

Oberhausen-Holtten, den 27. Sept. 1941.

Abt. F./Vth./RL.

3454-30/501-35

VERWALTUNGSGEBÄUDE

POSTFACH 7746

An das Hauptlabor.

Beantwortung:

Betreff: Praktischer Versuch mit inhibiertem Schmieröl.

Das aufgrund unserer Besprechung mit Herrn Dr. Tra m m von Ihnen gelieferte inhibierte Schmieröl ($V_{50} = 15^{\circ}E$) wurde zur Schmierung unseres neu aufgestellten Kompressors 5 verwendet.

Diese Maschine hat im Gegensatz zu unseren anderen Maschinen Umlauf-Schmierung. Wir hatten bisher gewöhnliches Syntheseöl verwendet und hierbei die Erfahrung gemacht, daß schon nach 250 - 300 Stunden die Neutralisationszahl ganz plötzlich stark ansteigt, wobei gleichzeitig eine starke Verdickung des Öles eintritt, sodaß es unbrauchbar wird. Die von Ihnen in Aussicht gestellte Verbesserung des Übelstandes durch Verwendung eines inhibierten Öles hat sich voll bewährt. Wir konnten das von Ihnen gelieferte Öl über 800 Betriebsstunden benutzen, bis ähnliche Verhältnisse eintraten, wie beim gewöhnlichen Syntheseöl.

Nachstehend geben wir Ihnen die genauen Betriebsdaten:

Versuch I gewöhnliches Syntheseöl:

nach	117	Betriebsstunden	V.Z.	1,06
"	302	"	"	2,60

Versuch II gewöhnliches Syntheseöl:

nach	129	Betriebsstunden	V.Z.	1,36
"	200	"	"	1,52

Versuch III inhibiertes Öl:

nach	266	Betriebsstunden	V.Z.	0,11
"	311	"	"	0,20
"	639	"	"	1,45
"	837	"	"	2,47

Wir sind gerne bereit, einen weiteren Versuch mit diesem Öl zur Durchführung zu bringen.

Co.: Prof. Dr. Martin ✓
Dir. Dr. Hagemann.

12. Mai 1941

Herrn Dir. Dr. Hagemann,
Herrn Dir. Alberts

VERWALTUNG I.
16 MAI 41 Nr. 6180
Beantwortet am:

Betr.: Kontinuierliche Schmieröl-synthese

Von Dezember 1939 bis Mai 1940 habe ich eine Reihe von Versuchen über die kontinuierliche Durchführung der Schmieröl-synthese machen lassen. Die Versuche sind noch nicht restlos abgeschlossen, da sie vor etwa einem Jahr infolge Mangel an Arbeitskräften abgebrochen werden mußten. Im folgenden soll über den bisherigen Stand der Versuche ein zusammenfassender Bericht gegeben werden.

1. Vorversuche

Als Vorversuch wurden mit dem zur Verfügung stehenden Spaltbenzin eine Reihe von Polymerisationen durchgeführt, um festzulegen, wie sich Änderungen der Temperatur, der Polymerisationszeit und der Aluminiumchloridmenge auswirken. Die Versuche wurden stets mit 2:1 Spaltbenzin im Rührkolben durchgeführt. Das zur Verfügung stehende Benzin hatte die in Anlage 1 zusammengestellten Eigenschaften.

1. Veränderung der AlCl₃-Menge

AlCl ₃ -Zusatz	Versuchsdurchführung	n-D1			
		Ausbeute	d ₂₀	V ₅₀	VPH
2,5 %	3 Std. 25°	51,0 %	0,849	7,14°E	1,69
	3 Std. 50°				
	3 Std. 75°				
	3 Std. 100°				
4,3 %	"	66,6 %	0,850	12,64°E	1,72
10,0 %	"	65,9 %	0,855	21,57°E	1,70

2. Veränderung der Reaktionszeit

AlCl ₃ -Zusatz	Versuchsdurchführung	Ausbeute	n-Dl		VPH
			d ₂₀	v ₅₀	
4,3 %	1 Std. 25°	65,9 %	0,851	12,98°E	1,71
	1 Std. 50°				
	1 Std. 75°				
4,3 %	1 Std. 100°	66,6 %	0,850	12,64°E	1,72
	3 Std. 25°				
	3 Std. 50°				
	3 Std. 75°				
4,3 %	3 Std. 100°	69,8 %	0,856	27,30°E	1,66
	6 Std. 25°				
	6 Std. 50°				
	6 Std. 75°				
	6 Std. 100°				

1. Veränderung der Reaktionstemperatur

AlCl ₃ -Zusatz	Versuchsdurchführung	Ausbeute	n-Dl		VPH
			d ₂₀	v ₅₀	
a) 4,3 %	3 Std. 25°	67,8 %	0,856	27,20°E	1,70
	9 Std. 25°				
4,3 %	3 Std. 25°	65,9 %	0,854	19,98°E	1,72
	9 Std. 50°				
4,3 %	3 Std. 25°	69,0 %	0,853	19,39°E	1,69
	9 Std. 75°				
4,3 %	3 Std. 25°	68,0 %	0,852	13,84°E	1,76
	3 Std. 100°				
b) 4,3 %	4 1/4 Std. 25°	42,5 %	0,858	22,25°E	1,77
	3 Std. 25°				
4,3 %	4 Std. Aufhgg.	65,6 %	0,850	10,90°E	1,70
	1 Std. 100°				

Die Versuche brachten die erwarteten Ergebnisse, daß mit steigender Aluminiumchloridmenge von einem bestimmten Zusatz an sich nur die V_{50} erhöht, während die Ausbeute konstant bleibt. Verlängerung der Reaktionszeit bewirkt ebenfalls von einer bestimmten Zeit an eine Erhöhung der V_{50} , während die Ausbeute nur in sehr geringem Maße zunimmt. Erhöhung der Temperatur bewirkt Erniedrigung der V_{50} . Auch hier wird die Ausbeute durch Temperaturerhöhung nicht verändert.

2. Hauptversuche

Die eigentlichen kontinuierlichen Versuche wurden in der nach der beiliegenden Abbildung zusammengestellten Apparatur durchgeführt. Das Benzol wurde zunächst einer Vorkondensation unterworfen, in der gleichzeitig auch Aluminiumchlorid (A) und Kontaktöl (K) zugesetzt wurden. In der Vorkondensation wurde das frische Aluminiumchlorid in Kontaktöl umgewandelt. Die Mischung zwischen Kontaktöl und dem anpolymerisierten Benzin lief in ein tiefer gestelltes Reaktionsrohr, das aus einem ca. 1 m langen horizontal gelagerten Eisrohr bestand. Die Durchmischung von Polymerisat und Kontaktöl besorgte eine Rührvorrichtung, die aus einer Rührwelle (RW) bestand, an der einzelne Flügel angebracht waren. Auf der Rührwelle waren weiter 4 Metallscheiben aufgesetzt, die das Reaktionsrohr in 5 Kammern unterteilten. Die Metallscheiben waren an einzelnen Stellen durchbohrt, waren aber möglichst passend eingearbeitet damit die obige Mischung immer wieder ihre Richtung ändern mußte und nicht an der Wand entlang fließen konnte. Mittels einer Heizvorrichtung konnte das Reaktionsrohr so beheizt werden, daß gleichlaufend mit der Strömungsrichtung die Temperatur in den einzelnen Kammern anstieg. Aus Kammer 5 wurde das Produkt abgezogen, im Scheidetrichter die obere Schicht vom Kontaktöl abgetrennt und das Kontaktöl wieder der Vorkondensation zugegeben.

Die Versuche haben als wesentlichstes Ergebnis, daß auch bei kontinuierlicher Durchführung der Synthese die Reaktions-

zeit nicht bedeutend abgekürzt werden kann. Es wurden zum Beispiel folgende Ergebnisse erzielt:

1. Aluminiumchloridzusatz 1,5 %

Kontaktöl	50,0 %
Temperaturverteilung	
Vorkondensation	50°
Reaktionskammer 1	70°
" 2	75°
" 3	85°
" 4+5	105 - 110°

Durchsatz 500 cm³ Benzin/h, entsprechend ca. 10 Std. Reaktionszeit

n-Öl-Ausbeute	60 %
V ₅₀	7,48

2. Aluminiumchloridzusatz 2,1 %

Kontaktöl	40,0 %
Temperaturverteilung	
Vorkondensation	50°
Reaktionskammer 1	70°
" 2	75 - 80°
" 3	90 - 95°
" 4+5	110 - 120°

Durchsatz 1000 cm³ Benzin/h, entsprechend ca. 5 Std. Reaktionszeit

n-Öl-Ausbeute	59 %
V ₅₀	8,37

Die Versuche erstreckten sich jeweils über mehrere Tage, so daß die erzielten Ausbeuten als Dauerausbeuten anzusprechen sind. Das Kontaktöl wurde immer wieder von neuem benutzt. Exakte Versuche über die auftretenden Verluste konnten noch nicht durchgeführt werden, da die Manipulationsverluste beim Umfüllen des Kontaktöls und der oberen Schicht im Verhältnis zur durchgesetzten Menge noch zu groß waren. Für genauere Unterlagen muß eine etwas größere Apparatur, die für einen Durchsatz von wenigstens 10 l/h ausgelegt ist, aufgestellt werden.

Erzeugnis: Spaltbenzin vom 10.11.39 für Ölversuche

FaBnr.: 200462

Farbe: gelb

Spez.Gew.: 0,726/15° C

Olefine: 75 %

Sieverhalten=(A.S.T.M.)

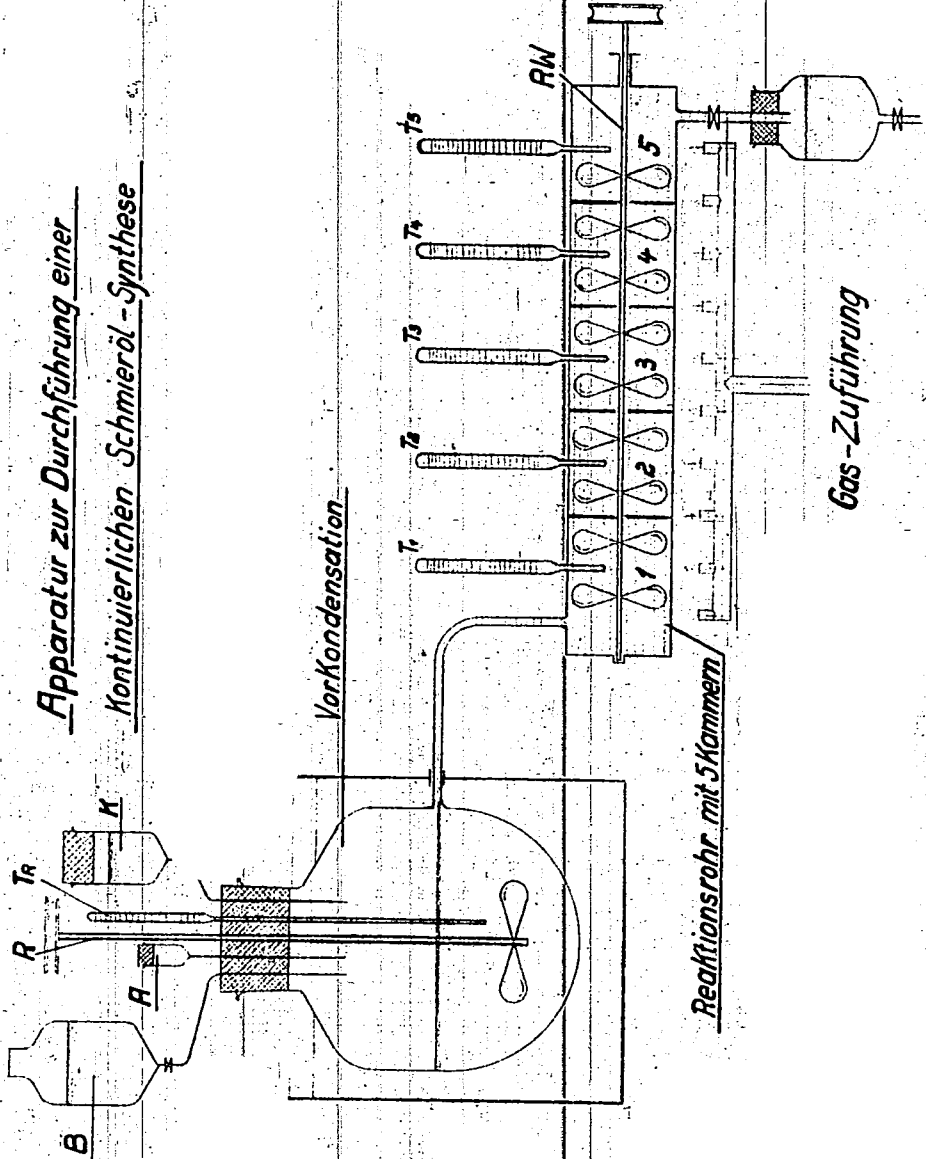
Beginn:	44°
- 50°	1,0 %
- 60°	4,0 %
- 70°	7,5 %
- 80°	11,5 %
- 90°	17,0 %
-100°	22,0 %
-110°	28,5 %
-120°	34,0 %
-130°	39,5 %
-140°	45,5 %
-150°	53,0 %
-160°	59,5 %
-170°	66,5 %
-180°	77,0 %
-190°	84,0 %
-200°	91,5 %
-210°	96,0 %
K.Z. =	141,7
S.E. 211°	96,0 %

Datum:

Angefertigt durch:

Ersatz für:

Apparatur zur Durchführung einer
Kontinuierlichen Schmieröl-Synthese



Reaktionsrohr mit 5 Kammern

30
258

6. Mai 1941.

Herrn Professor Martin.

Betrifft: Japanöl. Lucl. 975

In Erledigung der telefonischen Anfrage vom 5. ds. Mts. teile ich Ihnen mit, daß wir aus dem z. Zt. noch vorhandenen Vorrat von ca. 7000 l Crackbenzin aus Kaltpreßöl 1000 l abzweigen können. Aus diesen 1000 l können wir mit einer Ausbeute von ca. 30% die hochsiedenden C₁₃-, C₁₄-, C₁₅-Fraktionen herausschneiden und diese Fraktionen zur Synthese einsetzen. Nach Laboratoriumsresultaten, die gut gesichert erscheinen, ist mit frischem Aluminiumchlorid aus diesem Material ein Öl mit einer Viskositätspolhöhe von 1,38 - 1,42 zu erwarten. 1,41 entspricht einem Index von 125. Die 700 l Restbenzin würden allerdings für die Erzeugung der 4000 l Japanöl ausfallen, da mit ihnen nicht mehr die vorgeschriebene Polhöhe zu erreichen ist. Vom Japanöl sind z. Zt. 2 800 l fertig. Die übrigbleibenden 6000 l Benzin aus Kaltpreßöl würden ausreichen, um die noch fehlenden Mengen Japanöl herstellen zu können, allerdings würden wir voraussichtlich für etwa 600 l Öl, das an das R.L.M. geliefert werden soll, dann etwas knapp werden. Die Herstellungsdauer für 100 l Öl einschließlich Destillation des Spaltbenzins würde ca. 10 Tage betragen.

Ich bitte um Benachrichtigung, ob wir mit der Arbeit beginnen sollen und ob mit Inhibitorzusatz gearbeitet werden darf.

Li!

3
Ma

Nach teleph. Rücksprache soll mit Prod. begangen werden, Zusatz von 0,07% Zinkäth.

IV. 7/5

April 1941.

Herrn Professor M a r t i n .

Betrifft: Schmieröl, Anfrage vom 31.3.1941.

Nach meiner Auffassung wird die besonders gute Qualität der aus Kaltpreßöl erhaltenen Schmierölprodukte zum Teil dadurch bedingt, daß das Kaltpreßöl sich sehr leicht aufspalten läßt und demnach weniger Recycle nötig hat und infolgedessen ^{im Spaltprodukt} besonders günstig gelagerte Doppelbindungen enthält. Dieser Unterschied gegenüber dem Dieselöl ist aber nicht allzu groß. Wesentlicher ist, daß aus dem hochsiedenden Kaltpreßöl, Siedebeginn bei spielsweise 300°, Spaltprodukte erzeugt werden können, die einen Siedeschluß erst bei ca. 280° haben, während der Siedeschluß bei Spaltung von Dieselöl schon bei 200° liegt. Die zwischen 200 und 280° siedenden Spaltprodukte geben aber Öle von ganz besonders guter Qualität, weil die Kettenlänge der polymerisierenden Olefine an sich sehr lang ist.

Nach meiner Auffassung ist es möglich, ein Einsatzprodukt für die Schmierölanlage auch aus Dieselöl zu erhalten, wenn es gelingt, das Dieselöl an der richtigen Stelle zu dehydrieren. ~~Vielleicht wird man dann sogar auch aus Schwerbenzinen~~ derartige gut geeignete Olefine erhalten können. Es hat sich nämlich herausgestellt, daß primäre Produkte schon bei niedrigerer Kettenlänge gleich gute Polhöhen ergeben wie Spaltprodukte entsprechend höherer Kettenlängen. Wir haben das bei Primärprodukten beobachtet, die durch spezielle Behandlungen ohne jede Verschiebung der Doppelbindung hochreaktionsfähig gemacht worden waren. D.h., bei der Spaltung, auch wenn sie so vorsichtig durchgeführt wird wie bei uns, tritt schon eine gewisse kleine Verschiebung der Doppelbindung ein. Es erscheint daher nicht aussichtslos, daß die durch Spezialdehydrierung hergestellten Olefine der Schwerbenzinateile auch noch ein anständiges Einsatzmaterial für die Schmierölsynthese geben.

Ebenso werden natürlich alle primär erzeugten Olefine bei richtiger Lage der Doppelbindung ausgezeichnete Ausgangsmaterialien für die Schmierölsynthese sein. So sind beispielsweise bei der Wassergas-Kreislauf-Synthese die über 200° siedenden Olefine auch bei hohem Kontaktalter noch ganz ausgezeichnete Ausgangsmaterialien für die Schmierölsynthese. Diese Produkte geben Polhöhen von 1,5 und darunter. Sie stehen ~~ja aber~~ bei dem Ausbau der Ruhrbenzin für die Schmierölanlage nicht zur Verfügung, sondern werden in der Ovo-Anlage eingesetzt.

Fraun

Del. Cla