

Verfahren zur Erhöhung der Alterungsbeständigkeit  
synthetischer Schmieröle

(Text für Auslandsanmeldungen)

R 108 370 Ivd/23b vom 21. September 1940.

Schmieröle, die synthetisch mit Hilfe von Aluminiumchlorid oder ähnlichen Kondensationsmitteln aus olefinischen Kohlenwasserstoff-Gemischen gewonnen werden, entsprechen zwar weitgehend den gestellten Forderungen, machen jedoch unter bestimmten Bedingungen eine Nachbehandlung zur Erhöhung ihrer Alterungsbeständigkeit notwendig. Durch Zusatz der üblichen Inhibitoren, die bei Schmierölen beispielsweise pennsylvanischer Herkunft gute Wirkungen haben, ergibt sich zwar anfangs eine ausreichende Beständigkeit gegen oxydative Einflüsse, häufig zeigen sich jedoch je nach den Lagerungsbedingungen unerwünschte Trübungen und Veränderungen.

Demgegenüber wurde gefunden, daß diese synthetischen Schmieröle auch bei längerem Lagern keine nachteiligen Veränderungen, sondern eine hohe Alterungsbeständigkeit aufweisen, wenn man sie in folgender Weise behandelt. Zunächst werden sie bei etwa 170° längere Zeit mit geringen Mengen von Aluminiumchlorid und elementarem Schwefel behandelt. Dadurch wird eine Spaltung, die bei der Behandlung mit Aluminiumchlorid allein rund 15 % erreicht, auf 2 bis 3 % gehalten. Anschließend werden die Öle bei annähernd gleicher Temperatur mit Bleicherde und Zinkoxyd und bzw. oder Magnesiumoxyd behandelt, wo durch eine fast vollständige Entfernung der aus der Behandlung mit Aluminiumchlorid und Schwefel möglicherweise in die Öle übergegangenen Verunreinigungen, vor allem der aufgenommenen Chloride, bewirkt wird. In dem eben genannten Reinigungsgemisch kann an Stelle von Zinkoxyd und Magnesiumoxyd auch metallisches Zink verwandt werden. Die Mischung von Bleicherde und metallischem Zink, die vornehmlich bei Temperaturen von rund 180 bis 200° verwandt wird, kann leicht, z.B. durch Ausspülen mit Wasserdampf, gereinigt werden und bietet somit den Vorteil der häufigen Wiederverwendbarkeit. Anschließend werden die in der angegebenen Weise behandelten Öle längere Zeit auf etwa 260° erhitzt. Nach der üblichen Vakuumdestillation fallen

Schmieröle von gutem Geruch und hervorragender Alterungsbeständigkeit an.

In der ersten Stufe werden etwa 0,5 bis 1,5 % Aluminiumchlorid und etwa 0,1 bis 0,5 % Schwefel zugesetzt. Um das Aluminiumchlorid besser zu verteilen, können noch geringe Mengen einer aus dem Polymerisationsprozeß stammenden Aluminiumchlorid-Additionsverbindung hinzugegeben werden. Die Entchlorung findet unter Zugabe von etwa 2 bis 5 % Bleicherde und 0,5 bis 3 % Zinkoxyd und / oder Magnesiumoxyd bzw. 0,5 bis 5 % metallischem Zink statt. Das Verfahren wird durch folgendes Ausführungsbeispiel erläutert.

Ein noch nicht nachbehandeltes, mit Hilfe von Aluminiumchlorid oder ähnlichen Kondensationsmitteln aus olefinischen Kohlenwasserstoffgemischen gewonnenes Schmieröl von einer Viskosität von  $10,7^{\circ}\text{E}$  ( $50^{\circ}\text{C}$ ) wurde 3 Stunden bei  $170^{\circ}$  mit 0,75 % Aluminiumchlorid und 0,1 % elementarem Schwefel behandelt. Dabei schieden sich aus 100 g Öl etwa 26 mg Schwefelwasserstoff ab. Das erhaltene Öl wurde dann mit 2 % Bleicherde und 1 % Zinkoxyd versetzt und 2 Stunden bei  $180^{\circ}$  lebhaft gerührt. Das Öl kann stattdessen auch bei rund  $200^{\circ}$  mit einer Mischung von Bleicherde und metallischem Zink behandelt werden, die nach jedesmaliger Ausspülung mit Wasserdampf von neuem wiederverwendbar ist. Das entstehende Reaktionsprodukt (98,7% des Ausgangsmaterials) wurde noch 4 Stunden auf  $260^{\circ}$  erhitzt. Bei der nachfolgenden Vakuumdestillation ergab sich eine Gesamtausbeute von 97,1 %. Das erhaltene Öl zeigt eine Viskosität von  $11,5^{\circ}\text{E}$  ( $50^{\circ}\text{C}$ ), eine Neutralisationszahl von 0,04 und eine Verseifungszahl von 0,07. Ein Kupferstreifen wurde bei 24stündiger Behandlung im geschlossenen Gefäß auf  $150^{\circ}$  praktisch nicht verfärbt. Der Geruch des Oeles war einwandfrei. Leitet man durch 150 g Öl mit einer Anfangstemperatur von  $150^{\circ}$  je Stunde 15 l Sauerstoff, so steigt die Temperatur in 3 Stunden um etwa  $19^{\circ}$ , während das ungeschwefelte Öl bereits in 25 Minuten eine derartige Temperaturerhöhung erfährt.

Zur Feststellung der Alterungsbeständigkeit wurden 150 g des Schmieröles vor bzw. nach der Schwefelung 6 Stunden bei konstanter Temperatur ( $160^{\circ}$ ) mit stündlich 15 l Sauerstoff behandelt. Dabei trat bei nicht geschwefelten Ölen eine Erhöhung

der Viskosität, bezogen auf  $50^{\circ}$ , um etwa 100 bis 120 %, bei geschwefelten Oelen dagegen nur eine Erhöhung um 3 % ein. Die Verseifungszahl stieg bei den ungeschwefelten Oelen auf etwa 40, bei den geschwefelten Oelen nur auf etwa 5 bis 6.

#### Patentanspruch

Verfahren zur Erhöhung der Alterungsbeständigkeit synthetischer, durch Kondensation olefinischer Kohlenwasserstoffgemische in Gegenwart von Aluminiumchlorid erhaltener Schmieröle, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t, daß man solche Schmieröle bei etwa  $170^{\circ}$  längere Zeit mit geringen Mengen von Aluminiumchlorid und elementarem Schwefel behandelt, anschließend die Oele bei annähernd gleicher Temperatur der Einwirkung einer Mischung von Bleicherde und Zinkoxyd und bzw. oder Magnesiumoxyd [oder einer Mischung von Bleicherde und metallischem Zink] unterwirft, dann längere Zeit auf etwa  $260^{\circ}$  erhitzt und in üblicher Weise eine Destillation im Vakuum anschließt.

RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT