0
" gewaschen	69,5	72,0	72,0
Wäscheverlust	9,7	7,0	9,0 ?
Rückstandsöl	50,6	57,0	54,5
Vorläufe	18,9	15,0	17,5
0 ₂ /99°	5,4	6,5	6,41
V. J.	110°	110°	108°
Flammpunkt	282°	285°	286°
Stockpunkt	-51°	-30°	-37°
Anilinpunkt	130°	137°	141°
Conradson Kokstest	0,33	0,31	0,25

Aus dem Schlamm sind 10-15 % Heissdampfzylinderöl
gewinnbar.

Hydrierung von Erdölparaffinen für die Schmierölsynthese. II.

Zusammenfassung

In Fortsetzung früherer Versuche mit Neutralöl-Paraffingatsch Lützkendorf und Petrolatum Oslebshausen (Deutsche Vakuum-Öl) wurden Schwerölparaffin Lützkendorf und Paraffingatsch Wedel i. Holstein (Deutsche Vakuum Öl) mit K 7846 W bzw. K 7846 hydriert. Die Produkte wurden nach Abdestillieren der leichten Anteile über Kracken bzw. Chlorieren auf Schmieröl aufgearbeitet, wobei folgende Ergebnisse erhalten wurden:

Ausgangsmaterial	Paraffingatsch Wedel		Schwerölparaffin Lützkendorf	
Hydrierung auf % Rückst.	(95) ¹⁾		66,2	55
Temp. mV/Durchsatz	22/0,8		25,5/0,4	25,5/0,5
Schmieröl über	Kracken	Chlorieren	Kracken	Chlorieren
Spalte Nr.	1	2	3	4
<u>Ausbeute Gew. %</u>				
Benzin	1,0	1,0	7,4	
Dieselloil	14,0	16,5	26,2	
Rückstands-Schmieröl	17,7	27,8	22,6	(liegt noch nicht vor)
Sonstige Schmieröle (Vorläufe, Schlammöle)	18,5	55,7	11,6	voraus-sichtlich befriedi-gend)
Gase (Hydrier.+Kracken bzw. Chlorieren)	28,0	2,0	19,0	
Krackrückstand	8,6	0	6,7	
Schlämme u. sonst. Verluste	12,2	4,0	6,5	
<u>Produkteigenschaften</u>				
<u>Benzin:</u> Endpunkt			200	
O.Z. Research			28	
<u>Dieselloil:</u> Spez. Gew./20°	0,842	ca. 0,842	0,802	
Siedebereich	200-325	200-325	200-345	
Stockpunkt °C	-2	ca. -2	-10	
Cetanzahl	60	ca. 60	77	
<u>Rückstands-Schmieröl</u>				
Viskosität °E/99°C	8,8	9,8	6,9	
V.J.	80		116	
Kokstest %	0,5	3,4	0,33	
Flammpunkt °C	275	312	296	
Stockpunkt °C		3	-32	

1) bezogen auf Rückstand im Ausgangsprodukt.

Der Hydrierrückstand aus Schwerölparaffingatsch Lützkendorf war demnach für die Synthese von Flugstatoröl über Kracken geeignet, während derjenige aus Paraffingatsch Wedel eine schlechte Ölsäure und ein Öl von nicht ausreichender Qualität ergab. Dies ist in erster Linie auf den sehr niedrigen Reinparaffingehalt¹⁾ des Wedeler Gatsches zurückzuführen (35 %); ob durch schärfere Hydrierbedingungen eine ausreichende Qualität zu erreichen ist, erscheint fraglich. Für die Heißdampfzylinderölsynthese über Chlorieren sind die Hydrierückstände in beiden Fällen brauchbar.

Unter Heranziehung der früheren Ergebnisse bei der hydrierenden Raffinierung von Erdölparaffingatschen (vgl. Bericht I Nr. 208771 vom 25. Nov. 1942 Dr. Donath) ergeben sich charakteristische Unterschiede zwischen Destillatparaffingatschen einerseits und Rückstandsparaffingatschen andererseits. Erstere lassen sich, da bei ihnen keine stärkere Spaltung von hochmolekularen Anteilen erforderlich ist, bereits unter milderer Bedingungen verarbeiten (22 mV), wobei der Anilinpunkt des Vakuumrückstandes über 200° schwach und der Anilinpunkt des Rückstandes stärker (etwa 10°) ansteigt. Letztem erfordern höhere Temperatur (23,5 mV) und unter Umständen sogar einen verringerten Durchsatz, wobei Reinparaffingehalt und Anilinpunkt mehr oder weniger stark absinken. Der Schmelzpunkt der Reinparaffine bleibt im ersteren Falle praktisch erhalten, während er im letzteren Falle entsprechend der stärkeren Senkung des Siedebereiches um ca. 10° absinkt.

Die hydrierten Rückstände entsprachen wie bei den früher untersuchten Erdölparaffinen nicht den Anforderungen der Paraffinoxydation hinsichtlich der Beziehung zwischen spez. Gewicht und Schmelzpunkt. Nach früheren Versuchen dürfte der Rückstand aus Schwerölparaffin Lützkendorf möglicherweise aber trotzdem für die Oxydation noch brauchbar sein. Das Ergebnis eines Oxydationsversuches in Oppau (Dr. Keuncke) steht noch aus.

Zur Beurteilung der Brauchbarkeit von noch nicht hydrierten Paraffinproben wurden aufgrund der gefundenen allgemeineren Gesetzmäßigkeiten auf Kurvenblatt 4 Diagramme gezeichnet, welche gestatten, bei der raffinierenden Hydrierung von Erdölparaffingatschen mit K 8376 aus den wichtigsten Eigenschaften der Ausgangsgatsche die entsprechenden Eigenschaften der Hydrierrückstände in Abhängigkeit von dem Ausmass der gleichzeitigen Spaltung (Neubildung $\approx 350^\circ$) abzulesen und insbesondere abzuschätzen, welche Mindestspaltung man in Kauf nehmen muss, damit die Rückstände für die Schmierölsynthese über Kracken und Polymerisieren brauchbar werden.

1) Unter Reinparaffin ist hier das mit Benzol-Butanon (1:6) bei -25° isolierte Paraffin verstanden.

Hydrierung der Paraffingatsche.

In 0,5 Ltr.- und 1 Ltr.-Öfen wurden Paraffingatsch von Wedel 1. Molstein (Deutsche Vakuum Öl A.G.) = P 1539 v. 29.9.42 und Schwerölparaffin (Rückstandsparaffin) Litzkendorf = P 1556 vom 5.12.42 mit verschiedenen Tonerdekontakten bei 230 atm mehr oder weniger stark spaltend hydriert. Proben der erhaltenen Produkte wurden auf ihre Eignung für die Schmierölsynthese über Kracken bzw. Chlorieren untersucht. Die folgenden Tabellen geben eine Übersicht über die Versuche und Versuchsbedingungen.

Verarbeitung von Paraffingatsch Wedel (P 1539, spez. Gew. 0,822/70° A.P. 94° Schmelzpunkt 31,5°)

Kontakt	K 8376 10 mm Pillen	K 7846 Körner		K 8941-Tonerde + 85g MoO ₃ /Lt. 10 mm Pillen
Temp. °C	21	20,5	22	22
" °C	408	400	425	425
Durchsatz kg/Ltr. Std.	0,67	0,8	=	0,77
cbm Gas/kg Öl	2	2	=	2,1
% P 471	1	0,5	=	0,5
Anfall: spez. Gew./70°	0,804	0,811	0,798	0,796
AP/Schmelzpunkt	-	-	97/23,5	93,5/28,2
Ofen	316	308/III	=	308/III
Kontakt ccm/g	450/326	1000/840	=	910/583
Datum 1942	12.11. b	15.11. ab	16.11. ab	25.11. b III c
Betriebsstunden	489	199	223	166

Verarbeitung von Schwerölparaffin Litzkendorf (P 1556, spezifisches Gewicht 0,834/70° A.P. ~125° Schmelzpunkt 60,5°)

Kontakt	K 8376 10 mm Pillen					
	20,5	21	22	23	23,5	23,5
Temp. °C	400	408	425	442	451	451
Durchsatz kg/Ltr. Std.	0,8	0,64	0,53	0,425	0,425	0,32
cbm Gas/kg Öl	2	2,5	2	2,5	2,5	3,3
% P 471	0	0	0	0	0	0
Anfall: spez. Gew./70°	0,827	0,818	0,806	0,772-1)	0,776	0,765
Anilinpunkt	125	124	100,5	103-113	105,5	100,5
Schmelzpkt.	60,8	59,7	56,5	51,5-51,5	45,5	40
Ofen	308	=	=	=	=	=
Kontakt ccm/g	940/750	=	=	=	=	=
Datum 1942	12.12. a I	12./13.12.	13.-15.12.	15.-21.12.	22.-24.12.	24.-27.12.
Betriebsstunden	234	~250	~500	320-470	480-520	530-590

1) anscheinend gewisses Abklingen in dieser längeren Fahrperiode.

Bei der Verarbeitung von Paraffingatsch Wedel geben die verschiedenen Tonerdekontakte, die verwendet wurden, auf gleiche Temperatur bezogen sehr ähnliche Ergebnisse. Untersuchungen der Ausgangsparaffine und einzelner Proben der hydrierten Produkte sind in den Anlagen (Paraffingatsch Wedel) und 2 (Schwerölparaffin Lützkendorf) enthalten. Untersuchungen der zur Schmierölsynthese verwendeten Vakuumrückstände und der zugehörigen Vorlaufaktionen in Anlage 3.

Im folgenden sollen die wichtigsten Hydrierungsergebnisse mit denen der früheren Versuche (vgl. Bericht I) kurz zusammen gefasst werden (s.s. die angehängten Kurvenblätter).

1) Veränderung der Siedebereiche durch die Hydrierung.

Ausgangsprodukt	Vakuumstiedekurve 17mm				Hydrierbedingungen		Hydrierungsanfall		
	% Paraffin	% >200	200-225	>225	Temp. mV	Durchsatz	% >200	200-225	>225
Destillatparaffine									
Paraffingatsch Wedel	35	5	35,5	3,5	22	0,8	21	78	1
Neutralölparaffin Lützkendorf	57	0	82	18	22	0,8	24,5	67	8,5
Rückstandsparaffine									
Petrolatum Oslebshansen	79	0	21	79	23,5	0,8	51	47	2
Schwerölparaffin Lützkendorf	75	0	7	93	23,5	0,43	33	47,5	17,5
					23,5	0,32	(40-45)	(45-50)	(10)

2) Veränderung der Produkteigenschaften durch die Hydrierung

Ausgangsprodukt	Spez. Gew. 10°		Schmelzpunkt	Hydrierbedingungen		Vakuumrückstand des Hydrierungsanfalles				
	AP.	AD.		Temp. mV	Durchsatz	% von Anfall	Spez. Gew. 10°	AP.	Schmelzpunkt	Benutzbarkeit
Destillatparaffine										
Paraffingatsch Wedel	0,822	94	31,5	22	0,8	84	0,800	102	33	ungeeignet
Neutralölparaffin Lützkendorf	0,841	103,5	43,5	22	0,8	63	0,802	113	47,2	brauchbar
Rückstandsparaffine										
Petrolatum Oslebshansen	0,829	123,5	55,6	23,5	0,8	49	0,781	110	38	brauchbar
Schwerölparaffin Lützkendorf	0,834	123	60,5	23,5	0,5	41	0,777	109	34,7	brauchbar
				23,5	0,43	66	0,792	119,5	51,5	brauchbar
				23,5	0,32	50-55				

) mit Benzol-Etanon (1:6) bis -25° isoliertes Paraffin.

3) Veränderung der mit Butanon-Benzol (1:6) isolierten Paraffine durch die Hydrierung.

Paraffin im Ausgangsprodukt	Hydrierbedingungen					Paraffin im Vakuumrückstand				
	%	Spez. Gew. 70°	Spez. Gew. 15°	Schmelzpunkt	Temp. Durchsatz	% im Rückstand	Spez. Gew. Gesamt	Spez. Gew. 70°	Schmelzpunkt	
Destillatparaffine										
Paraffingatsch Wedel	53	0,768	113	46,5	22	0,8	59,5	53	0,764 (113)	46,5
Neutralölparaffin Lützkendorf	57	0,806	120,5	53,5	22	0,8	60	45	0,788 (122)	52
Rückstandsparaffine										
Petrolatum Oslebs-Hansen	79	0,818	132,5	57,5	23,5	0,8	59,5	29	0,774	114,5
					23,5	0,5	56,5	23	0,770	113,5
Schwerölparaffin Lützkendorf	75	0,818	125	62,5	23,5	0,43	72	47	0,788	122
					23,5	0,32				

Danach erfordern die Rückstandsparaffine eine höhere Verarbeitungstemperatur bei eventuell sogar verringertem Durchsatz, da bei ihnen 60 und mehr %, die im Vakuum über 325° sieden, heruntergespalten werden müssen, damit sie in den für die Schmierölsynthese über Kracken erwünschten Siedebereich fallen. Damit geht eine stärkere Spaltung zu Benzin + Dieselöl parallel, sodass im allgemeinen bei Rückstandsparaffinen nach der Hydrierung eine kleinere für die Schmierölsynthese geeignete Fraktion übrigbleibt als bei Destillatparaffinen. Dieser Nachteil wird z. Teil durch den höheren Reinparaffingehalt¹⁾ der Rückstandsparaffine bzw. ihrer Hydrierungsrückstände ausgeglichen. Ein Unterschied zwischen Destillatparaffinen und Rückstandsparaffinen zeigt sich auch in der verschiedenen Steilheit der Kurven auf Kurvenblatt 1, welche die durch die Hydrierung bewirkte Änderung der Eigenschaften der Reinparaffine zeigen. Die grössere Steilheit der Kurven bei den Destillatparaffinen spricht für ihre leichtere Raffinierbarkeit. Auffallend ist ferner, dass bei den Destillatparaffinen der Anilinpunkt des Vakuumrückstandes >200° durch die Hydrierung erhöht, bei den Rückstandsparaffinen dagegen gesenkt wird. Neben der leichteren Raffinierbarkeit der Destillatparaffine spielt hierbei vermutlich auch der verschiedene Reinparaffingehalt und die verschiedene starke Änderung des Siedebereiches beider Gruppen von Paraffingatschen eine Rolle. Der Schmelzpunkt der Reinparaffine bleibt bei den Destillatgatschen praktisch ungeändert, während er bei den Rückstandsgatschen stärker erniedrigt wird.

Die Hydrierungsrückstände wurden mit Ausnahme desjenigen von Paraffingatsch Wedel, welcher einen extrem niedrigen Reinparaffingehalt aufwies, im Krackversuch in Oppau als für die Schmierölsynthese brauchbar beurteilt.²⁾ Sie liegen auch im spez. Gewicht

1) Der Rückstand aus Wedeler Gatsch ergab schlechte Schmierölanalysen und schlechten V.J., unter Koksbildung beim Kracken.
 2) Unter Reinparaffin ist hier und in folgenden stets das mit 100% Butanon (1:1) in Menge von 6 Teilen auf 1 Teil paraffinhaltiges Öl bis -23° isolierte Paraffin verstanden, das dem Hoyle'schen ähnlich und im allgemeinen nur wenig ölhaltiger als dieses ist.

- Anilinpunkt - Diagramm mit Ausnahme des Rückstandes aus Paraffingatsch Wedel im Innern oder an Rande des (in Kurvenblatt 2 schraffierten) Bereiches, der von Oppau als für die Schmierölsynthese geeignet angegeben wurde.

Ob bei dem Wedeler Gatsch eine schärfere Fahrweise zu einem brauchbaren Produkt geführt hätte, muss offengelassen werden. Die Siedekurve des Vakuumrückstandes lag unter den jetzigen Fahrbedingungen mit Endpunkt $\sim 300^\circ$ bereits schon ziemlich tief. Für die Heissdampfzylinderölsynthese über Chlorieren war das Produkt aus Wedeler Gatsch noch brauchbar, da hierbei offenbar auch durch Hydrierung gut raffinierte nicht paraffinische Bestandteile in stärkerem Maße mit verwertet werden können. Es fällt auf, dass unter gleichen Bedingungen der Wedeler Gatsch erheblich weniger stark gespalten wurde als das Neutralölparaffin Bütakanerf, was vielleicht mit den verschiedenen Paraffingehalten beider Gatsche zusammenhängt. Im allgemeinen war allerdings keine stärkere Bevorzugung der Spaltung von paraffinischen oder nichtparaffinischen Bestandteilen zu erkennen, wie man etwa aus dem Vergleich der Paraffingehalte im Ausgangsgatsch und in den entsprechenden Hydrierrückständen sieht, die sehr ähnlich sind (mit Ausnahme des anscheinend unnötig scharf gefahrenen Petrolatums aus Oslebshansen, bei dem eine gewisse Abnahme des Paraffingehaltes im Rückstand eingetreten war). Die absolute Paraffinmenge wird bei schärferer Hydrierung erheblich verringert. Es bedingt eine Andeutung dafür, dass bei den Destillatparaffinen unter paraffingehaltes eintritt, während unter schärferen Bedingungen bei Destillat- und Rückstandsparaffinen eine geringe Verminderung erfolgt.

Die hier in 1-Ltr.-Öfen verarbeiteten Erdölgatsche waren in ihrer Zusammensetzung und Herkunft so stark verschieden voneinander, sodass auf Grund der in den voranstehenden Tabellen angegebenen Daten im allgemeinen auch für andere Gatsche die zu erwartenden Daten und die voraussichtliche Brauchbarkeit für die verschiedenen Verwendungszwecke (Kracken, Chlorieren, Oxydation) geschätzt werden können.

Kracken der Hydrierungsrückstände und Schmierölsynthese.

Schmieröl aus Hydrierungsrückstand aus Paraffingatsch Wedel. 1)

Der Hydrierungsrückstand mit spez. Gewicht $0,800/70^\circ$ und Anilinpunkt 102 wurde bei $495 - 545^\circ$ 11mal im Krackofen durchgesetzt, die Steigerung der Temperatur bis auf 545° musste erfolgen, um ein Verhältnis¹⁾ Durchsatz von mindestens 20% zu erzielen. Krackausbeuten s. untenstehende Tabelle. Nach der Krackung zeigten die zur Ofenfüllung verwendeten Stahlspäne überraschenderweise starken Koksansatz (11% auf eingesetztes Paraffin). Der Krackrückstand hatte spez. Gewicht $0,842/70^\circ$ und Anilinpunkt 77 . Die Polymerisation der Olefine ergab neben dem in der Tabelle aufgeführten Öl $21,6\%$ Schlamm²⁾, $9,4\%$ Waschverluste des Rohöls und 22% Vorlauf-

Umsatz

1) Nach den im Schreiben des Ammoniaklaboratoriums an die Abt. Mineralöle vom 30.12.42 (Lu 538 Nr. 88948) mitgeteilten Ergebnissen.

2) Aus dem noch Heissdampfzylinderöl gewonnen werden kann.

81. Nach dem Urteil von Dr. Baumeister ist ein Produkt wie die hier verwendete hydrierte Probe aus Paraffingatsch Wedel aufgrund der mitgeteilten Daten für die Schmierölsynthese nicht geeignet.

Schmieröl aus Hydrierungsrickstand aus Schwerölparaffin Lützkendorf²⁾.

Der Hydrierungsrickstand mit spez. Gewicht 0,792/70° und Anilinpunkt 120° wurde bei 514° neunmal im Krackofen durchgesetzt, wobei der Umsatz pro Durchsatz mit 24,5 % ausreichend war. Die Späne zeigten in diesem Falle nur einen schwarzen, lackartigen Überzug. Der Krackrückstand hatte ein spez. Gewicht von 0,809/70° und Anilinpunkt 97°. Die Polymerisation ergab neben dem in der Tabelle aufgeführten Flugmotorenöl 16,6 % Schlamm¹⁾, 8,0 % Waschverluste des Rohöls und 17,6 % Vorlauföl. Das Hydrierprodukt aus Schwerölparaffin wurde als für die Schmierölsynthese brauchbar beurteilt.

Ausgangsmaterial	Paraffingatsch Wedel	Schwerölparaffin Lützkendorf
Probe Nr.	675a	768a
Ofen/Datum 42	308/III/16.11.	308/15.4 16.12.
<u>Hydriererubente</u>		
Gew. % Benzin	1,0	7,4
" Gasöl	14,0	26,2
" Paraffinrückstand	84,2	66,2
<u>Krackausbente bezogen auf Paraffinrückstand</u>		
Gas	31,4	28,4
Olefine	52,8	59,0
Krackrückstand	10,2 ³⁾	10,1
Verluste	5,6 ³⁾	2,5
<u>Polymerisationsausbente bezogen auf Olefine</u>		
% Rückstandsöl	47	57,7
z/99°	8,79	6,93
V.3.	80	118
Kokstest %	0,50	0,35
Flammpunkt °C	275°	296°
Stockpunkt	-	-32
% Rückstandsöl auf hydrierten Paraffinrückstand	21	34,0
% auf Ausgangsmaterial der Hydrierung	17,7	22,6

- 1) Aus dem noch Heissdampfzylinderöl gewonnen werden könnte.
- 2) Entsprechendes Schreiben vom 23.2.43 (Lu 538 Nr. 90557).
- 3) Davon 1,2 % Koks (auf eingesetztes Paraffin bezogen).

Heissdampfzylinderölsynthese über Chlorieren

Probekörper der hydrierten Paraffinrückstände wurden ferner von Dr. Christmann/Dr. Gebing mit folgendem Ergebnis auf Heissdampfzylinderöl verarbeitet:

Angangsmaterial:	Probe 675a 84,2% Rückstand aus hydrierten Paraffingatsch Wedel	Probe 768a 56,2% Rückst. aus hydrierten Schwerölparaff. Lützkendorf	Probe a = Zeitzer 55% Rückst. Paraffin aus hydriertem Schweröl paraff. Lütken- dorf
Ausbeuten (bezogen auf hydrierten Rück- stand): Mittelöl (-200° Vakuum an Spindelöl (3° E/20° Paraffin Zylinderöl Verlust	3,0 42,0 3,0 45,0 5,0	nicht genauer untersucht, voraussichtlich einigermassen brauchbar.	Verarbeitungs- ergebnis steht noch aus 2,0 36,0 3,0 41,0 6,0
Eigenschaften des Zy- linderöls: Spez. Gewicht/20°C Viskosität b ₁₀₀ 99°C Flammpunkt °C Stockpunkt °C Kokstest	0,929 9,8 322 - 3,4		0,911 9,0 330 - 2,1

Der Rückstand aus dem hydrierten Paraffingatsch Wedel ist danach trotz seines relativ niedrigen Paraffingehaltes von unter 40 % für die Herstellung von Heissdampfzylinderöl über Chlorierung nur wenig schlechter geeignet als Zeitzer Paraffin. Ähnlich ist wohl auch der Rückstand der schwächer hydrierten Probe aus Schwerölparaffin Lützkendorf zu beurteilen, der einerseits infolge seines höheren Paraffingehaltes (niedrigeren spezifischen Gewichtes) günstiger, andererseits aber infolge seiner höher reichenden Siedekurve (35 % > 350°) ungünstiger ist als Probe 675a. Eine Beurteilung des Rückstandes aus der stärker hydrierten Probe, die voraussichtlich günstiger ausfallen wird, liegt z.Zt. noch nicht vor.

Paraffinoxydation.

Von der Probe 768a (aus Schwerölparaffin Lützkendorf) wurde auch Produkt an Dr. Heunecke, Oppau zur Prüfung auf seine Eignung zur Paraffinoxydation gesandt, das Prüfungsergebnis steht noch aus. Es ist aber zu bemerken, dass von den Hydrierrückständen keiner nach spez. Gewicht, Schmelzpunkt und Siedekurve den Anforderungen entsprach, die von Oppau für Rohstoffe für die Oxydation angegeben werden. Dies ist auf den relativ niedrigen Paraffingehalt der Rück-

stände zurückzuführen. Die mit Butan-Benzol abgetrennten Paraffi-
ne selbst liegen bei den Hydrierrückständen mit Ausnahme derjenigen
aus Schwerölp^{araffin} Mitzkendorf innerhalb des Randes der für die
Oxydation als brauchbar bezeichneten Paraffine (Vgl. Kurvenblatt-1).

gez. Reite

Gemeinsam mit
Dr. Donath
Dr. Schiffmann
Dr. Gesing

Raffinierende Hydrierung von Paraffingatsch der Deutschen
 Vakuum Wedel/Reinstain.

Ofen Datum 1942		508/III 15.11.ab	508/III 25.11.be	308/III 16.11.ab		
Kontakt		7846	6941	7846		
Temp. mV		20,5	22	22		
Durchs. kg/Ltr./Std.	P 1539 v. 29.9.42	0,8	0,77	0,8		
Druck atm		230	230	230		
Farbe	gelbbraun	gelblich	weiss	weiss		
spez. Gew. b. 70°/12°	0,822/94	0,811/97,5	0,796/93,5	0,800/96,5		
Schmelzpunkt	51,5	32	28,2	29,6		
Viskos. b. 99°	1,22 g					
Kokstest %	0,03					
Ge. Engleg:						
" -200° C	85,92 %					
" -250° C	13,52 %					
" -300° C	0,41 %		3,0	1,2		
" -325° C	0,015 %		7,0	2,7		
" -350° C	0,14 %		14,8	7,0		
	15,67 %	1,05	23,2	15,0		
		6,0	39,6	32,0		
		15,2				
<u>Paraffinbestimmung</u> mit Benzol-butanon (1:1)						
1:6 bei -23°:						
% Paraffin						
spez. Gew. b. 70° C/AP.	0,768/115°					
Schmelzpunkt	46,5					
% Restöl:						
spez. Gew. b. 20°	0,881					
Anilinpunkt	80					
Viskos. b. 20° C	5,1 g					
" b. 50° C	1,9 g					
Schmelzpunkt	-18°					
<u>Vak. Kurve (b. 17 mm Hg)</u>						
	% addiert	% eins.	Schmelz- pkt.	% addiert	% eins.	Schmelz- pkt.
% -200°	4,9	4,9	21,	21,2	21,2	1140/20°
" -250°	24,6	39,7	21,	46,8	25,6	1107/70°
" -300°	60,4	35,8	28,5	77,2	30,4	96
" -350°	85,4	25,0	37,0	91,4	14,2	96
" -375°	94,8	9,4	44,5	97,9	6,5	800
" -25°	98,4	3,6	51,0	99,0	1,1	-
BH.	100	1,6	54,5	100	1,0	-
	Spez. G. b. 70°	AP.		Spez. G. b. 70°	AP.	
% -200°	0,848/20°	75,5		71,	73,0	
" -250°	0,853/25°	84,3		91,7	93,3	
" -300°	0,806/70°	93,5		33,0	103,3	
" -350°	0,820	100		40,7	109	
" -375°	0,828	105,5		47,5	115	
" -25°				52,5	-	
BH.				59,0	-	
			Prod. ist wenig verän- dert	Prod. ist der von 16.11. Kuhli		

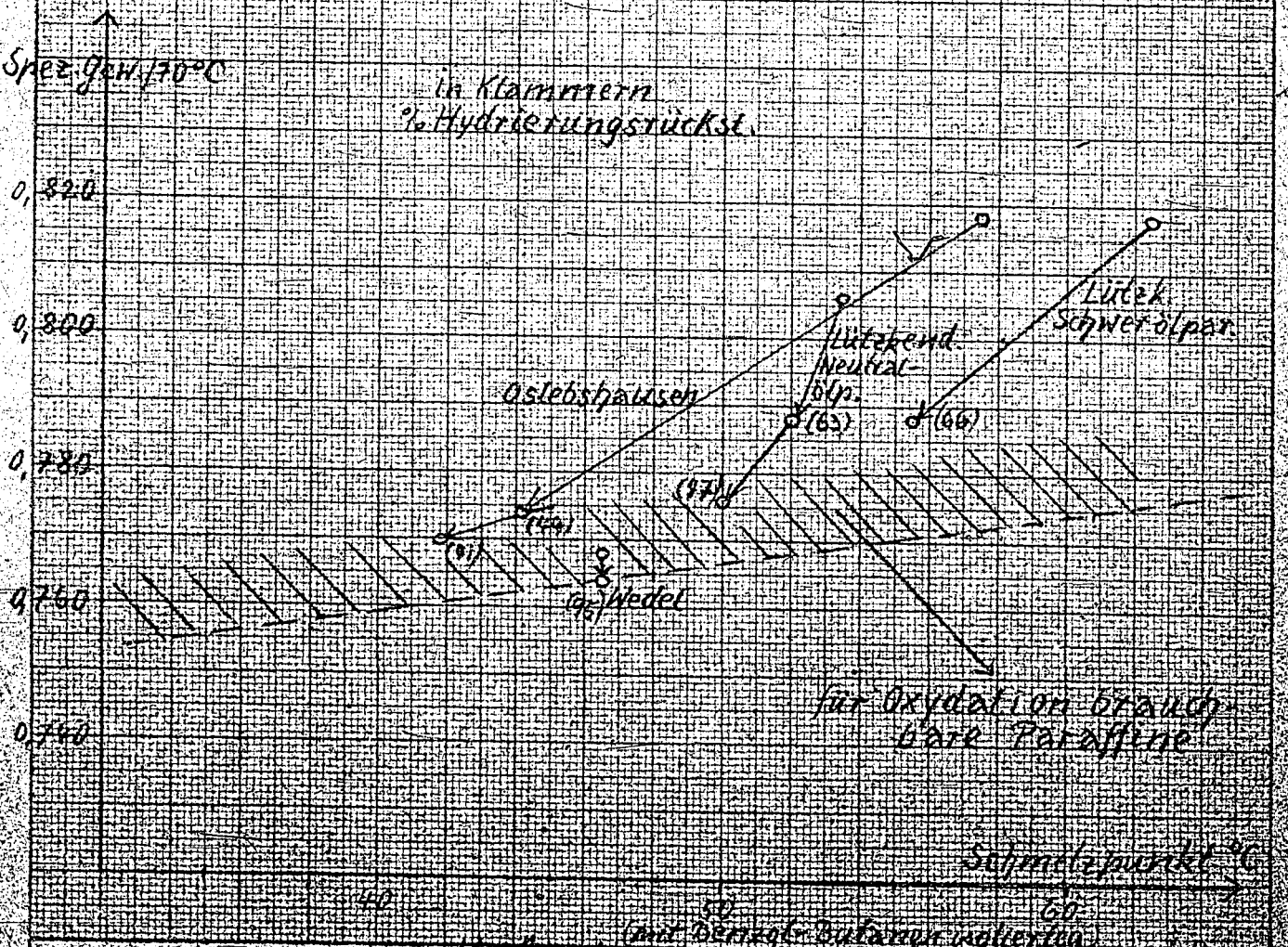
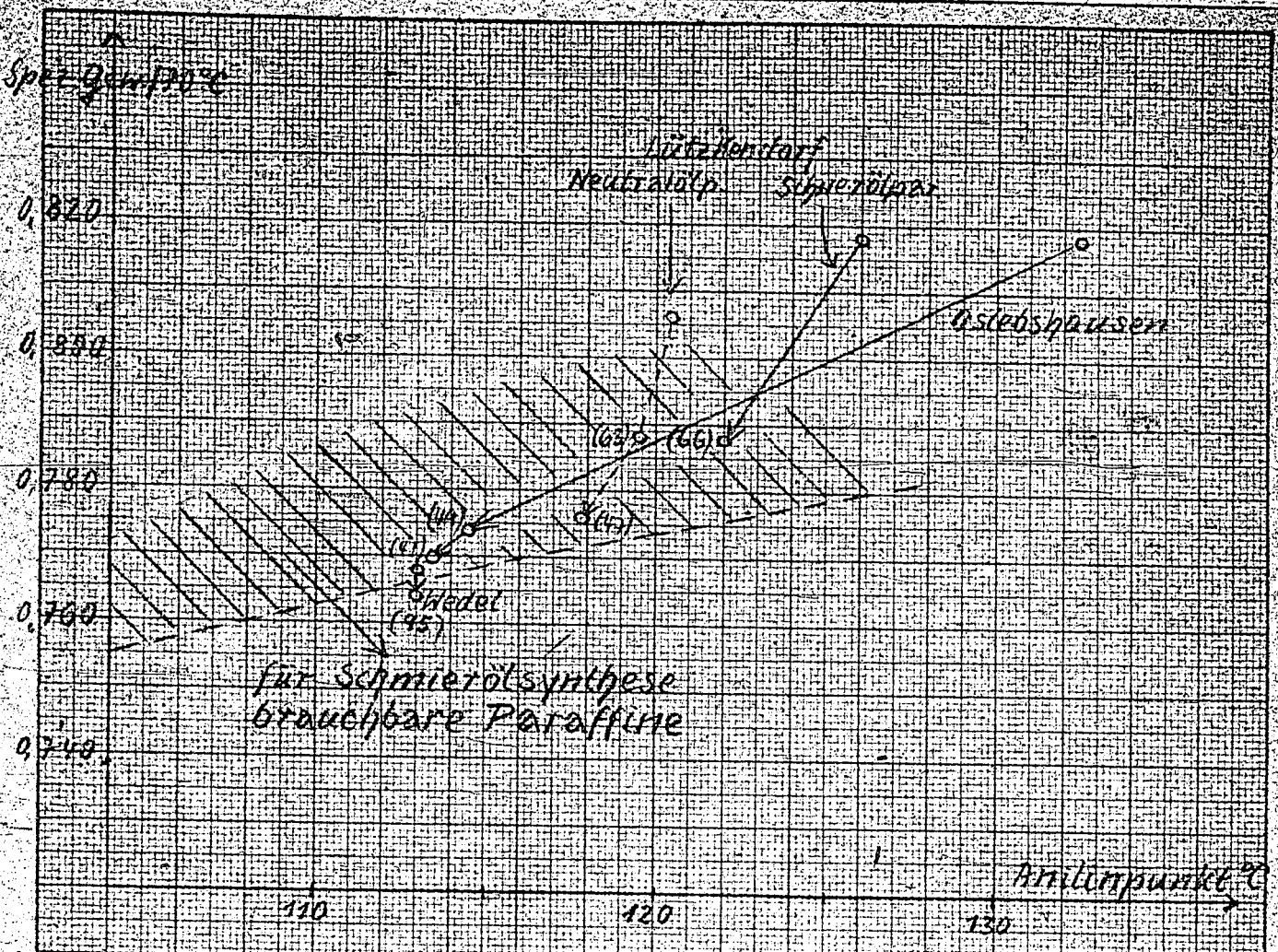
Raffinerende Hydrierung von Schwerölpaffin
Gutzendorf.

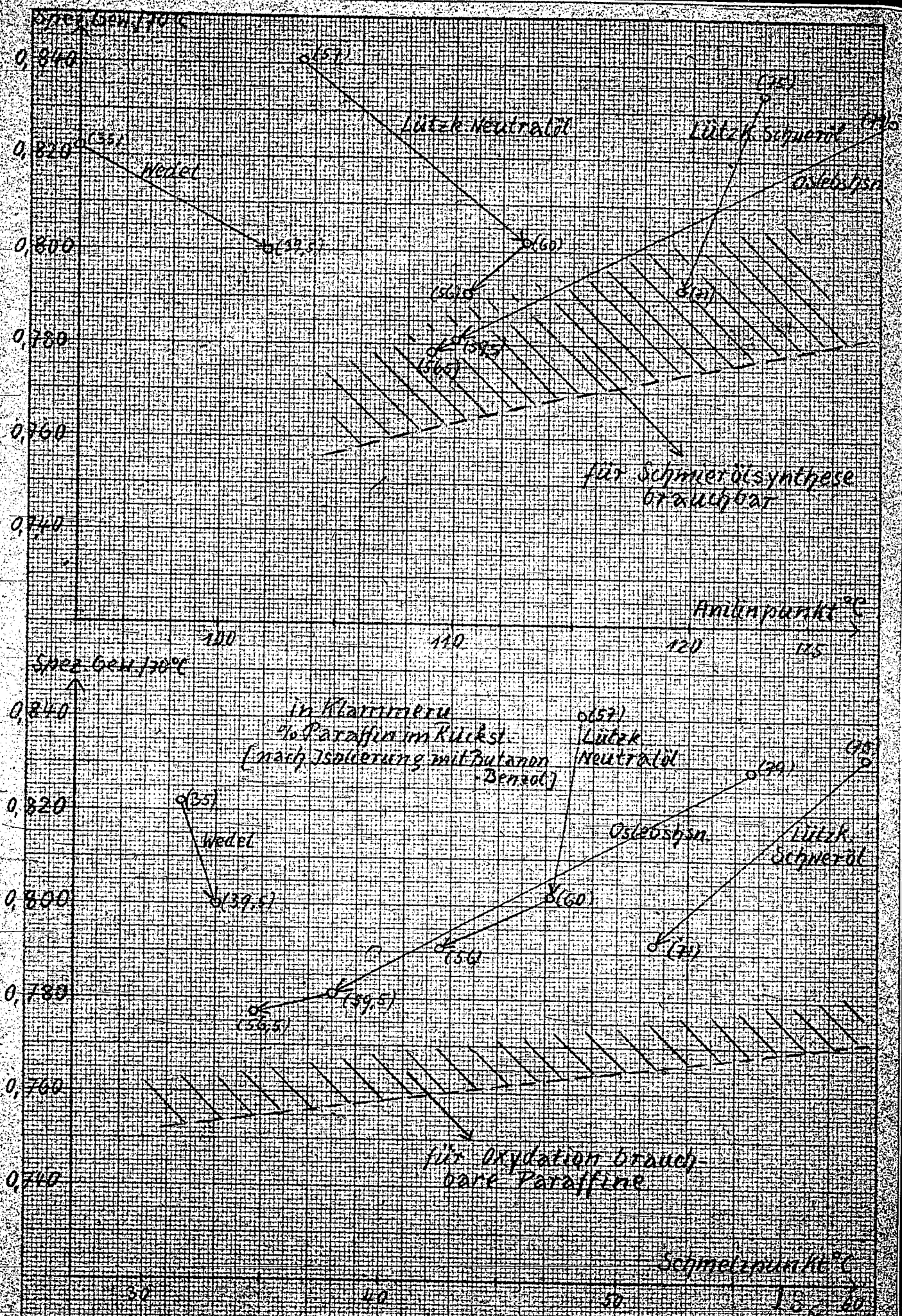
Datum		Ofen 308	
P 1556		15. + 16.12.1942	
v. 5.12.42		Kontakt 8376	
		Temp. mV 25	
		Durchs. 0,4	
		Druck atm 250	
Farbe	dunkelbraungrün	gelblich	
spez. Gewicht	0,834/70°	0,780/70°	
AP. / Sm.	ca. 123 60,5	108 4 5	
Viskos. b. 99°	1,82° E		
Asche	Spur		
2-Asph.	Spur		
vw. Engler:			
% -190°	35,97 % 0	85,17 % 0	
" -200 "	13,60 " H	14,32 " H	
" -25 "	0,06 " 0	0,45 " 0	
" -75 "	0,02 " H	0,028 " H	
" -300 "	0,35 " E	0,031 " E	
" -325 "			
" -350 "			
	15,8 g H/100°	16,8 g H/100°	
	Molgew. 489	Molgew. 357	
Paraffinbestimmung mit			
(1:1) Benzol-Dibanon			
1:6 bei -23°			
% Paraffin	75 %	47,0 %	
spez. Gew. b. 70°/AP	0,818 126	0,788 122° AP	
Schmelzpunkt °C	82,5	55,5° Sm.	
% Restöl:	ca. 25 %	ca. 50 %	
spez. Gew. b. 20°/AP	0,916 ca. 57°	0,815 ca. 97°	
Viskos. b.	50° C 10,5° E	50° C 1,25° E	
Vak.-Kurve (b. 15 mm Hg)			
	%	%	sp. Gew. °C
	addiert eins.	70	Sm.
		AP.	
% -200°			
" -25 "			
" -50 "			
" -75 "			
" -300 "			
" -25 "	6,8	6,8	0,807 52
RU.	100	93,2	0,838 61
			ca. 124
			100
			17,4
			0,803 53
			133
			76°
			102°
			109
			114°
			119
			124°
			133

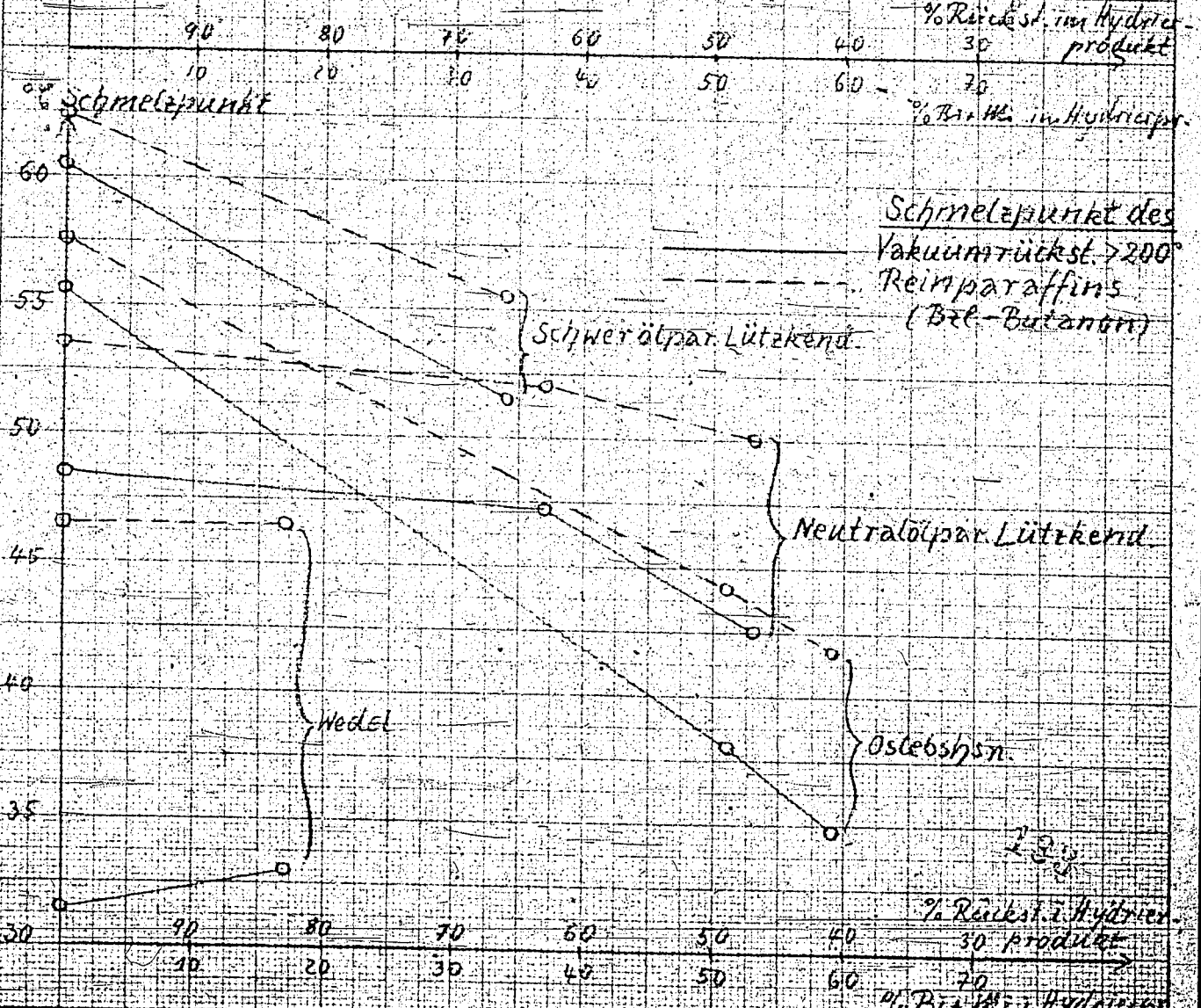
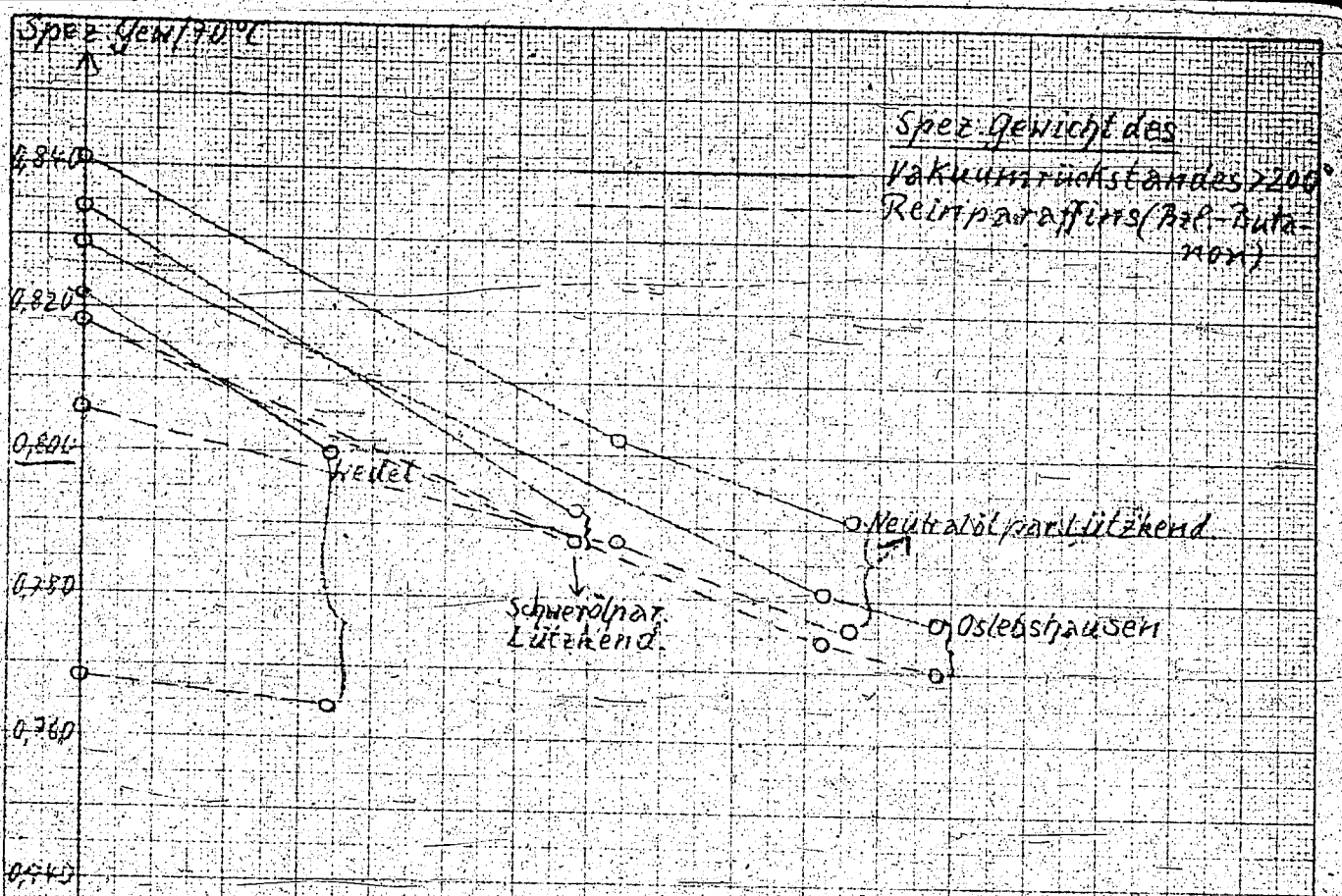
Vakuumzerlegung: Proben für Dr. Baumeister/Oppau bzw. Dr. Christmann/Dr. Gessig für Schmierölsynthese und Vorlaufprodukte.

Ausgangsmaterial	Paraffingatsch Wedel	Schwerölparaffin Lützkendorf	
Temperatur mV	22	23,5	
Durchsatz	0,8	0,45	
Ofen/Datum 1942	308/III/16.11.	308/15.+16.12.	
<hr/>			
% Vorlauf bis 190°C (Vakuum)	15 %	33,6 %	
Spez. Gewicht/20°C	14 mm 0,837	12 mm 0,790	
Anilinpunkt	+ 68,5	+ 74,7	
Viskosität °E/20°C	1,34		
Gew. Engler %			
-180°C	-	16,5	
-200°C	8,1	26,2	
-250°C	29,5	39,7	
-300°C	65,6	73,0	
-325°C	82,6	85,9	
-350°C	93,9	96,9-345°	Paraffinbestim. im Vakuumrückstand aus hydr. Paraffingatsch Wedel.
<hr/>			
Vom Vorlauf % Benzin -190°C	7 %	22,0 %	(mit Butanon-Benzol (1:1) 1:6 bei -23°C)
Spez. Gewicht/20°C		0,751	
AP. I/II		60,7/63,1	% Paraffin 39,5
ASTM: %			Spez. Gew./70 0,754
-120°C		12	
-150°C		53	
-170°C		82	
-180°C		90,5	Schmelzpkt. °C 46,5
-190°C		95	
-200°C		98,5	% Restöl 60,5
Zusammensetzung: Gew. %			Spez. Gew./20°C 0,859
Paraffin		73,5	AP. 94
Naphthene		22	Viskos. b. 20°C 4,0 °E
Aromaten		3,5	
Ungesättigte		1	
O. Z. Research Meth.		26,0	
<hr/>			
Vom Vorlauf % Gasöl	93 %	77,8 %	
Spez. Gewicht/20°C	0,842	0,802	
AP.	69,8	78,7	
ASTM: %			
-225°C		20,4	
-250°C		43,6	
-300°C		84,0	
-325°C		93,0	
Endpunkt °C		345-377,1	
Stockpunkt °C	-2	-10	
Cetanzahl	60	77	
<hr/>			
% Vakuumrückstand 190°C	84,2 % ¹⁾	66,2 %	
Spez. Gewicht/70°C	0,800	0,792	
Schmelzpunkt °C	+ 33	+ 51,5	
AP.	102	119,5	
Siedebeginn	334	-	
% -350	10,5	-	
Vak. Siedkurve: Beginn (12 mm)	200	160	
	96% -275	64,3% -300°	
		90,9% -350°	
Probe Nr.	(675a)	(768a)	

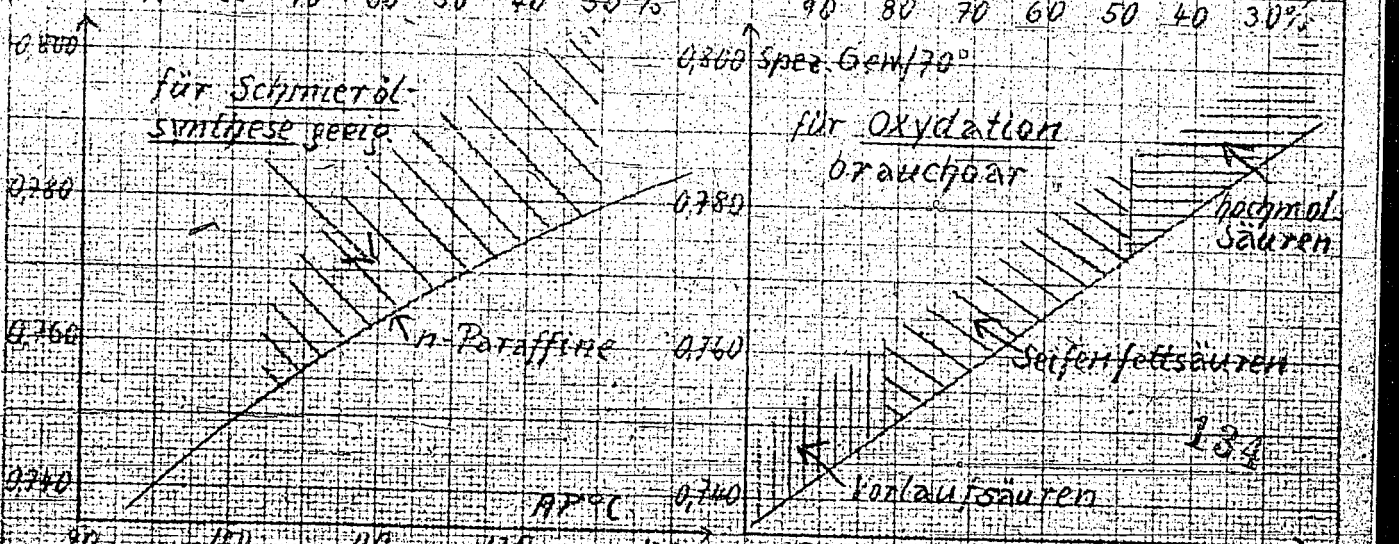
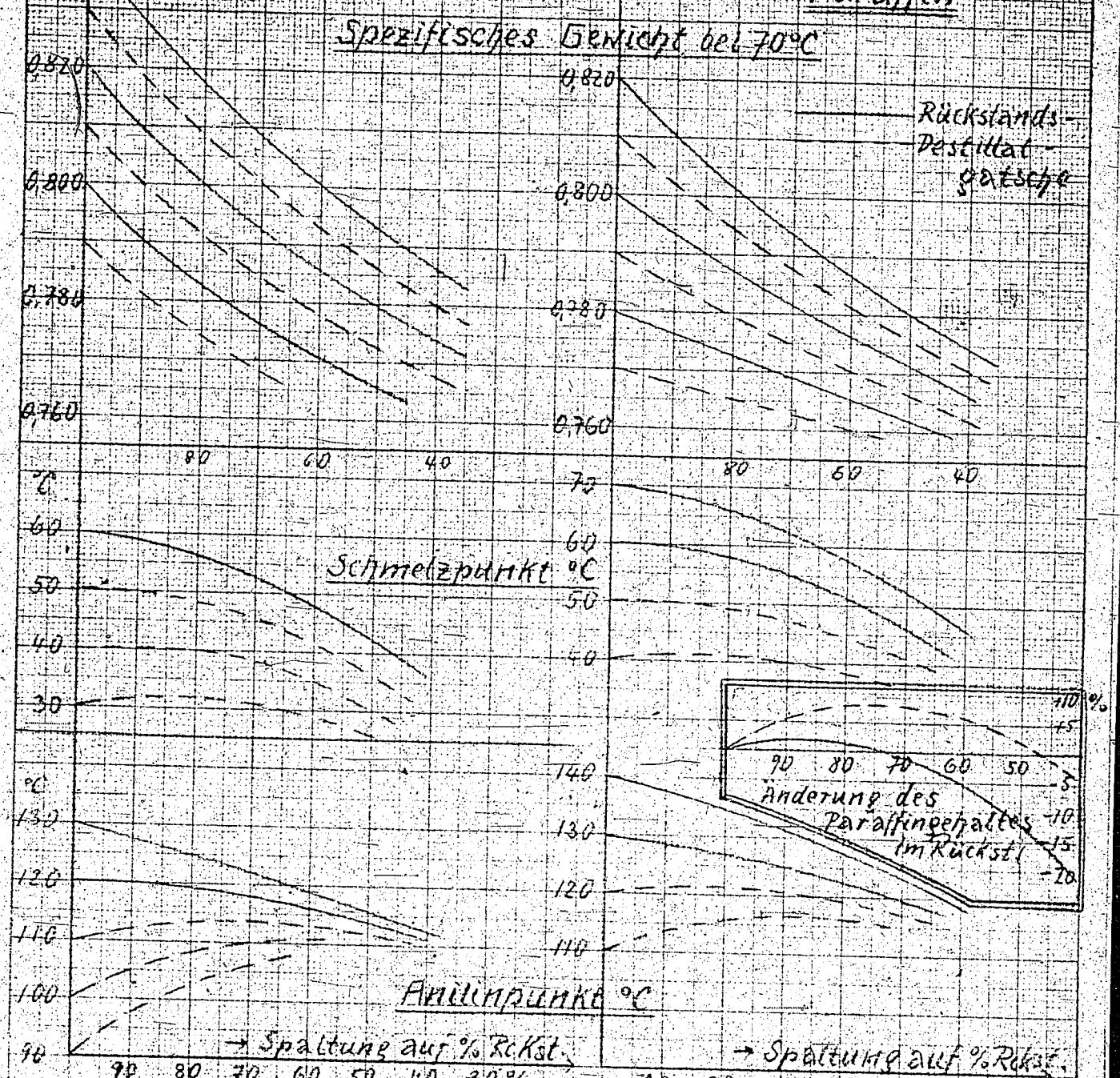
1) Das Ausgangsprodukt enthält selbst bereits etwa 10 % Vorlauf.







Kaffinierende Hydrierung von Erdölparaffinen mit K₂S₂O₈
Vakuumrückstand > 200° Mit Benzol-Burkolon isoliert
Paraffin



Hochdruckversuche Lu.

13

Dr. Chr.

TA/TPr.Op 471.Ha. 23.2.1942.L.

Schmierölprüfung.

Es wurden die von Ihnen übersandten Öle P 18 und P 20 im Vergleich mit Rotring D geprüft. Dabei ergab die Reibungsmessung (Bild 1) in der Kettenmaschine für P 18 etwas höhere Reibungszahlen als P 20, das mit Rotring D etwa gleich hoch lag.

Die Verschleißmessung (Bild 2) führte für P-Öl 18 zu einem Kurvenverlauf, der sich mit dem des Rotring D deckt, während P-Öl 20 etwas geringere, also günstigere Verschleißwerte liefert.

Die beiden Versuchsöle verhalten sich also hinsichtlich Schmierfähigkeit ähnlich wie Rotring D, wobei P 20 etwas bessere Eigenschaften zeigt als P 18. Es würde uns interessieren, worin der Unterschied zwischen den beiden Ölen besteht.

TECHNISCHER PRÜFSTAND OPPAU.

Anlage:

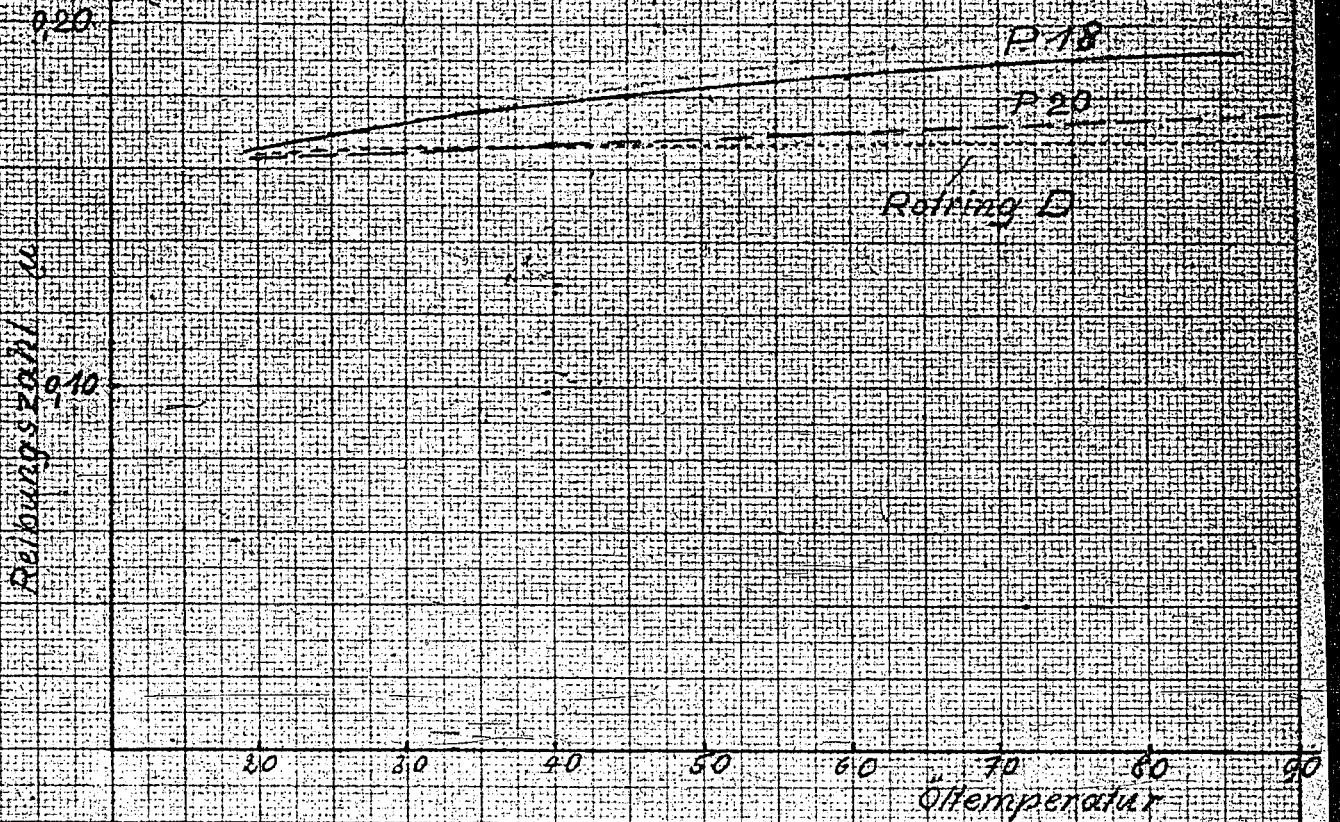
1 Skizze TPrS 1927.

2 Ø ds. Schrbs.

80901

Reibungsmessung.

Bild 1



mm.
2.0

P-Öl 18

Rotring D

Bild 2

Verschleißmessung.

spez. Belastung: 57 kg/cm²

Verkurzung eines Messingstiftes

P-Öl 20

50

100

136

150°C

Öltemperatur

16

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Pier

Synthetische Heiz- und Lampenöle.

Rohestoffe:

Als Rohstoffe für die Synthese von Heißdampfzylinderölen kommen in Frage: Hart- oder Weichparaffin (40° - 52°C), Fischer-Paraffingetrich, hochsiedende Toluolfraktionen (280-320°C), Erdölparaffin (letzteres nur für das Crackverfahren) und paraffinische Olefine, die bei der Reduktion von CO nach dem Mitteldruckverfahren erhalten werden.

Verfahren:	Chlorverfahren	Crackverfahren
Ausbeuten % auf Paraffin (mittleres Molg. 320)		
Heißdampfzylinderöl	42 - 50 %	35 - 45% (Flammpt. 340-310°C)
Spindelöl und leichtes Butteröl	38 - 30 %	30 - 20 %
schweres Mittelöl	5 %	—
Verlust	65 %	—
C ₂ -C ₄ -Olefine	—	15 %
Methan	—	15 %

Die nach beiden Verfahren hergestellten Heißdampfzylinderöle haben ungefähr die Qualität eines pennsylvanischen Öles und folgende Eigenschaften:

	Chlorver- fahren-Öl	Crackver- fahren-Öl	Pensylv. Öl	Rhein- preußen-Öl
Spez. Gew.	0,900	0,870	0,900	0,950
Visc. 99°C	5 - 8 ^{DE}	5 - 8 ^{DE}	5 - 8 ^{DE}	5 - 8 ^{DE}
Visc. I.	105	100-105	100	84
Conradson-Test	1,5-2,0 %	0,4-0,7%	2,5-3,5%	1-2 %
Stockpunkt	- 10°C	- 20°C	0°C	- 10°C
Flammpunkt	320°C	310°C	320°C	320°C
mittl. Molg.	700-800	700-800	700-800	500-600

194250

Die Wärmebeständigkeit bei hohen Temperaturen von 500 und darüber ist bei dem nach dem Chlorverfahren hergestellten (besser. Das unter Zusatz von ca. 40 % Naphtalin und der Kog. in-fraktion (280-320°C) von Rheinpreußen hergestellte Öl ist im spez. Gewicht, V. I., Wasserstoffgehalt und mittleren Molegewicht erheblich schlechter als ein pennsylvanisches Öl.

Durch Lösungsmittel konnte die Ausbeute an Heißdampföl nur unwesentlich beeinflusst werden.

Durch Erhöhung des Chlorgehaltes (über 25 %) oder durch Zusatz von Naphtalin kann die Ausbeute an Zylinderöl auf 50 - 70% erhöht werden. Diese Öle sind jedoch im Wasserstoffgehalt, im Conradsonstest etwas schlechter und haben eine Viscosität über 6°E bei 100°C. Solche Öle könnten versuchsweise in Oppau in einer Dampfmaschine geprüft werden. Als Bright-stock von 12°E haben wir ca. 100 t eines solchen Öles von 12°E bei 100°C hergestellt und als Zusatzkomponente für Autöl ohne Beanstandung verwendet.

Die Polymerisation erfolgt unter Zusatz von ca. 10 % Bleicherde und 2 % ZnCl₂ bei Temperaturen von 30 - 250°C, wobei die Hauptreaktion bei 150°C stattfindet. Dieses Verfahren hat gegenüber dem AlCl₃-Verfahren den Vorteil, daß Polymerisation und Aufarbeitung in einer Stufe erfolgt. Eine Nachbehandlung mit Wasser, die meistens Korrosionen verursacht, ist nicht notwendig. Erfolgt die Polymerisation unter Druck mit weniger als 10 % Bleicherde, dann wird die Qualität an Zylinderöl in der Farbe und im Conradsonstest etwas verschlechtert. Es wurden sämtliche uns verfügbaren Bleicherden, auch mit HF behandelte durchprobiert. HF-behandelte Bleicherde brachte keine Verbesserung bei der Synthese.

Mischpolymerisationen mit Acetylen und Äthylen brachten nach früheren Versuchen kein Ergebnis. Neuere Versuche liegen noch nicht vor.

Polymerisation von Olefinen der Mitteldruck-CO-Hydrierung.

Die Ausbeuten an Gesamtschmieröl aus diesen Benzinen und Mittelölen schwankt zwischen 25 % - 50 %. Der Viscositätsindex bei den Polymerisationsprodukten aus Benzin ist 60 - 75, aus Mittelölen 80-110. Das beste Öl hatte folgende Eigenschaften:

- 3 -

spez. Gewicht	0,850
Viscosität	2,0 ^{CE}
Vol.	108
Flammpunkt	210 ^{CE}
Kokstest	0,2 %

Durch Toppen erhält man bezogen auf die Ausgangsprodukte 10 - 20 % Heißdampfzylinderöle, die in ihrer Qualität ungefähr den synthetischen Ölen entsprechen, die nach dem Crackverfahren aus Paraffin hergestellt sind.

ge. Christmann

17

Zurück an
Vorzimmer Dr. Dr.

Arbeiten über synthetische Schmieröle in den
Hochdruckversuchen.

1. ^{aus} Synthese Chlorkohlenwasserstoffen
 - a) Motorenöl und Zylinderöl
 - b) Parafflow
2. Voltolisierung von Paraffin
3. Herstellung von Olefinen und deren Polymerisation
 - a) Herstellung von Olefinen durch Kracken von Rohparaffin, Raffination der Krackprodukte und der Produkte der Mitteldrucksynthese aus CO mit selektiven Lösungsmitteln und Polymerisation zu Schmierölen
 - b) Flugmotorenöl aus Propylen
4. Herstellung eines V.I.-Verbesserers durch Alkylierung von Polystyrol.

Synthese aus Chlorkohlenwasserstoffen.

Die Synthese von Schmierölen durch Chlorierung von Kohlenwasserstoffen (z.B. Hydrierprodukten aus Braunkohle) und Polymerisation der Chlorprodukte wurde im Jahre 1927 entwickelt. Diese Ausgangsstoffe, die aus einem Gemisch von Aromaten, Naphthenen und Paraffinen bestehen, ergaben Schmieröle, die nach ihrem V.I. und ihren sonstigen Eigenschaften noch nicht als hochwertig anzusehen waren. Erst die Synthese aus Paraffin, die im Jahre 1929 durchgeführt wurde, lieferte ausgezeichnete Schmieröle, die in ihren Testen die besten pennsylvanischen Schmieröle noch übertrafen.

Chlorparaffin kann mit $AlCl_3$ oder $ZnCl_2$ zu Autoöl und Zylinderöl polymerisiert werden. Man kann auch so arbeiten, daß man zuerst HCl abspaltet und dann das ungesättigte Paraffin zu Schmieröl polymerisiert. Kondensiert man Chlorparaffin mit cyclischen Kohlenwasserstoffen z.B. Naphtalin, Anthracen oder Phenoläthern, so erhält man höhersiedende Schmieröle von $80^\circ E - 250^\circ E$ bei $100^\circ C$, die die Eigenschaften haben, bei geringen Zusätzen von 0,1 - 1 % den Stockpunkt von Autoölen wesentlich (z.B. von 0° auf $-25^\circ C$) zu erniedrigen und die Fließbarkeit dieser Öle bei tiefen Temperaturen zu verbessern. Der auf diese Weise hergestellte Stockpunktserniedriger Paraflow wird seit 1931 hier und bei der Standard Oil in U.S.A. hergestellt. Die in Amerika außer Paraflow noch im Handel befindlichen Stockpunktverbesserer „Santopour“ und „Pourex“ sind nach dem gleichen Verfahren aus Chlorparaffin und cyclischen

Kohlenwasserstoffen hergestellt und von unseren Patenten abhängig. In letzter Zeit wurde die Wirksamkeit von Parafflow noch erheblich verbessert dadurch, daß man bei der Kondensation noch geringe Mengen (0,5 %) Polystyrol verwendet. Polystyrol, das an sich unlöslich in Öl ist, wird bei der Kondensation mitalkyliert und dadurch öllöslich gemacht. Die Viskosität von Parafflowkonzentration wird auf ca. 100°E bei 100°C erhöht und die Wirksamkeit noch verdoppelt, sodaß zum Einstellen auf Handelsware nur noch ca. 7 % notwendig sind. Dadurch ist es jetzt möglich, in der gleichen Anlage, die ursprünglich für eine Produktion von 80 Jato vorgesehen war, ca. 1000 Jato zu produzieren.

Voltolisierung von Paraffin.

Das Voltol-Verfahren wurde 1904 von de Hemptine aufgefunden. Durch Einwirkung von Wechselströmen mit besonders hoher Periodenzahl werden aus fetten Ölen die Shell-Voltolöle und von der Firma Carel und Rogiers die Elektrionöle hergestellt. Im Jahre 1929 gelang es durch Voltolisierung von Paraffin Produkte zu erhalten, die eine Viskosität von über 100°E bei 100°C erreichen. Diese Produkte zeichnen sich dadurch aus, daß sie den Stockpunkt und auch den V.I.-Wert von natürlichen Mineralölen verbessern.

Herstellung von paraffinreichen Olefinen und deren Polymerisation.

Es war schon lange bekannt, aus paraffinreichen Olefinen durch Polymerisation mit $AlCl_3$ -Schmieröle herzustellen. Bereits Engler hat auf diesem Wege Amylen in Schmieröl verwandelt. Im Jahre 1929 wurden paraffinische Olefine durch ein Verfahren der Standard Oil of Indiana leicht zugänglich. Hierbei wird Paraffin in der Gasphase bei $500 - 540^\circ$ einer Krackung unterworfen. Die in einer Ausbeute von 70% anfallenden flüssigen Krackprodukte werden mit $AlCl_3$ zu hochwertigen Schmierölen polymerisiert, die in ihren Eigenschaften den synthetischen Ölen aus Chlorparaffin vielfach ähnlich sind. Der V.I. dieser Öle beträgt ca. 110-120. Verwendet man an Stelle von Paraffin einen Braunkohlenparaffingatsch oder ein Erdölpetrolatum, so erhält man auf diesem Wege Öle, die nur einen V.I. von 50-70 aufweisen. Im Jahre 1930 wurde gezeigt, daß man auch aus solchen Rohprodukten gute Schmieröle herstellen kann, wenn man die Krackprodukte einer selektiven Extraktion z.B. mit SO_2 unterwirft, wobei sämtliche Bestandteile, die schlechte Schmieröle geben, wie Diolefine, naphthenische Olefine oder Aromaten herausgelöst werden. Es gelingt auf diese Weise aus diesen Rohprodukten wieder Schmieröle mit einem V.I. von 100-120 mit ausgezeichneten motorischen Eigenschaften zu machen.

Paraffinische Olefine können in geringer Anzahl nach der drucklosen Kohlenoxyd-Hydrierung nach Fischer und Tropsch und in größerer Anzahl (bis 70%) bei der Mitteldruck-Co-Hydrierung nach Dr. Michael hergestellt werden. Aus den Mittelölen der Michael-Synthese lassen sich auf direktem Wege nur Schmieröle mit einem V.I. von von ca. 70 herstellen. Auch hier kann man durch Raffination mit SO_2 die Ausgangsstoffe soweit reinigen, daß bei der Synthese Autoöle oder Flugzeugmotorenöle mit einem V.I. von 100-110 anfallen, die sich bei Motorenversuchen im Prüfstand ausgezeichnet bewährt haben.

Synthetische Flugmotorenöle auf Propylbasis.

Außer der Polymerisation von reinem Äthylen kann man auch durch Polymerisation von Propylen unter Zusatz geringer Mengen (ca. 1 %) Polystyrol-viskose Öle herstellen, die als Zusatzöl zur Herstellung von Flugmotorenöl hervorragend geeignet sind. Das viskose Öl hat folgende Eigenschaften:

Spez. Gewicht 20°C	0,860
Viskosität 100°C	15-20cE
Conradson-Test	0,02 %
Molgewicht	ca. 800.

Durch Mischen von 35 % Propylen-Schmieröl mit 65 % leichtem Autoöl (Gargoyle A) erhält man folgendes Flugmotorenöl:

Spez. Gewicht	0,886
Viskosität 99°C	3,6cE
50°C	25,2cE
38°C	51,3cE
V.I.	98
Flammpunkt	225°
Conradson-Test	0,25 %.

Dieses Öl wurde mehrmals unter verschärften Bedingungen in Oppau im Einzylinder - BMW - Motor im Vergleich zu Äthylen-schmieröl und Rotringöl der Deutschen Vacuum - Öl A.G. gefahren. Die Laufzeiten der Öle waren folgende:

	Laufzeit
Rotring	8 h
Äthylen-Schmieröl + Gargoyle A	ca. 12 h
Propylen-Schmieröl + Gargoyle A	ca. 12 h
Propylen-Schmieröl + synth. Schmieröl	ca. 19 h

aus Synthese-Mittelöl (Dr. Michael).

Die Laufzeiten der mit Gargoyle A hergestellten Flugmotorenöle aus Äthylen oder Propylen waren demnach ca. 50 % besser als die des Rotringöles. Beim Ersatz von Gargoyle A durch ein synthetisches Schmieröl, das aus Synthese-Mittelöl (Dr. Michael) hergestellt war, wurde eine über 100 % verbesserte Laufzeit erzielt.

Das Flugmotorenöl aus Propylen in Mischung mit Gargoyle A (P 16) wird zur Zeit als Schmieröl für Überlade-Motorversuche an die D.V.L. und an B.M.W. München geliefert. Bis jetzt wurden ca. 2 500 kg geliefert, die ausgezeichnet beurteilt wurden.

Herstellung eines V.I.-Verbessers durch Alkylierung von Polystyrol.

Durch Polymerisation von Isobutylen mit BF_3 bei $-70^\circ C$ erhält man ein Polyisobutylen mit einem mittleren Molgewicht von 10-30 000, das zur V.I.-Verbesserung von Motorenölen hergestellt wird.

Es zeigte sich, daß man durch Alkylierung von Polystyrol mit Olefinen (Propylen oder höhere Olefine) ein Polyalkylstyrol erhält mit dem gleichen mittleren Molgewicht (10-30 000), das als V.I.-Verbesserer die gleichen Eigenschaften hat wie die Oppanole. Polystyrol (Molgewicht ca. 160 000) wird in Äthylenchlorid gelöst und bei gewöhnlicher Temperatur mittels BF_3 mit Olefinen alkyliert. Das durch die Alkylierung unlöslich gewordene Polyalkylstyrol ist bei der Herstellung der Propylenschmieröle, bei der bei einem Zusatz von 1 % Polystyrol gearbeitet wurde, versuchsweise hergestellt worden und hat bei der Prüfung der Flugmotorenöle im Vergleich zu Oppanol im B.M.W.-Motor gleiche Laufzeit ergeben.

gez. Christmann

Hochdruckversuche
Lu 558

Zurück an
Vorzimmer Dir. Dr. Plet

19. Januar 1942 Chr/Eb

(124)
Zur Herstellung von Propylen-Schmierölen.

Zusammenfassung des derzeitigen Standes.

Zweier-Mischungen von Propylenölen mit Duosolraffinaten können mit einem Viskositäts Index von ca. 97 und Laufzeiten von 16-20 Stunden im Einzylindermotor hergestellt werden. (Öl P 18)

Dreier-Mischungen (Zusatz von Aethylenschmieröl oder paraffin-synthetisches Öl) können mit einem Viskositäts Index von ca. 104 und einer Laufzeit von ca. 12 Stunden hergestellt werden. Ein Vollmotorversuch ist in Rechlin mit gutem Erfolg gelaufen. (P 20 Öl)

Die Laufzeit von neuem Rotring (mit 50% Aethylenöl) ist ca. 8-11 Stunden, der Viskositäts Index beträgt 105.

Mischungen von Propylen-Ölen mit Duosolraffinaten erzielen im Einzylindermotor bessere Laufzeiten als Mischungen von Aethylen-Ölen.

Kalt-Startöle mit 25 % Zusatz von Estern können nach Angaben von Herrn Dr. Zorn nur in einer Menge von 30 000 t hergestellt werden, da nur eine Erzeugung von 7 500 t Esterschmieröle möglich ist.

In einer Polymerisationsapparatur für Propylenöle in Pölitz können auch Paraffinkrackprodukte auf Schmieröl polymerisiert werden.

In der gleichen Apparatur ist auch die Herstellung von Propylbenzol (Kybol) möglich.

Zur Synthese von Schmierölen aus Propylen gingen von uns noch folgende Anmeldungen heraus:

O.Z.	10 800	vom	24.V.38.
"	" 10 994	"	24.VIII.38.
"	" 11 213	"	16.VII. 38.

198441

Propylen-Schmieröle.

Durch Polymerisation von Propylen mit $AlCl_3$ erhält man zunächst nur Öle mit einem verhältnismäßig schlechten Viskositäts Index von 50-80 und einem mittleren Molgewicht von 400-500. Durch Zusatz von ca 1% Oppanol oder Verwendung von ca 1% Polystyrol bei der Synthese, wobei letzteres in einem chlorhaltigen Lösungsmittel weitgehend alkyliert wird, erhält man Öle mit einem Viskositäts Index von ca 95-105, das in seiner Qualität die Eigenschaften eines guten Flugmotorenöles hat.

<u>Propylen-Schmieröl</u>		<u>Aethylen-Schmieröl</u>	
spez. Gewicht	0,842		0,854
Visc. 99°C	3,34°E		3,96°E
" 38°C	43,4°E		47,28°E
V.I.	100		110
Flammpunkt	180°C		185°C
Conradson Test	0,04 %		0,07 %
mittleres Molgew.	ca 470		ca 620

Dieses Propylen-Schmieröl hatte bei der Prüfung im BMW - Einzylinder Motor bei ausgezeichnetem motorischen Verhalten einen enorm hohen Verbrauch - wohl eine Folge seines niedrigen mittleren Molgewichts von ca 470-, so daß ein solches Öl als Flugmotorenöl nicht in Frage kommt.

Wird die Synthese bei Temperaturen von ca + 10°C in einem chlorhaltigen Lösungsmittel wie Aethylenchlorid ausgeführt, dann erhält man in einer Ausbeute von 90 % ein hochviscoses Öl mit folgenden Eigenschaften.

spez. Gewicht	0,858
Viskosität 99°	9°E
Flammpunkt	230°
Conradson Test	0,04 %
mittleres Molgewicht	800

Mit diesem Propylen-Schmieröl und Gargoyle A bzw. Intava-Mischkomponente 7 als Grundöle wurden folgende Flugmotorenöle hergestellt und im BMW Einzylinder-Motor ein Vergleich mit Rotring alt

und Rotring neu (mit 50 % Aethylen-Schmieröl) untersucht.

	P 16	P 18	P 20	Rotring alt	Rotring neu
	65% Gargoyle A 35% Propylenöl	72% Intava 7 28% Propylen- öl	52% Intava 7 23% Propylen- öl 25% SS 903		50% Intava 7 50% SS 906
spez. Gew.	0,882	0,880	0,873	0,892	0,870
Visc. 99°C	3,56°E	3,1	3,12	3,05	3,25
" 50°C	25°E	19,3	18,4	17,9	19,95
" 38°C	51,7	39,5	36,3	37,5	38,6
V.I.	96	97	104	98	106
Conradson Test	0,35%	0,2%	0,13%	0,25%	0,12%
Flammpunkt	225°C	225°C	221°C	275°C	230°C
Laufzeit	12 ^h	16-20 ^h	12 ^h	8 ^h	8-11 ^h

Die Schmierölversuchsläufe am BMW 132- Ölprüfmotor werden mit dem Rotringöl der Intava verglichen, das eine Laufzeit von ca. 8 Stunden ergibt. Die neuere Qualität Rotring, die aus 50% Aethylenschmieröl und 50% Intavaöl besteht, hat eine etwas bessere Laufzeit (8-11 Stunden).

Mischungen von Propylen-Schmierölen mit Gargoyle A hatten bisher im Einzylinder-BMW-Motor eine Laufzeit von ca. 12 Stunden (P16 Öl.) Dieses Öl wurde auch bei der DVL mit gutem Erfolg geprüft und für den hochbeanspruchten Überlade-Prüfmotor bevorzugt verwendet.

Verwendet man als Grundöl die Mischkomponente 7 der Intava (Duosolraffinat), so steigt die Laufzeit auf 16-20 Stunden (P18-Öl.), während das neue Rotring (50% Aethylenschmieröl + 50% Intavaöl) eine Laufzeit von 8-11 Stunden hat. Auf Grund dieser Versuchsläufe, die mehrfach durchgeführt wurden, kann man sagen, daß Mischungen von Propylen-Schmierölen mit Duosolraffinaten im Einzylinder-Motor sich in Bezug auf die Laufzeit besser verhalten als Mischungen von Aethylenschmierölen.

Da P-18-Öl nur ca. 30 % Propylen-Schmieröl enthält, wurde eine Dreiermischung (P20-Öl) bestehend aus

- 23 % Propylen-Schmieröl
- 25 % Aethylen-Schmieröl
- 52 % Mischkomponente 7

hergestellt, das im Einzylinder-Motor eine Laufzeit von ca. 12 Stunden

erreichte, die ca 30 % besser war als die vom neuen Rotring. Durch den Zusatz von 25 % Aethylen-Schmieröl wurde aber die Laufzeit von der Zweier-Mischung P18 von 16-20 Stunden wieder auf 12 Stunden verkürzt.

Dieses P20-Öl, das in seinem Viskositäts Index dem neuen Rotring entspricht (V.I.104), wurde in Rechlin im Ju 211 F Vollmotor mit gutem Erfolg gefahren. (Sonder-Bericht in Anlage).

Mit dem Reichsluftfahrtministerium (Herrn Keilpflug) wurde vereinbart, daß die Zweier-Mischung (P18-Öl) in Rechlin im Einzylinder BMW-Motor und im Vollmotor geprüft wird.

Kordmann

I Anlage