

3450 - 30 / 5.01 - 24

Proposed Research Programs  
on  
Lubricating Oil Synthesis

Chemische Arbeiten 12.1.45

1.) Stoffmengen-Polymerisation von Triac  
Kornläufigkeit.

- a.) Fe-Kornläufigkeit nicht erhalten
- b.) " " weitgehend nicht erhalten
- c.) " " weitgehend erhalten

2.) Senkung der OH-Zahl von Fe-Kornläufigkeit  
durch selektive Behandlung mit NaOH

3.) Stoffmengen-Polymerisation von Triac mit  
unterschiedlichen Kornläufigkeiten.

4.) Stoffmengen-Polymerisation von Triac  
unter homogenen Bedingungen bei 35°C.

5.) Stoffmengen-Polymerisation von Triac  
unter (homogenen) Bedingungen

6.) Wie kann ich die Einwirkzeit von Teil I,  
Teil II bestimmen ohne zu  
(Abt. - Ähnung - Zeit - Temp.)

7.) Abt. - Ähnung - Zeit - Temp.  
Teil I, Teil II - in Öl (Katalysator)

Herrn Dir. Dr. H a g e m a n n

A) Vorschläge zum Versuchsprogramm.

- 1.) Kreislaufbenzin, insbesondere den Eisentyp, über Tonerde in der Gasphase durch Dehydratation der Alkohole raffinieren.
- 2.) Als Vorreinigung bei Fe-Kreislaufbenzin den Alkoholgehalt durch Waschen mit Wasser bzw.  $\text{CH}_3\text{OH}$  und Wasser herabsetzen.
- 3.) Fe-Kreislaufbenzin-Synthese durch kleine Mengen  $\text{AlCl}_3$  in 6 Stufen aufklappen.
- 4.) Proben aus Fe- und Co-Benzin-Versuchsdöfen der "Druckversuchsanlage" zu Öl polymerisieren.
- 5.) Wie weit kann man bei Kreislaufbenzin die obere Siedegrenze heben und damit die Einsatzbasis verbreitern, ohne dem Stockpunkt des zu gewinnenden Öles zu schaden?
- 6.) Wichtiger Einblick in den Ablauf der Ölsynthese: Undestilliertes, nicht neutralisiertes Crackbenzin in 6 - 7 Stufen polymerisieren.
- 7.) Wie 6.): Undestilliertes, neutralisiertes Crackbenzin.
- 8.) Wie 7.): neutralisiertes Crackbenzin, Fraktion 60 - 200°.
- 9.) Vergleich: Über kalter Natronlauge neutralisiertes bzw. nicht neutralisiertes Crackbenzin werden in je 10 Synthesen polymerisiert. Einfluß auf Ausbeute und Kontaktölbildung.
- 10.) Crackbenzin wird in Gasphase über Tonerde raffiniert, dann als Flüssigkeit neutralisiert. 10 Synthesen.
- 11.) Welche Siedefraktion des Crackbenzins, Breite 30°, ergibt das Öl mit dem besten Stockpunkt?
- 12.) Verbesserung des Stockpunktes, indem man dem Benzin bei der Synthese Benzol zusetzt bzw.  $\text{C}_6\text{H}_6 + \text{C}_2\text{H}_4\text{Cl}_2$ .
- 13.) Bei der Synthese  $\text{AlCl}_3$  ersetzen durch aktiviertes Al-Metall und  $\text{HCl}$ -Gas ganz oder teilweise.

- 14.) Crackbenzin-Synthese: Wie weit stürzen Siedeschwänze? Eigenschaften und Polymerisation dieser Siedeschwänze.
- 15.) Crackbenzin mit Natronlauge waschen, dann mit Tonsil bis 70% entarzen, Synthese mit nur 2,5%  $AlCl_3$  durchführen.  
*bei 40, 70, 100, 130, 160 u. 180 °C, wobei die Temperaturkurve*
- 16.) Synthese mit Mischkatalysatoren durchführen, um besonders niedrigviscose Rückstandsöle zu erhalten. Metallgemische werden chloriert.
- 17.) Höchstviscose Öle in Kaltsynthese in Gegenwart von Lösungsmitteln wie Äthylchlorid herstellen.
- 18.) Einfluß der HCl: Vergleich von 4 Synthesereihen:
  - a) Benzin vor Synthese mit HCl-Gas behandeln,
  - b) während der Synthese mit HCl-Gas behandeln,
  - c) Kontaktöl zwischen den Synthesen mit HCl behandeln,
  - d) während der Synthese HCl durchleiten.
- 19.) Zur Vereinfachung wird zum Benzin nicht Phentiazin, sondern das Gemisch der Bildungskomponenten, also Diphenylamin und Schwefel, zugesetzt.
- 20.) Synthese von reinem  $C_7$ , das in 3 Destillationsstufen aus der Fraktion 80 - 100° abgetrennt wurde.
- 21.) Kontinuierliche Synthese mit diesem reinen  $C_7$ .
- 22.) Reines  $C_7$  wird vor der Synthese verdünnt auf 10, 25 und 50%, wird die  $V_{50}$  durch die Konzentration der Olefine beeinflusst?
- 23.) Wie  $C_7$  wird auch  $C_6$  bzw.  $C_8$  durch Feindestillation aus dem Crackbenzin abgetrennt, um Öle mit verbesserter Polhöhe zu erhalten.
- 24.) Hochdruckschmiermittel auf Basis verschiedener synth. Öle herstellen.
- 25.) Kann man die Viskosität eines normalen Betriebsöles durch längere Behandlung mit  $AlCl_3$  bei mittleren Temperaturen, etwa 60 - 80 °C, erhöhen?
- 26.) Verschiedene Versuchsöle in der Apparatur für Molekulardestillation auf Brightstockanteile untersuchen.
- 27.) Kann man die thermische Beständigkeit des RCH-Öles durch Behandlung mit aktiver Tonerde bei hoher Temperatur verbessern?

- 28.) Chlorierungsversuche mit oberer Schicht zur Gewinnung höchstviscoser Öle fortführen. *Katalysator für Öl 3. Aufl. 1930, Vol. I - F.R. II*
- 29.) Wie weit lassen sich dünne Öldestillate bzw. deren Fraktionen durch  $AlCl_3$  oder nach Chlorierung in höher viskoses Öl umwandeln?
- 30.) Nach Vorschlag Goethel Kontaktöl zersetzen in Gegenwart von a) Al, b) Al und HCl, c) Al +  $AlCl_3$ .
- 31.) Crackversuche mit wiederholtem Einsatz desselben Materials fortführen.
- 32.) Stockpunkt eines 7er Keragöles ( $= +20^{\circ}O$ ) verbessern.

B) Gefolgschaftsstand am 25. September 1944.

	<u>Männer</u>	<u>Frauen</u>
Deutsche	5	10
Westarbeiter	2	2
Ostarbeiter	1	-
	10	12 = 22

betr. Wehrverhältnis der 5 deutschen Männer:

- 1.) Jahrg. 1886: Offz. d. Heurl. Stand., rosa Wehrpaßnet. Muster F
- 2.) " 1887: Landst. IA, bedingt kv.
- 3.) " 1908: E.R. I, kv.
- 4.) " 1907: E.R. II, z.Zt. untgl., zrückgest. f. 1 J. 20.7.43.
- 5.) " 1902: ausgemustert.

33. I. St. ...

34. Vergle. 2 je 10 ...

35. ...

2/ 98	+ 2. 113
2/ 90	+ 5
2/ 94	+ 6

# Themenanalyse

## Übersichtliche Lernprobleme

- 1) Aufklappen der Synthese am Fei Kreislaufbenzin Fr. 60-200°  
in 7 Stufen. Benzin ist nicht verbleibend.  
1) Alts-Verbleibend, nicht verbleibend  
2) " " " " " "
- 2) Wie wird Benzin mit Vak. Destillat 1 bzw. Vak. Destillat 2 oder  
damit Fraktionen durch Alts gewonnen in Fei Kreislaufbenzin  
umsetzen? Alts Menge u. Temperatur variieren.
- 3) Ist eine gezielte Raffination des Fei-Kreislaufbenzins erst mit  
Toluol oder Ethylbenzol, dann mit Ni-Metall.
- 4) Entkolorierungsmittel mit Naturstoffe bzw. Zink und Gra-  
mit in nachfolgender Schaltung.
- 5) Einfluss der Entkolorung auf die V.D. des am Restbenzin ge-  
winnbaren Öles z.B. Fei, ob durch Entkolorung benzin iso-  
merisiert wird.
- 6) Chlorierungsmittel mit oberer Schicht zur Gewinnung leicht-  
flüchtiger Öle (Katalysator).
- 7) Dehydrierung eines Öles mit mehrfachen kleinen Schwefel-  
mengen. Übergang zum Normalöltyp = weniger H<sub>2</sub>/100 C / Bauxit als Katal-  
ysator für Entkolorung.
- 8) Restbenzin nach Entkolorung durch Fei Destillat in inschwa-  
che Stufen aufteilen und unterziehen.
- 9) Verbrennungsanalyse der natl. Grenztypen, Restbenzin,  
Kreislaufbenzin, Alts-mittelbleibend, unbleibend.
- 10) Verlagerung des Siedepunktes, wenn die obere Isogrenze des zur  
Toluenfraktion verwandelten Kreislaufbenzins von 200° → 300° ver-  
schoben wird.

- 11) Klänge die oberes Schilf und Tonio, Nkz, Klänge, Tonio etc.  
Tonverhältnis, Feltisbarkste, Entfallungsverhältnis.
- 12) Wie wirkt sich der Gehalt an oberem Schilf auf ab-  
schaltbares Chlor herabsetzen auf eingetragene Eisen-  
bleche aus? method. Heymanns. Chem. 1881 S. 2662.
- 13) ~~Wie~~ <sup>Wie</sup> wirkt sich die Polhöhe, wenn bei dem  
Anfangsbrennen die Lufttemperatur konstant erhalten,  
aber die Luftfeuchte stark variiert wird?
- 14) Analyse Sinterfaktors 90-100° = C7, 100 auch C6 und C8  
faktoriell und polytrioxid.
- 15) Hochdrucke etc. im Kalkregulator im Gegensatz von Lösung-  
mitteln (Oxydation) herstellen. Vgl.
- 16) Kurve über Verteilung V<sub>50</sub> zu Molekulargewicht bei  
Praktik-<sup>er</sup> und Kalkaufk-<sup>er</sup>.
- 17) Einfluss der HCl, N<sub>2</sub>O<sub>5</sub> und S<sub>2</sub>O<sub>5</sub> auf die Sinter-  
bildung mit HCl behandelt, b) mit S<sub>2</sub>O<sub>5</sub> behandelt, c) Zink  
den Sinterkontakt mit HCl behandelt, d) HCl wirkt  
in Sinter ein.
- 18) Einfluss der Reduzierung von Ausgangsmaterialien auf die Kalk-  
regulation auf die V<sub>50</sub>.
- 19) Praktikum im gleichen Maße wie Kalkregulation mit  
Tonide, dann Natronkalk vermischen; abdammen Sinter.
- 20) Hochpunkte eines Fe-Magnesium = +20°C verbessern
- 21) Praktikum mit wiederholtem Einatzen festlegen: Einfluss  
des Ausgangsmaterials auf die Polhöhe (und Kalkregulation)
- 22) Hydrolyse etc. etc.
- 23) <sup>Wie</sup> wirkt sich Kontakt durch Hydrolyse etc. etc.

- ~~24) Benzinsolubilität: Einfluss des Paraffingehalts und des Grenzflächenspannung auf die Löslichkeit etc.~~
- ~~25) Verbesserung des Öls durch Behandlung mit Benz. Schwefelwasserstoff: Oxidation etc.~~
- ~~26) Kann man die Alterungsbeständigkeit des Öls verbessern durch Behandlung mit aktivierten Tonen bei hohen Temperaturen.~~
- ~~27) Erweiterte Raffination des Kerosinbenzins durch geeignete Entfernung der Aldehyde und Ketone.~~
- ~~28) Synthesen mit Mischkatalysatoren, die gewonnen werden aus durch Chlorieren von Metallgemischen.~~

- ~~X 29) <sup>> 215-220°</sup> Löslichkeitsgrenze des Galaktolins, Einfluss der ob. Löslichkeitsgrenze, Mischungen, schärfte Feinheit, Analyse u. chem. Benutzbarkeit, auch Polymerisation des Proth.~~
- ~~X 30) Raffination des Benzins mit Tonen~~

Clay



924. N<sup>o</sup> 3.Für Bari  
Kalkammonsalpeter  
2. 1. 33.Bestimmung des H<sub>2</sub>O Gehalts durch Trocknen.M<sub>2</sub> ... für Bestimmung wie N<sup>o</sup> 2.

Probe Nr. 920/116 20g. 105°C.

	Versuch 1	Versuch 2	Versuch 3
	Erhitz. dauer 1/2 Std.	Erhitz. dauer 1 Std.	Erhitz. dauer 5 Std.
Gesamtgewichtsverlust %	0,73	0,85	1,08
(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> O <sub>3</sub> & NH <sub>3</sub> Analyse	0,08	0,15	0,39
" " CO <sub>2</sub> "	0,09	0,14	0,44
Rein Differenz H <sub>2</sub> O Gehalt	0,64	0,70	0,69
Gewichtsverlust im Fischauß 105° Xylolmethode	0,7 %	1 Std. 0,60 %	
Gewicht bei 23° über corr. 250g	5 Std. 0,29 %	22 Std. 0,45 %	

10.) Welche VP geben Benzine von gleicher Siedetemperatur, die aber aus verschiedenen Fraktionen zusammengesetzt sind (= Wasser/L-L-Öle)?

11.) Restöle im schmalen Bereich aufteilen in einzelnen Tropfen mit verschiedenen Mengen  $\text{AlCl}_3$  bei verschiedenen Temp. behandeln in einer hohen Kolle ausziehen.  
Die erhaltenen Kolle entweder weiterverarbeiten auf Öl (VP), oder mit anderen Stoffen wie  $\text{NaOH}$ ,  $\text{CaH}_2$ ,  $\text{KOH}$  usw. zur Reaktivierung bringen.

12.) <sup>Alkohol</sup> ohne <sup>Alkohol</sup> zu behandeln (Stofflösung von  $\text{Al}(\text{OH})_3$ ) auf eine gute Kristallisation gewährleisten ist.

13.) Synthesewege angeben mit Formeln und anzuwendenden Reagenzien.

a) ohne Zusatz von Phenylaz 10 Synthesen  
b) mit " " " " " " " " " " " "

# Übersichtsliste

## Direkte Arbeiten

4) Praktik: Analyse des Praktikantenverfahrens, 10-100°, Synthese des  
Fraktionens, namentlich des reinen  $\alpha$ -Kupfers

Zwisch-  
stellen

5) Studiert aus kombinatorischen Synthesen im 2. Temperaturstadium  
hier im 2. Apparatur

3) ablenkung anfallender Versuchsteile.

X

4) Synthese des in der DVH anfallenden  $C_2$ - und  $Fe$ -Krisalaphosphors

wichtig

X

5) Raffination des Krisalaphosphors aus Kupfer über Torerde, Synthese  
von  $Li_2O$ . 13. Hauptaufgabe

Zwisch-  
stellen

6) Raffination mit Zinklösung; Verhältnis der Konzentration und  
des  $H_2$ -Gehaltes.

X

7) Dehydratisierte Benzol-Polymerisation

wichtig

X

8) Synthesen sind aktiv.  $Al + HCl$  statt  $AlCl_3$ , ganz  $AlCl_3$  <sup>oder</sup>  $AlCl_3$  <sub>oder</sub>  
acidisch

X

9) Gehalt des  $Fe$ -Kontaktkrisalaphosphors durch Nachprüfung mit  
Kupfer von Torerde-Raffinationen herabsetzen

X

10) Hochdruckverfahren mittel beschleunigt

Zwisch-  
stellen

11) Einfluss der Entstellung im H<sub>2</sub> Prozess über ein + Gasdruck auf die  
2- $H_2$ - $Li_2O$  von  $AlCl_3$  -  $Fe$  - über

X

12) Vergleich: Syntheserichte Praktikanten mit u. ohne Plombierung,  
Einfluss auf die Vorkonkretion

Zwisch-  
stellen

X

13) Kupferraffination des Synthesen im 7. Stadium bei Praktikanten in beiden  
 $Fe$ -Krisalaphosphors

Blatt 1. 9. 44.

50.710

18<sup>15</sup> - 19<sup>15</sup> = 1 Tag 1 Tag = 2 Tage  
Wiederkehr alle 2 Monate.

19<sup>15</sup> - 20<sup>15</sup> = 1 Tag 1 Tag = 2 Tage  
Wiederkehr alle 2 Monate.

20<sup>15</sup> - 21<sup>15</sup> = 1 Tag 1 Tag = 2 Tage  
Wiederkehr alle 2 Monate.

21<sup>15</sup> - 22<sup>15</sup> = 1 Tag 1 Tag = 2 Tage  
Wiederkehr alle 2 Monate.

22<sup>15</sup> - 23<sup>15</sup> = 1 Tag 1 Tag = 2 Tage  
Wiederkehr alle 2 Monate.

23<sup>15</sup> - 24<sup>15</sup> = 1 Tag 1 Tag = 2 Tage  
Wiederkehr alle 2 Monate.

24<sup>15</sup> - 25<sup>15</sup> = 1 Tag 1 Tag = 2 Tage  
Wiederkehr alle 2 Monate.

25<sup>15</sup> - 26<sup>15</sup> = 1 Tag 1 Tag = 2 Tage  
Wiederkehr alle 2 Monate.

26<sup>15</sup> - 27<sup>15</sup> = 1 Tag 1 Tag = 2 Tage  
Wiederkehr alle 2 Monate.

27<sup>15</sup> - 28<sup>15</sup> = 1 Tag 1 Tag = 2 Tage  
Wiederkehr alle 2 Monate.

28<sup>15</sup> - 29<sup>15</sup> = 1 Tag 1 Tag = 2 Tage  
Wiederkehr alle 2 Monate.

29<sup>15</sup> - 30<sup>15</sup> = 1 Tag 1 Tag = 2 Tage  
Wiederkehr alle 2 Monate.

30<sup>15</sup> - 31<sup>15</sup> = 1 Tag 1 Tag = 2 Tage  
Wiederkehr alle 2 Monate.

31<sup>15</sup> - 1<sup>16</sup> = 1 Tag 1 Tag = 2 Tage  
Wiederkehr alle 2 Monate.

1<sup>16</sup> - 2<sup>16</sup> = 1 Tag 1 Tag = 2 Tage  
Wiederkehr alle 2 Monate.

2<sup>16</sup> - 3<sup>16</sup> = 1 Tag 1 Tag = 2 Tage  
Wiederkehr alle 2 Monate.

3<sup>16</sup> - 4<sup>16</sup> = 1 Tag 1 Tag = 2 Tage  
Wiederkehr alle 2 Monate.

4<sup>16</sup> - 5<sup>16</sup> = 1 Tag 1 Tag = 2 Tage  
Wiederkehr alle 2 Monate.

5<sup>16</sup> - 6<sup>16</sup> = 1 Tag 1 Tag = 2 Tage  
Wiederkehr alle 2 Monate.

6<sup>16</sup> - 7<sup>16</sup> = 1 Tag 1 Tag = 2 Tage  
Wiederkehr alle 2 Monate.

7<sup>16</sup> - 8<sup>16</sup> = 1 Tag 1 Tag = 2 Tage  
Wiederkehr alle 2 Monate.

8<sup>16</sup> - 9<sup>16</sup> = 1 Tag 1 Tag = 2 Tage  
Wiederkehr alle 2 Monate.

9<sup>16</sup> - 10<sup>16</sup> = 1 Tag 1 Tag = 2 Tage  
Wiederkehr alle 2 Monate.

10<sup>16</sup> - 11<sup>16</sup> = 1 Tag 1 Tag = 2 Tage  
Wiederkehr alle 2 Monate.

11<sup>16</sup> - 12<sup>16</sup> = 1 Tag 1 Tag = 2 Tage  
Wiederkehr alle 2 Monate.

12<sup>16</sup> - 13<sup>16</sup> = 1 Tag 1 Tag = 2 Tage  
Wiederkehr alle 2 Monate.