

000324

8. Januar 1943

Abt. III - Cl./Pk.

J.-Nr. 43/1/3

Herrn Professor M a r t i n

Betr.: Aussichten für die Gewinnung eines höchstviskosen Brightstocks im Rahmen unserer normalen Ölsynthese.

Die von Ihnen gestellte Frage, welche Bedingungen bei der normalen Polymerisation von Crack- oder Kreislaufbenzin herausgearbeitet werden müssen, um in möglichst grosser Ausbeute einen Brightstock von V₁₀₀ = 6-8° E zu erhalten, hängt aufs engste mit der Herstellung eines höchstviskosen n-Öles zusammen. Im Grossen und Ganzen gehen wohl beide Werte, die Viscosität V₅₀ des n-Öles und der aus diesem Rückstandsöl gewinnbare Anteil Brightstock in etwa parallel. Da zu Abtrennung des letzteren bei 1 - 2 mm Hg Destillationstemperatur eingehalten werden müssen, die erheblich über 300°C, also im Gebiet beginnender Cracking liegen, so können Brightstocks nur durch Molekulardestillation oder in der Lurgiapparatur, also unter dem Schutz von Wasserdampf, abgetrennt werden. Diese Schwierigkeit erklärt, dass nur wenig experimentelles Zahlenmaterial vorliegt. Es müssten also noch eine Reihe Versuche durchgeführt werden.

Als Basis hierzu dient am besten unser zusammenfassender Bericht, den wir am 28. Mai 1938 unter dem Titel: "Einige Versuche über die Darstellung höchstviskosen Öles aus unraffiniertem Crackbenzin" Ihnen zuleiteten. - Nach den damaligen Beobachtungen muss ohne jeden Zweifel bei der Polymerisation eine niedrige Temperatur eingehalten werden, die bestimmt unter 60° liegen muss, z.B. +15°C. Ob eine weitere Senkung der Temperatur trotz Verlangsamung der Reaktionsgeschwindigkeit oder aber die Anwendung einer Temperaturstaffel z.B. 15, 30, 60°C sich besonders günstig auswirken, müssen die weiteren Versuche zeigen. Jedenfalls darf die Polymerisation nicht vorzeitig abgebrochen werden, da das Öl mit der Zeitdauer noch viscoser werden kann (Anl. 5 des obigen Berichtes). Wenn nicht ein Überschuss, so ist doch ein reichlicher Einsatz an AlCl₃ zu wählen.

Ein Beispiel des Berichtes zeigt, was bestenfalls mit einem bis 175°C siedenden Crackbenzin mit 84% Olefinen erreicht werden kann: Bei Zusatz von 6% AlCl₃/100 Olefine ergab die Synthese 15°C 24 Std. 65,1% n-Öl mit V₅₀ = 42,7°.

Vielleicht empfiehlt es sich, den Katalysator durch Zusatz kleiner Mengen SiCl₄ zu aktivieren; wir beobachteten in diesem Fall eine Steigerung der Viscosität.

In den noch auszuführenden Versuchen wäre klarzustellen, ob frisches AlCl₃ mehrfach in aufeinanderfolgenden Synthesen ohne Schaden für die Viscosität als Kontaktöl anzuwenden ist. Wir neigen zu der Auffassung, dass das Aluminiumchlorid in der I. oder vielleicht auch II. Synthese n-Öle von optimaler Viscosität und damit die höchsten Ausbeuten an Brightstock liefert. Unsere Synthese ist als ein Gleichstromprozess aufzufassen, bei dem die Wirksamkeit des Katalysators, zeitlich gesehen, mehr oder weniger rasch zurückgeht. Alle Vorgänge,

000325

die diesen wertmässigen Rückgang begünstigen, wie hohe Temperatur, Verharzung, HCl-Abspaltung, Sauerstoffeinwirkung, sind peinlichst zu vermeiden. Man arbeitet deswegen im Stäckstoffstrom und unterzieht das Ausgangsbenzin einer Reinigung mittels Tonsil bzw. einer Neutralisierung und Trocknung beispielsweise mit Natronkalk.- Bei heissem Arbeiten jedenfalls ergaben gut neutralisierte Benzine höher viscoser n-Öle (vgl. Bericht v. 3. August 1942).

Ferner ist noch die Frage offen, ob auch bei tiefen Polymerisationstemperaturen eine Abhängigkeit des maximal erreichbaren Brightstockanteils zur Siedelage des Ausgangsbenzins besteht. Einige bei höherer Temperatur durchgeführte Ölsynthese lassen einen solchen Zusammenhang vermuten:

Einsatz:	Rückstandsöl	ergab	Brightstockanteil
	$V_{50} =$		$V_{50} = 50 \text{ E}$
C ₆	16,9°		47 %
C ₈ + C ₉	13,7°		40 %
C ₁₁	16,-°		33 %

Es scheint also, als ob lange Ketten für die Gewinnung höchstviscoser Rückstandsöle nicht so geeignet wären wie kurze. Auch ist bekannt, dass die Bildung dieser Brightstocks durch die Vermehrung des Kühlbenzinanteils im Crackbenzin gefördert wird.