

Kölbel
19.7.38 2568

Schmieröl aus Kogasin und Teerdestillationsprodukten

V. Mitteilung

(Dr. Herbert Kölbel u. Dr. Albert Meusel)

	Seite
Einleitung	1
I. Bisherige Arbeitsweise der Schmierölkondensation geringe Alterungsbeständigkeit der synthetischen Schmieröle	1
II. Neue Arbeitsweise der Schmierölherstellung Gewinnung Alterungsbeständiger Schmieröle	3
1. Einfluß des Katalysators	4
2. Einfluß des Naphthalinreinheitsgrades	6
III. Verkokungsrückstand und Alterungsbeständig- keit der synthetischen Schmieröle im Vergleich mit handelsüblichen natürlichen Schmierölen	8
Zusammenfassung	11

Einleitung

In den bisherigen drei Mitteilungen über die Herstellung von Schmieröl aus Kogasin- und Teordestillationsprodukten ist ein Verfahren beschrieben worden, nach welchem man Schmieröle erhält, die hinsichtlich Viskosität und Viskositätsplöhe der Güte von mittelmäßig handelsüblichen Ölen entsprechen. Nachteilig wurde neben einer teilweise verhältnismäßig hohen Verkokungsneigung vor allem die geringe Alterungsbeständigkeit der synthetischen Öle empfunden. Die Beseitigung dieser Mängel ist das Ziel der gegenwärtigen Versuchsarbeiten. Über die bisher erzielten Fortschritte berichtet die vorliegende Mitteilung.

I. Bisherige Arbeitsweise

geringe Alterungsbeständigkeit der synthetischen Schmieröle

Man unterscheidet bei der Schmierölsynthese, ausgehend von chloriertem Schwerekogasin (Kp. 280 - 320°) und Naphthalin, eine Haupt- und eine Nachkondensation. Während für die Hauptreaktion mit gleichem Erfolg Aluminiumchlorid und aktiviertes Aluminium (oberflächlich mit Quecksilber aktiviert) verwendet werden, gelangt für die Nachkondensation ausschließlich aktiviertes Aluminium zur Anwendung. Abhängig von der Art des Katalysators und dem Reinheitsgrad des verwendeten Naphthalins, liegt das Temperaturgebiet der Hauptreaktion zwischen 60 und 90°, die Reaktionsdauer zwischen 4 und 8 Stdn. Die Nachkondensation wurde allgemein bei 125° über einen Zeitraum von 6 Stunden durchgeführt. Die nach diesem Verfahren hergestellten Schmieröle zeigten, wie bereits erwähnt, neben einer schwankenden Verkokungsneigung eine nur geringe Alterungsbeständigkeit. Nach der künstlichen Alterung der Öle nach einer abgeänderten Methode des Britischen Luftfahrtministeriums (British Air Ministry Test: 12 stündiges Durchleiten von 10 Ltr. pro Stunde Luft bei 172°) wurde im allgemeinen ein starkes Ansteigen der Viskosität und, was besonders nachteilig ist, eine erhebliche Zunahme des Verkokungsrückstandes um rund 100 % beobachtet.

In dieser Hinsicht unterscheiden sich die nach dem bisherigen Schmierölverfahren hergestellten Öle unvorteilhaft von den handelsüblichen natürlichen Ölen.

Während die Verkokungsneigung unserer synthetischen Schmieröle auf die Verwendung des aromatischen Kondensationspartners, des Naphthalins, zurückzuführen ist, wie später noch näher ausgeführt wird, hat die geringe Alterungsbeständigkeit auf Grund der Ergebnisse der vorliegenden Arbeit eine andere Ursache.

Für die Zunahme der Verkokungsneigung nach der Alterung sind vornehmlich gewisse ungesättigte Verbindungen verantwortlich zu machen. Diese erleiden unter dem Einfluß höherer Temperatur unter Mitwirkung des Luftsauerstoffs eine Kondensation unter Bildung hochmolekularer, vielleicht sauerstoffhaltiger Körper, welche die Erhöhung des Verkokungsrückstandes und der Viskosität bedingen.

In allgemeinen wurde die Beobachtung gemacht, daß ein gewisser Zusammenhang besteht zwischen der Farbe des Schmieröls und seiner Alterungsbeständigkeit. Helle gelblich gefärbte Öle, wie sie nach der in Absatz II beschriebenen neuen Arbeitsweise meist erhalten wurden, erwiesen sich durchweg als alterungsbeständiger als rotbraun bis tiefblau gefärbte Öle. Nun ist bekannt, daß ungesättigte Verbindungen mit konjugierter Doppelbindung ($-C=C-C=C-$) als Farbstoffträger anzusprechen sind. Vielleicht ist die Annahme berechtigt, daß es sich bei den ungesättigten Verbindungen, die zur geringen Alterungsbeständigkeit der Öle Veranlassung geben, um solche mit konjugierter Doppelbindung handelt.

Das Auftreten dieser ungesättigten Verbindungen mußte also bei der Schmierölkondensation vermieden werden. Da das Aluminiumchlorid nicht nur als Katalysator für Kondensationsreaktionen dient, sondern im gleichen Maße unter veränderten Versuchsbedingungen (höhere Temperatur) auch Spaltreaktionen katalysiert, lag die Annahme nahe, daß die mehrstündige Nachkondensation bei der höheren Temperatur von $125 - 130^\circ$ über eine Crackreaktion zu jenen

ungesättigten Körper führt. Durch Abänderung der bisherigen Arbeitsweise, Durchführung der Nachkondensation nach Abtrennung des Katalysators der Hauptreaktion, konnte in der Tat die Alterungsbeständigkeit der synthetischen Schmieröle ganz erheblich verbessert werden.

III. Neue Arbeitsweise der Schmierölherstellung

Gewinnung alterungsbeständiger Schmieröle

Nach Beendigung der Hauptkondensation wird das in Schwerbenzin gelöste Kondensationsprodukt von der Katalysatordoppelverbindung abgezogen. Durch geringe Mengen kolloidal gelöster Doppelverbindung ist die Lösung dunkel gefärbt und undurchsichtig. Sie wird unter Rückfluß zum Sieden erhitzt. Hierbei tritt ein beachtlicher Effekt ein, die kolloidale Doppelverbindung wird ausgeflockt und kann von der nunmehr vollkommen klaren, gelb bis gelbrot gefärbten Lösung leicht durch Filtration abgetrennt werden.

Nach der früheren Aufarbeitung bildete die kolloidal gelöste Doppelverbindung mit der Bleicherde häufig schleimige Ausscheidungen, welche die Filtration sehr erschwerten.

Das nach der neuen Arbeitsweise erhaltene klare Filtrat wird nach Zugabe von 0,6 g aktiviertem Aluminium (bezogen auf etwa 150 g Schmieröl) unter Rückfluß eine halbe Stunde zum Sieden erhitzt (etwa 200°). Hierbei tritt äußerlich keine erkennbare Veränderung der Lösung ein. Wie die vorliegenden Ergebnisse des Versuchs 117a und 117b in Tafel 1 jedoch erkennen lassen, ist die Wirkung dieser Nachkondensation ganz prächtig. Gegenüber dem nicht nachkondensierten Öl 117a, das aus der gleichen Hauptkondensation stammt, ist die Viskosität des Öles 117b von 11,43 auf 12,03^mE bei 50° gestiegen. Von überragender Bedeutung ist aber die erzielte Alterungsbeständigkeit, wie die Zahlen für den Conradstest und die Säurezahl erkennen lassen. Während bei dem nachkondensierten Öl 117b der Verkokungsrückstand nach der Alterung mit 0,44 gegen 0,395 vor der Alterung praktisch unverändert geblieben ist, steigt der Verkokungsrückstand des nicht nachkondensierten Schmier-

Oles 117a von 0,385 auf 1,46 nach der Alterung.

Versuch M 117 zeigt, daß die nach der Hauptkondensation noch vorhandenen reaktionsfähigen Bestandteile in Gegenwart von aktiviertem Aluminium in Polymerisationsprodukte überführt werden (Anstieg der Viskosität). Im nicht nachkondensierten Öl 117a sind die gleichen Veränderungen offenbar für die geringe Alterungsbeständigkeit verantwortlich zu machen.

Das in Tafel I zuletzt angeführte Beispiel (M 135) läßt die Erwartung berechtigt erscheinen, daß an Stelle der Nachkondensation mit aktiv. Aluminium unter Rückfluß unmittelbar eine Erhitzung mit etwa 5 % Tonsil (bezogen auf Schmieröl) erfolgen kann. Diese letzte Beobachtung erfordert allerdings noch eine Nachprüfung.

Die beiden Versuche M 123 u. 139 in Tafel I lassen den Fortschritt in der Alterungsbeständigkeit gegenüber der früheren Arbeitsweise deutlich erkennen. In allen Fällen stammen die Ole a und b jeweils aus der gleichen Hauptkondensation. Erst nach ihrer Beendigung erfolgte die Aufarbeitung getrennt voneinander. Nach der früheren Arbeitsweise (Nachkondensation bei 125° mit aktiv. Aluminium im Reaktionsgefäß in Gegenwart des Katalysators der Hauptreaktion) steigt die Verkohlungseigung nach der Alterung von 0,91 auf 1,24 bzw. von 0,64 auf 1,50. Der geringere Anstieg des Verkohlungsrückstandes nach der neuen Arbeitsweise von 0,477 auf 0,65 bzw. 0,508 auf 0,771 beweist die gute Alterungsbeständigkeit der nach der neuen Methode erhaltenen Schmieröle. Ähnliche Verhältnisse beobachtet man bei den Säurezahlen.

Es sei darauf hingewiesen, daß zu den in Tafel I angeführten Schmierölversuchen Naphthalinsorten verschiedenen Reinheitsgrades benutzt wurden, woraus sich die unterschiedlichen Werte der Conradsonprobe erklären.

II 1. Einfluß des Katalysators

In den früheren Berichten wurde bereits auf die in gewisser Hinsicht unterschiedliche Wirkungsweise von Aluminiumchlorid und aktiv. Aluminium für die Kondensationsreaktion hingewiesen. Danach werden mit Aluminiumchlorid

1. Einfluss der Nachkondensation

Katalysator	Ausgangsmaterial 1,3 Cl-Kogasin- Schwerbenzin	Nachkonden- sation	Spez. Gew. bei 20°	% Cl	Viskositätsz.		Vp.	Contracontent		Säurezahl frisch gealtert	
					20	50°		frisch gealtert	frisch gealtert		
a	aktiv. Al	keine Rückfluß	0,9286	0,07	74,1	11,43	2,1	0,38	1,46	0,04	1,76
b	"	Rückfluß	0,9301	0,07	80,6	12,03	2,1	0,39	0,44	0,02	0,08
c	"	Kolben 100°	0,9307	0,21	85,1	12,21	2,25	0,510	1,24	0,02	0,74
d	"	Rückfluß	0,9336	0,28	85,6	12,18	2,2	0,477	0,650	0,04	0,27
e	"	Kolben 126°	0,9252	0,03	60,3	9,65	2,15	0,640	1,50	0,00	0,68
f	"	Rückfluß	0,9251	0,19	70,7	10,87	2,12	0,508	0,771	0,09	0,20
g	"	2 % Tonsil	0,9280	0,28	74,3	11,34	2,2	0,612	0,683	0,17	0,22
h	"	Rückfluß	0,9214	0,23	65,4	10,41	2,07	0,620	0,705	0,18	0,18

2. Einfluss des Katalysators

Katalysator	Ausgangsmaterial 1,3 Cl-Kogasin- Schwerbenzin	Nachkonden- sation	Spez. Gew. bei 20°	% Cl	Viskositätsz.		V.	Contracontent		Säurezahl frisch gealtert	
					20	50°		frisch gealtert	frisch gealtert		
a	Al Cl ₃	Rückfluß	0,931	1,18	122,4	16,52	2,16	0,578	0,862	0,18	0,57
b	"	"	0,937	0,09	107,5	15,15	2,08	0,62	1,02	0,02	0,56
c	AlCl ₃ + Al-Gries	keine Rückfluß	0,928	0,02	73,9	10,94	2,28	0,873	0,591	0,01	0,09
d	aktiv. Al	"	0,9301	0,07	76,3	11,36	2,18	0,396	0,636	0,03	0,38
e	"	Rückfluß	0,9340	1,0	80,6	12,02	2,1	0,395	0,44	0,05	0,09
f	"	"			73,4	11,13	2,18	0,49	0,63	0,08	0,21

Schmieröle größerer Zähigkeit aber auch mit größerer Polhöhe erhalten. Die Ausbeute an Schmieröl liegt bei Verwendung von Aluminiumchlorid im allgemeinen etwas höher. Dagegen zeichnen sich die mit aktiv. Aluminium kondensierten Schmieröle durch einen niedrigeren Konradsontest aus. Diese Beobachtungen konnten, wie die Ergebnisse in Zahlentafel 2 zeigen, hinsichtlich Viskosität und Verkokungsrückstand bestätigt werden. Ausgehend vom Reinnaphthalin liegt die Viskosität der mit Aluminiumchlorid kondensierten Öle um etwa 5 °E höher (Versuch M 132 und 138). Der Verkokungsrückstand erscheint auch unter Berücksichtigung der größeren Viskosität reichlich hoch. Besonders in der Alterungsbeständigkeit ergeben sich im Verhalten der mit Aluminiumchlorid und aktiv. Aluminium hergestellten Schmieröle bemerkenswerte Unterschiede zugunsten des aktiv. Aluminiums, wie die in Tafel 2 aufgeführten Werte für Konradsontest und Säurezahl erkennen lassen.

Bezüglich des Reaktionsverlaufes während der Hauptkondensation kann gesagt werden, daß mit aktiv. Aluminium die Reaktion nach etwa 1/2 stünd. Einleiten von gasförmiger Salzsäure einsetzt (oberflächliche Bildung von Aluminiumchlorid). Wegen der ~~exothermen~~ Reaktion steigt die Temperatur langsam an. Die Reaktion wird immer lebhafter, meist unter Aufschäumen des Kondensationsgutes. Jedoch hat man es in der Hand, durch Änderung der Rührintensität bis zum Stillsetzen des Rührers die Heftigkeit der Reaktion weitgehend zu beeinflussen. Der Kondensationsprozeß erfordert allerdings in den ersten Minuten eine genaue Überwachung. Nach Abklingen der Reaktionswelle verläuft die Kondensation bis zum Schluß in normaler Weise.

Bei der Übertragung des Verfahrens in den technischen Betrieb werden bei Verwendung von aktiv. Aluminium wahrscheinlich Schwierigkeiten zu erwarten sein. Wegen der gegenüber dem Laboratoriumsversuch geringeren Rührgeschwindigkeit besteht unter Umständen die Möglichkeit, daß der körnige Katalysator am Boden des Reaktionsbehälters liegen bleibt und so eine hinreichend intensive Berührung mit dem Kondensationsgut in Frage gestellt ist. Ein

weiteres Problem stellt bei Gelingen der Kondensation die Abführung der enormen Reaktionswärme dar, um das Überschaumen des Reaktionsgemisches zu vermeiden.

Die Kondensation mit Aluminiumchlorid geht gegenüber der mit aktiv. Aluminium merklich weicher vor sich. Jedoch ist auch hier die Temperatursteigerung infolge der exothermen Reaktion bisweilen ganz erheblich, ohne daß aber das beim aktiv. Aluminium übliche Aufschäumen eintritt.

Zwischen diesen beiden Katalysatoren aktiv. Aluminium und Aluminiumchlorid steht in ihrem Verhalten eine Kombination von Aluminiumchlorid und Aluminiumgrieß im Verhältnis 1:1. Wie zwei in dieser Richtung angestellte Versuche (R 30, M 116.) in Tafel 2 erkennen lassen, ist die Alterungsbeständigkeit der erhaltenen Öle verhältnismäßig gut. Vielleicht gelingt es, durch eine Nachkondensation des mit diesem Mischkatalysator hergestellten Schmieröls eine weitere Verbesserung zu erzielen.

II 2. Einfluß des Naphthalinreinheitsgrades

Da die Wirtschaftlichkeit des Verfahrens merklich von den Kosten abhängt, die eine Reinigung des Rohnaphtalins erfordert, sollte festgestellt werden, bis zu welchem Grade diese Reinigung durchgeführt werden muß. Für die in Tafel 3 aufgeführten Versuchsreihen wurden folgende Naphtalinsorten verwendet:

1. Reinnaphtalin, doppelt sublimiert (Merck),
2. Rohnaphtalin, phenol- und wasserfrei, mit ausgebrauchter Bleicherde behandelt.
3. Das aus der Totdestillation stammende Rohnaphtalin wurde mit Natronlauge entphenolisiert, mit Wasser gewaschen und durch Erhitzen entwässert. Im Gemisch mit 30 % Schwerbenzin wurde dem mit 10 % (bez. auf Naphtalin) gebrauchten Tonsil (aus der Schmierölraffination) unter Rückfluß gekocht, von der Bleicherde abfiltriert und bis 275° abdestilliert.
4. Rohnaphtalin, phenol- und wasserfrei,
4. Rohnaphtalin, ungereinigt.

Die in Teil 3 aufgeführten Öle eigener Herstellung wurden sämtlich nach dem in Teil 1 der vorliegenden Arbeit beschriebenen neuen Kondensationsverfahren hergestellt.

Als Katalysator für die Hauptkondensation diente in allen Fällen aktiv. Aluminium in einer Menge von 1 % bezogen auf fertige Schmieröle.

Tafel 3 beweist die gute Reproduzierbarkeit der nach dem neuen Verfahren erhaltenen Öle. Unabhängig von dem Reinheitsgrad des angewandten Naphthalins bewegt sich die Viskosität der Öle zwischen 10 und 13 °E bei 50°, die Polhöhe liegt zwischen 2,10 und 2,20, schwankend ist lediglich der Chlorgehalt. Überhaupt stellt die Entchlorierung im Augenblick noch ein Problem da.

Der Verkokungsrückstand der mit Reinnaphthalin erhaltenen Öle liegt zwischen 0,4 und 0,5 %, nach der Alterung bei 0,5 bis 0,6 %. Die Säurezahlen sind auch nach der Alterung minimal. Insgesamt ist die Alterungsbeständigkeit der auf Basis Reinnaphthalin hergestellten Öle als sehr gut anzusprechen.

Bei Verwendung von phenol- und wasserfreiem tonsiliiertem Rohnaphthalin liegt der Conradsontest bei 0,5 %, nach der Alterung bei 0,6 %. Auch die Säurezahlen bewegen sich in erträglichen Grenzen. Die Alterungsbeständigkeit ist unbedingt gut zu bezeichnen. Der Verkokungsrückstand liegt vor und nach der Alterung nur um ein geringes höher als bei Verwendung von Reinnaphthalin.

Recht interessant sind die Ergebnisse mit entphenoliiertem Rohnaphthalin. Der Conradsontest liegt hier vor und nach der Alterung jeweils um etwa 0,1 höher als beim tonsiliiertem Naphthalin. Absolut genommen ist er jedoch mit 0,6 % zu hoch, wenn gleich die Alterungsbeständigkeit unter Berücksichtigung des Ausgangsnaphthalins als hervorragend bezeichnet werden kann.

Unbemerkt werden die Verhältnisse bei Verwendung von ungereinigtem, phenolhaltigem Naphthalin. Hier liegen die Temperaturen für die Hauptkondensation schon sehr hoch, um etwa 130°. Offenbar sind die Phenole für die Kondensationsreaktion schädlich. Sie bedecken die Katalysatoroberfläche und bedingen so die höhere Reaktionstemperatur.

2577

Die Versuche mit Naphthalinsorten verschiedenen Reinheitsgrades zeigen, daß bei Verwendung von phenolfreiem, tonsiliertem Rohnaphthalin Schmieröle erhalten werden, die bei einem niedrigen Verkokungsrückstand eine unbedingt als gut zu bezeichnende Alterungsbeständigkeit aufweisen. Die so hergestellten Schmieröle unterscheiden sich fast kaum von denen, die aus dem wesentlich teureren Rohnaphthalin gemacht wurden. So scheint diese Reinigungsmethode des Rohnaphthalins unter Berücksichtigung der Güte der erhaltenen Schmieröle am zweckmäßigsten zu sein.

III. Verkokungsrückstand und Alterungsbeständigkeit der synthetischen Schmieröle im Vergleich mit handelsüblichen natürlichen Schmierölen

In Tafel 3 sind am Schluß noch einige Öle anderer Herkunft aufgenommen worden, und zwar zwei Schmieröle der Ruhrchemie, die aus Kogasin-Olefinen hergestellt worden sind und drei handelsübliche Rheinprovinzen Öle verschiedener Qualität.

Zum Unterschied von den aus Kogasin-Olefinen gewonnenen Schmierölen (RCH Nr. 8 und-Nr. 257 in Tafel 3) weisen die auf der Basis Kogasin-Naphthalin hergestellten Öle einen höheren Verkokungsrückstand auf. Der Conradsonstest unserer Schmieröle liegt mit etwa 0,5 % jedoch in der Größenordnung der bei handelsüblichen Ölen (vgl. Rheinprovinzenöle in Tafel 3) zulässigen Werte.

Die höhere Verkokungsneigung der auf der Basis Kogasin-Naphthalin hergestellten Schmieröle ist auf die Verwendung des aromatischen Bestandteiles bei der Kondensation zurückzuführen. Es gelingt nämlich durch Hydrierung des Schmieröls die Verkokungsneigung erheblich zu senken, z.B. von etwa 0,8 bis auf unter 0,1 %. Dies ist so zu erklären, daß bei der Hydrierung der aromatische Ring in einen naphthenischen übergeht. In dieser hydrierten Form sind unsere Schmieröle bei ihrer schon betonten guten Alterungsbeständigkeit den besten natürlichen Schmierölen gleich zu stellen.

Teil 3 Einfluß des Naphthalin-Reinheitsgrades

2578

Abhängigkeit der Alterungsbeständigkeit synthetischer Ole im Vergleich mit Ole natürlicher Herkunft

Nr.	Katalysator	Ausgangsmaterial	Spez. Gew. bei 20°	Viskosität		V ₁₀	Cl	Konzentrations		Sauerzahl	
				30°	50°			frisch	gealtert	frisch	gealtert
b	aktiv. Al	Reinaphthalin	0,9501	80,6	11,05	2,1	0,07	0,335	0,44	0,03	0,09
"	"	"	0,9340	73,4	11,13	2,18	1%	0,43	0,63	0,08	0,21
"	"	Reinaphthalin	0,9292	78,4	11,69	2,16	0,16	0,436	0,508	0,12	0,15
"	"	Reinaphthalin	0,9230	66,3	10,75	2,14	0,14	0,486	0,590	0,11	0,17
a	"	tensiliert	0,9236	92,6	12,18	2,28	0,28	0,477	0,650	0,04	0,27
"	"	Reinaphthalin	0,9260	86,5	12,51	2,19	0,17	0,442	0,750	0,00	0,07
b	"	Planifiziert	0,9214	65,4	10,41	2,07	0,23	0,670	0,705	0,13	0,18
b	"	"	0,9248	92,0	12,10	2,20	0,17	0,530	0,700	0,05	0,07
b	"	"	0,9250	79,7	10,87	2,12	0,13	0,503	0,871	0,03	0,26
"	"	Reinaphthalin	0,9272	67,2	10,47	2,15	0,11	0,556	0,888	0,16	0,36
"	"	"	0,9241	65,5	10,30	2,13	0,09	0,453	1,336	0,27	1,20
. 8 synthetisch aus Koffein-											
257	Oleinen		0,8604	71,1	11,78	1,82		0,09	0,372	0,02	1,64
			0,3585	92,5	14,62	1,88		0,06	0,245	0,06	1,02
ld 120°E		natürlicher Herkunft	0,9370	78,9	11,7	2,17		0,313	0,412	0,00	0,07
über 120°E		"	0,9122	90,8	12,26	2,42		0,452	0,761	0,00	0,19
eu 120°E		"	0,9092	87,0	12,28	2,39		0,670	0,972	0,02	0,28

2579

Allerdings ist die Hydrierung unserer Schmieröle unter Druck mit Kobalt- oder Nickelkontakten in Mengen von etwa 1 % sehr erschwert wegen ihres Schwefelgehaltes, der aus dem zur Kondensation verwendeten Naphthalin stammt. Erst bei Anwendung einer größeren Katalysatormenge (5 % bez. auf Schmieröl) gelang die Hydrierung. Offenbar wird ein großer Teil des Katalysators zur Schwefelreinigung verbraucht. Sollte einmal die Hydrierung unserer Schmieröle in Erwägung gezogen werden, so müßte zweckmäßig zuvor das Schmieröl oder besser noch vor der Kondensation das Naphthalin einer Schwefelreinigung unterzogen werden.

Eine Hydrierung der schwefelhaltigen Schmieröle mit Hilfe giftiger Katalysatoren, wie sie die I.G. Farbenindustrie zur Hochdruckhydrierung verwendet, kommt nach sicherem Ermessen nicht in Frage, da bei den erforderlich hohen Temperaturen von 400 bis 500° eine weitgehende Spaltung des Schmieröls zu erwarten ist.

Da die Verkokungsneigung unserer Schmieröle, wie vorstehend ausgeführt wurde, auf die aromatische Natur des zur Kondensation benutzten Naphthalins zurückzuführen ist, wird es nach dem augenblicklichen Stand unserer Erfahrungen kaum möglich sein, ohne Hydrierung des Schmieröls unter einen Wert von 0,4 bis 0,5 % herunterzukommen. Selbst bei sorgfältigster Lenkung der Kondensation erscheinen diese Werte als nicht unterschreitbar. Dafür ist es aber gelungen, den Kondensationsprozeß so zu beherrschen, daß Verkokungsrückstände über 0,7 % im Laboratoriumsversuch nicht mehr vorkommen, wie die Zahlen in Tafel 3 aufgeführten Daten für den Konradsontest fast unabhängig von Reinheitsgrad des Naphthalins zeigen.

Bei einem Vergleich der synthetischen Schmieröle mit denen natürlicher Herkunft (Tafel 3) kann man folgende Feststellungen machen:

1. Das Spez.-Gew. der Kogasin-Naphthalin-Schmieröle liegt etwas höher als bei den Handelsölen, bedingt durch die Verwendung des Naphthalins. Die niedrigste Dichte weisen die auf reiner Kogasin-Basis hergestellten Öle der Ruhrchemie auf.

2. Die Viskositätskurve unserer synthetischen Schmieröle entspricht der des Rheinpreußen Gold-Öles. Unabhängig vom Reinheitsgrad des verwendeten Rohnaphtalins unterscheiden sich unsere Schmieröle im Viskositäts-Temperatur-Verhalten vorteilhaft von den Handelsölen "Silber" und "Blau".

3. Die Verkokungsneigung unserer besten aus Reinnaphthalin und tonsiliertem Rohnaphtalin hergestellten Schmieröle entspricht etwa der Handelsqualität "Silber".

4. In der Alterungsbeständigkeit sind unsere Schmieröle, die nach dem neuen, in der vorliegenden Mitteilung beschriebenen Verfahren gewonnen werden, den natürlichen Schmierölen gleichwertig, teilweise sogar überlegen. Als Maß für die Alterungsbeständigkeit sind in Tafel 3 der Conradsontest und die Säurezahl vor und nach einer künstlichen Alterung aufgeführt.

Die aus Reinnaphthalin oder tonsiliertem Rohnaphtalin hergestellten Schmieröle zeigen nach der Alterung einen Anstieg des Conradsontestes von etwa 0,5 auf etwa 0,6 %. Die relative Zunahme kann in der Größenordnung mit der des Rheinpreußen-Gold-Öles verglichen werden, sie ist wesentlich geringer als beim Rheinpreußen-Öl "Silber". Mit diesem halten sogar die aus nur entphenolisiertem Rohnaphtalin hergestellten Schmieröle einen Vergleich aus. Zwar ist der Verkokungsrückstand der Frischöle im Durchschnitt etwas höher, dagegen ist die relative Zunahme des Conradsontests nach der Alterung wesentlich geringer.

Interessant ist in diesem Zusammenhang das Verhalten der auf reiner Kogasin-Basis hergestellten Öle der Ruhrchemie. Während Verkokungsrückstand und Säurezahl der frischen Öle als sehr gering anzusprechen sind, ist der relative Anstieg dieser Daten nach der Alterung bemerkenswert hoch.

Z 280A

Zusammenfassung

In der vorstehenden Mitteilung wird über eine Abänderung der bisherigen Arbeitsweise bei der Schmierölkondensation berichtet. Nach dem neuen Verfahren werden Schmieröle erhalten, die sich durch eine besonders gute Alterungsbeständigkeit auszeichnen.

Ausgehend von 1,3 Cl - Kogasin (Kp. 280 bis 320°) und entphenoliertem, mit ausgebrauchter Bleicherde behandeltem Rohnaphthalin werden mit aktiviertem Aluminium als Katalysator nach einer in Teil II dieser Mitteilung näher beschriebenen Arbeitsweise Schmieröle hergestellt, die in ihrer Qualität etwa einem Rheinpreußen-Handelsöl der Gütebezeichnung "Silber" gleichkommen. Die Schmieröl- ausbeute beträgt etwa 125 bis 130 % bezogen auf das angewandte Schwerkogasin.

Treibstoffwerk-Versuchsanlage,
den 15. Sept. 1938.