



Über die Zerlegung von synthetischen
Schmierölen durch selektive Adsorp-
tions-Analyse

Abteilung: ZEA-Whr

Verfasser: Dr. Hüter

Datum: 16.10.43



Rhenania-Ossag Mineralölwerke Akt.-Ges.

Hamburg

3996-30/301 et al

(497)

46

ZEA-Bericht Nr. 83

Über die Zerlegung von synthetischen Schmierölen durch selektive Adsorptions-Analyse

Abteilung: ZEA-Whr

Verfasser: Dr. Höter

Datum: 16.10.43

Charakterisierung eines synthetischen Mineralöls allein durch:

a) %-Ist
b) n_D^{20} } des "Extrakt"-fraktionen!

Zr.	$(n_D^{20} - 1,500) \cdot 1000$ (A)	% Extr. (B)	$\frac{A \cdot B}{100}$
2	7.5	15.5	0.8
3	6.0	5.5	0.3
4	13.5	14.3	1.9
5	-1.4	4.7	-0.1
6	-0.2	4.5	0.0
7	-1.8	12.6	-0.5
8	21.7	17.3	5.8

Kein Wert
entgegen
mit N
allgemeine
Behandlung!

Aber: Mineralpolymerisieröl 72

Wahl?

7) Spezifisches Gewicht

Die Dichte ist mit dem Brechungsindex durch einfache, praktisch lineare Beziehung verknüpft, so dass alles früher bei der Besprechung des n_D Gesagte, genau so für die Dichte Gültigkeit besitzt.

Die sich aus diesen Versuchsergebnissen ergebenden Erkenntnisse haben wir im 2. Teil dieses Berichtes dazu verwendet, um unter Anwendung schärferer Bedingungen einer Inhaltsanalyse, die Syntheseöle verschiedener Herkunft und Herstellungsart aufgrund der konstitutionellen und analytischen Unterschiede der einzelnen Komponenten unterscheiden soll, aufzubauen.

Dabei fanden wir:

1) Die 3 untersuchten Syntheseöle verschiedener Herkunft lassen sich durch selektive Adsorption infolge ihrer auf struktureller Grundlage beruhenden verschiedenen Adsorptionsaffinität in Fraktionen von verschiedenen analytischen Kennzahlen zerlegen.

2) Aus den Kennzahlen der einzelnen Fraktionen lässt sich ein deutlicher struktureller Unterschied in Abhängigkeit von dem Ausgangsmaterial feststellen. Das aus Äthylen gewonnene Öl ist in Bezug auf die Struktur der Komponenten einheitlicher zusammengesetzt als ein Öl auf Paraffinbasis.

Einleitung:

In früheren Berichten, insbesondere ZBA-Bericht Nr. 77, haben wir gezeigt, dass man durch selektive Adsorption unter den von uns gewählten Arbeitsbedingungen Naturschmieröle mit guter Trennschärfe in Verbindungsgruppen einheitlicher chemischer Konstitution zerlegen und daraus dann nach analytischer Kennzeichnung der einzelnen Fraktionen eine "Inhaltsanalyse" aufbauen kann, die es ermöglicht, Ausbeute und Qualität eines aus einem Grundstoff gewinnbaren Raffinats vorauszubestimmen. Wir haben weiter gezeigt, dass man durch selektive Adsorption - im Gegensatz zur selektiven Extraktion - auch Verbindungsgemische des gleichen Typs (z.B. Paraffine bzw. Aromaten) aufgrund unterschiedlicher ^{Adsorptionsaffinitäten} in Komponenten verschiedener Struktur (z.B. n-, iso-, und Ringparaffine) trennen kann.

Durch selektive Adsorptions-Analyse müsste man sich infolgedessen auch über die Struktur der einzelnen Komponenten von Syntheschmierölen, die bekanntlich vorwiegend aus einem Gemisch von Paraffinkohlenwasserstoffen zusammengesetzt sind, orientieren können. Die Kenntnis der analytischen und strukturellen Zusammensetzung der einzelnen Komponenten eines synthetischen Schmieröles wäre nicht nur wichtig, um die Ursachen der bei Schmiervorgängen ermittelten Unterschiede einzelner Synthesöle untereinander und gegenüber Naturschmierölen aufzuklären, sondern sie gäbe auch die Möglichkeit, die Synthese von vornherein in Richtung schmier-technisch besonders wertvoller Verbindungsgruppen zu steuern.

Zur Klärung der Frage, inwieweit sich Synthesöle durch selektive Adsorption an Bleicherde zerlegen lassen, haben wir im ersten Teil der nachfolgenden Untersuchungen an 8 nach verschiedenen Verfahren und unter verschiedenen Arbeitsbedingungen hergestellten Synthesölen zunächst die Bedingungen ermittelt, die eine Zerlegung der Öle mit hinreichender Trennschärfe ermöglichen. Dabei haben wir, um möglichst schonend zu arbeiten, nur ein Öl-Erdeverhältnis von 1:3 angewandt, trotzdem bei dieser Arbeitsweise aufgrund unserer Erfahrungen mit Naturölen ein Optimum der Trennschärfe nicht zu erwarten war. Die sich aus diesen Versuchsergebnissen ergebenden Erkenntnisse haben wir im zweiten Teil dieses Berichtes dazu verwandt, um unter Anwendung schärferer Trennungsbedingungen eine "Inhaltsanalyse" aufzubauen.

Inhalt

In Fortführung des ZEA-Berichtes Nr. 77, der sich mit der Trennung von Naturschmierölen durch selektive Adsorption beschäftigt, haben wir 8 nach verschiedenen Verfahren und unter verschiedenen Arbeitsbedingungen hergestellte Öle durch Adsorption an Bleicherde zerlegt. Im ersten Teil haben wir zunächst die Bedingungen ermittelt, die eine Zerlegung der Öle mit hinreichender Trennschärfe ermöglichen und hierzu ein Öl/Erde-Verhältnis 1:3 angewendet. Dabei fanden wir:

1) Syntheseöle lassen sich - trotz ihres weitgehend paraffinischen Charakters - aufgrund der auf Strukturunterschieden beruhenden, verschiedenen Adsorptionsaffinität der einzelnen Gemischkomponenten in Fraktionen mit unterschiedlichen analytischen Kennzahlen zerlegen.

2) Aus diesen Kennzahlen der einzelnen Fraktionen ergibt sich betreffend Viskosität

a) bei hochviskosen Ölen (Viskosität über 44 E/50) schwankt die Viskosität der Fraktionen gegenüber dem Ausgangsöl ausserordentlich, während bei niedrigviskosen Ölen die Fraktionen eine ähnliche Viskosität aufweisen wie die Ausgangsöle.

b) Die Viskositätsschwankungen zwischen der ersten und der letzten Fraktion sind bei dünnviskosen Ölen geringer als bei hochviskosen.

Wie wir im zweiten Teil dieses Berichtes zeigen, trifft der Befund gemäss Punkt 1 und 2 für dünnviskose Öle jedoch nur beim Arbeiten mit einem Öl-Erde-Verhältnis 1:3 zu. Verschärft man durch Erhöhung des Erdesatzes die Trennungsbedingungen, kann man auch dünnviskose Öle in ähnlicher Weise auftrennen wie die hochviskosen. Daraus folgt, dass die Unterschiede der Adsorptionsaffinitäten zwischen den einzelnen Komponenten aufgrund von Struktur- und Molekulargewichtsunterschieden bei dicken Ölen grösser sind als bei dünnen Ölen.

c) Bei allen Ölen ist die Viskosität der ersten Fraktion am niedrigsten, die des Erdeextraktes am höchsten.

d) Infolgedessen zeigen die Anteile mit der geringsten Adsorptionsaffinität die niedrigste, die mit der grössten Adsorptionsaffinität die grösste Viskosität.

3) Betreffend Viskositäts-Index und Polhöhe

a) im Gegensatz zu Naturschmierölen zeigt der V.I. der Fraktionen im Vergleich zum Ausgangsöl nur geringe Unterschiede

Da Syntheseöle sich - im Gegensatz zu Naturölen - weitgehend aus schmier technisch hochwertigen Komponenten zusammensetzen, soll die Inhaltsanalyse hier in erster Linie dazu dienen, Syntheseöle verschiedener Herkunft und Herstellungsart aufgrund der konstitutionellen und analytischen Unterschiede der einzelnen Komponenten zu kennzeichnen. In Verbindung mit praktischen Schmiererprobungen wird es dann möglich sein, die für die Beherrschung eines bestimmten Schmiervorganges besonders geeigneten Strukturgruppen festzulegen und die Schmierölsynthese auf die Gewinnung solcher besonders wertvollen Verbindungen auszurichten.

Wie die nachfolgenden Versuche zeigen, kann man durch selektive Adsorption ermitteln, welche Komponenten eines Syntheseöles dessen Viskositätsträger sind und dessen Schmierwert - gemessen am V.I.-Bedingen. Es lässt sich auch feststellen, welche konstitutionellen Unterschiede die Viskositätshöhe eines Öles bedingen und welche Anteile besondere analytische Merkmale z.B. bezüglich Gehalt an Schwefel, Conradsonbildner usw. aufweisen. Die bezüglich des Einflusses des Ausgangsmaterials und Art des Syntheseverfahrens auf die Qualität eines Syntheseöls noch im Anfangsstadium liegenden Untersuchungsergebnisse zeigen weiterhin bereits deutlich, dass sich auch in dieser Beziehung in Zukunft interessante Rückschlüsse ziehen lassen werden.

1. Teil

Zerlegung von Synthesölen durch selektive Adsorption.

a) Versuche:

1) Ausgangsmaterial

Verwendet wurden für die Versuche 3 Synthesöle folgender Herkunft:

Öl Nr.	Verfahren	Spaltungs-Material	Ausgangs-Material	Betriebsperiode	Viskosität E/50°C
1	Rhenania	Ostmark	Paraff. Gatsch	Aug/Sept. 41	9,0
2	"	"	"	"	49,3
3	"	"	"	Juli 1942	17,9
4	"	"	"	Okt. 1942	89,3
5	"	Rumän.	Paraff. Gatsch	Aug/Sept. 42	23,5
6	"	"	"	"	44,6
7	Ruhrchemie	"	"	"	15,2
8	Rhenania	Sludgeöl (Ostmark Paraffingatsch)	"	"	10,4

Wie obige Zusammenstellung zeigt, haben wir 6 Synthesöle verschiedener Viskosität und Betriebschargen, hergestellt nach dem Rhenania-Verfahren, 1 Synthesöl nach dem Verfahren der Ruhrchemie, und 1 bei der Zerlegung des Aluminiumchloridschlammes (Sludge) nach dem Rhenania-Verfahren anfallendes Öl (Sludgeöl) untersucht. Die genauen Analysendaten der Ausgangsöle sind in den Anlagen den bei der Zerlegung erhaltenen Eluatfraktionen gegenübergestellt.

b) Besprechung der Versuchsergebnisse:

1) Trennschärfe

Wie aus den Analysendaten der Versuchsergebnisse (Anlage 1-5) hervorgeht, erzielt man unter unseren Arbeitsbedingungen - obwohl wir nur mit einem Öl-Erde-Verhältnis 1:3 arbeiteten - bereits eine weitgehende Trennung. Die analytischen Kennzahlen wie Dichte, Brechungsindex, Viskosität, OKT und C-Gehalt in aromatischer Bindung (nach Jaterman) steigen, Anilinpunkt, $n_{D,20}$ und V.I. fallen von der ersten bis zur letzten Fraktion. In der gleichen Richtung tritt eine Farbvertiefung der Fraktionen ein. Diese führt in den Petrolätherabläufen von farblosen, zum

Teil wasserklaren bis zu gelbgrünen Ölen. Der mit Chloroform-Methanol eluierte, nicht mit Petroläther verdrängbare Rückstand (Erde-Extrakt) ist bei allen Ölen dunkelrot gefärbt. Durch fraktionierte Eluierung kann man auch diesen noch in klar durchsichtige, hellrote, sowie in dickerer Schicht undurchsichtige tief-rotbraune bis braun-schwarze Anteile zerlegen.

Will man ein Gemisch, wie es die Syntheseöle darstellen, durch selektive Adsorption zerlegen, muss man sich infolge der ähnlichen Adsorptionsaffinität gewisser paraffinischer mit vorhandenen aromatischen Bestandteilen bezüglich der Trennschärfe mit folgendem Kompromiß begnügen:

- 1) entweder wählt man die Adsorptionsbedingungen so scharf, dass man eine möglichst weitgehende Auftrennung des paraffinischen Teils in Fraktionen verschiedener chemischer Konstitution erhält, dann verbleibt als Erdeextrakt ein Gemisch von "Aromaten"^{x)} und "Paraffinen" ähnlicher Adsorptionsaffinität.
- 2) Will man dagegen nur eine quantitative Abtrennung der "Aromaten" erreichen, so müsste man mildere Versuchsbedingungen wählen (z.B. geringere Mengen eines nicht so aktiven Adsorbens), wobei man dann allerdings praktisch keine Auftrennung der paraffinischen Anteile erreicht.

Die von uns gewählten Arbeitsbedingungen (ein Öl-Erdeverhältnis 1:3) waren bereits so scharf, dass sie Punkt 1) entsprechen.

Einzelheiten:

a) Petrolätherabläufe der Syntheseöle 1-7

1) Ausbeuten bei der Zerlegung und Farbe der Fraktionen

Wie in der Einleitung bereits erwähnt, haben wir die Ausgangsöle in der Regel in 5-6 Fraktionen zerlegt. Die genauen Mengen der einzelnen Fraktionen (in %) berechnet auf das jeweilige Ausgangsmaterial, enthält nachfolgende Zahlentafel 1.

x) Die "... ." sollen andeuten, dass es sich bei den "Aromaten" und "Paraffinen" nicht etwa um rein aromatische oder paraffinische Verbindungen handelt, sondern dass wir es stets mit Molekülen zu tun haben, die sich aus mehr oder minder ringförmigen oder paraffinischen Gruppen aufbauen und dementsprechend in ihren Eigenschaften als aromatisch oder paraffinisch anzusprechen sind.

Ausbeuten und Farbe der einzelnen Fraktionen.

Fraktion	Öl 1	Öl 2	Öl 3	Öl 4	Öl 5	Öl 6	Öl 7
	E/50= 9,02%	E/50= 49,3%	E/50= 17,91%	E/50= 89,3%	E/50= 23,6%	E/50= 44,8%	E/50= 17,9%
	Farbe	Farbe	Farbe	Farbe	Farbe	Farbe	Farbe
	lbs	lbs	lbs	lbs	lbs	lbs	lbs
1	23,26 farblos	22,71 farblos	23,05 farblos	17,35 farblos	14,82 farblos	18,58 farblos	17,55 farblos
2	22,22 schw hell grün	19,05 fast farblos	18,30 "	25,05 hell gelb grün	22,32 "	23,58 "	15,6 "
3	27,01 schw grün	21,47 hell gelb	25,0 "	17,85 hell grün	22,84 "	19,37 "	21,1 "
4	24,35 grün	20,3 gelb grün	21,55 grün lich	17,7 gelb grün	16,67 "	20,32 gelb lich	20,9 "
5		7,02 "	7,03 grün gelb	7,80 dkl. gelb grün	17,08 "	10,4 grün gelb	11,4 gelb grün
Extrakte							
6					2,86 rot braun	4,41 dkl rot klar	
7	2,89	11,05 dkl rot	5,5 dkl rot	14,3 dkl rot	4,74 schw braun	4,15 schw braun	12,6 dkl rot

Wie die Zusammenstellung zeigt, betragen die aus Petroläther gewonnenen Fraktionen im Durchschnitt ca. 20 - 25 % des Ausgangsöles, die letzte Fraktion war in der Regel wesentlich kleiner. Die Erdeextraktmengen schwanken zwischen 3 und 14 %.

Was die Farbe anbetrifft, sind die Anfangsfraktionen der Öle in der Regel farblos bis grüngelb. Es tritt dann allmählich Farbvertiefung bis zum Erdeextrakt ein, der in allen Fällen dunkelrot ist.

2) Viskosität

Betrachtet man die Viskositäten der Petroläthereluat (Fraktionen im Vergleich zu dem Ausgangsöl, ergibt sich gemäss nachfolgender Zahlentafel 2

Zahlentafel 2

Viskosität bei 50°C/E°

Nr. Ausgangsöl	Fraktion					Erde-Extrakt	
	1	2	3	4	5		
1	9,09	1,69	8,40	8,48	10,30		
7	15,24	14,77	13,30	13,39	13,75	16,09	85,7 (n. 5% Extrakt)
3	17,87	15,15	15,39	15,98	16,50	17,50	
5	23,5	19,1	20,2	18,9	19,8	21,5	
6	44,6	32,2	32,9	36,1	42,5	45,0	
2	49,3	25,0	37,6	48,5	57,8	93,9	189 (11% Extrakt)
4	89,3	37,2	45,6	70,2	88,9	182,0	1136 (14% Extrakt)

in der die Öle entsprechend der Viskosität der Ausgangsöle bei 50°C klassifiziert sind, dass:

a) bei hochviskosen Ölen (Viskosität 44°E/50°C) die Viskositätsschwankungen der Fraktionen gegenüber dem Ausgangsöl gross sind, während bei niedrig-viskosen Ölen die Fraktionen eine ähnliche Viskosität aufweisen wie die Ausgangsöle und

b) dass bei allen Ölen die Viskosität der ersten Fraktionen am niedrigsten, die der Erdeextrakte am höchsten ist,

c) dass auch die Viskositätsschwankung zwischen der ersten und letzten Fraktion bei den dünnviskosen Ölen geringer als bei den hochviskosen ist,

d) dass die Anteile mit der geringsten Adsorptionsaffinität die niedrigsten, die mit der grössten Adsorptionsaffinität die höchste Viskosität zeigen.

e) Wie wir im zweiten Teil dieses Berichtes zeigen, lassen sich auch dünnviskose Öle noch weiter in ähnlicher Weise wie die hochviskosen Öle in höher- bzw. niedrig-viskosere Fraktionen zerlegen, wenn man durch Erhöhung des Erdsatzes die Trennungsbedingungen verschärft. Daraus folgert, dass die Unterschiede der Adsorptionsaffinitäten der verschiedenen Komponenten aufgrund von Struktur- und Molekulargewichtsunterschieden bei dicken Ölen grösser sind als bei dünnen Ölen.

3) Molgewicht

Wie die nachfolgende

Zahlentafel 3

Molgewichte der Ausgangsöle u. deren Fraktionen

Nr.	Ausgangsöl	E 750	Ausgangsöl	Mol.-Gew.					
				Fr. 1	Fr. 2	Fr. 3	Fr. 4	Fr. 5	Fr. 6
1)		9	566	570	558	578	552	-	-
2)	Ostmark	49	870	890	878	861	796	812	895
3)		18	708	750	723	710	685	595	828
4)		89	1017	979	910	882	930	963	1260
5)	rumänisch	23	892	913	904	861	858	888	-
6)		44	1167	1185	1172	1158	1140	1080	-
7)	Ruhrchemie	15	690	699	679	678	705	678	893

zeigt, fallen die Mol.-Gew. der Fraktionen in der Regel mit fortschreitender Eluierung bis zu einem Minimum, das teils noch vor, teils aber auch erst mit dem letzten Petrolätherablauf erreicht wird. Der Erdeextrakt (Fr.6) hat in allen Fällen das höchste Mol.-Gewicht. (also sehr hochviskos!)

Für Öle gleicher Herkunft und infolgedessen annähernd gleicher Struktur (Öl 1-4, bzw. 5.u.6), bestätigt sich die bekannte Tatsache, dass mit steigendem Mol.-Gewicht die Viskosität zunimmt, d.h. also, dass bei Ölen etwa gleicher Konstitution die Viskosität zur Hauptsache von der Molekülgröße abhängig ist.

Umgekehrt muss aus Ölen gleicher Viskosität, aber verschiedener Molekülgröße (z.B. Öl 2 und 3 aus Ostmark-Paraffin, gegenüber Öl 5 und 6 aus rumänischem Paraffin) geschlossen werden, dass grundlegende strukturelle Unterschiede vorliegen. Die rum. Öle dürften, entsprechend ihrem Ausgangsgatsch der Ölfrei ist und zu 100% aus n-Paraffinen besteht, aus Kohlenwasserstoffgemischen von geringerem Verzweigungsgrad bestehen als die Öle aus Ostmark-Paraffin, die von einem Gatsch stammen, dessen Paraffin verzweigte Grenzkohlenwasserstoffe und Ringkohlenwasserstoffe enthält, deren Menge infolge des Ölgehaltes des Gatsches noch wesentlich erhöht wird. Verzweigungsgrad und Zyklisierung sind beides viskositäts erhöhende Faktoren. Infolgedessen kann ein Öl, das aus reinem n-paraffinischem Ausgangsmaterial erhalten wird, (rum. Öl), nur durch einen höheren Polymerisationsgrad, der zu höheren Molekulargewichten führt, auf die Viskosität eines Öles gebracht werden, das aus

Viskosität im Ölfrei-Gebiet ist

*1) Ein hoher Verzweigungsgrad der Paraffine ist durch die Quatruppenkette hervor gegeben, u. ist unabhängig vom Ausprägungsgrad! Vp. Kp. hydrolyt.

aromaten- und naphthenhaltigen Ausgangsmaterial gewonnen wurde. (Ostmark-Gatsch Nr. 1,2,4).

4) Brechungsindex

Wie aus der Zusammenstellung der Zahlentafel 4 hervorgeht

Zahlentafel 4

n_D^{20} der Ausgangsöle und deren Fraktionen

Nr.	n_D^{20} / 50 (Ausgangsöl)	Frakt. 1	Fr. 2	Fr. 3	Fr. 4	Fr. 5	Fr. 6
1	9,1	1,4845	1,4789	1,4827	1,4832	1,4922	1,5340
2	49,3	1,4900	1,4800	1,4853	1,4899	1,4938	1,5006
3	17,8	1,4842	1,4725	1,4792	1,4809	1,4960	1,4961
4	89,3	1,4907	1,4809	1,4841	1,4890	1,4922	1,5000
5	23,5	1,4770	1,4740	1,4748	1,4758	1,4770	1,4778
6	44,6	1,4801	1,4762	1,4769	1,4788	1,4808	1,4835
7	15,2	1,4778	1,4735	1,4745	1,4753	1,4762	1,4818

steigt der Brechungsindex von der ersten bis zur letzten Fraktion. Der n_D der ersten Fraktion liegt stets unter dem Wert des Ausgangsöles. Der Summenwert, errechnet aus dem n_D der Fraktionen und deren Anteile, stimmt mit dem n_D des Ausgangsöles praktisch überein, woraus hervorgeht, dass durch die Trennung die einzelnen Verbindungen chemisch nicht beeinflusst werden.

In der Differenz der n_D -Werte der Fraktionen kommt deren unterschiedliche Konstitution und somit auch die Trennschärfe der Methode der selektiven Adsorption zum Ausdruck.

Die Ursache für das Ansteigen des Brechungsindexes mit fallendem Mol.-Gewicht dürfte in einem Anwachsen des Verzweigungsgrades und in einem Einbau von ringförmigen Gruppen unter Aufrechterhaltung des Paraffincharakters des Gesamtmoleküls zu suchen sein. Die Brechungsindizes allein lassen selbstverständlich keine Rückschlüsse auf Molgröße, Viskosität, Konstitution u.a. zu. Die Brechungsindizes allein lassen selbstverständlich keine Rückschlüsse auf Molgröße, Viskosität, Konstitution u.a. zu. Bei Kenntnis eines zweiten Wertes wie Mol.-Gewicht oder Viskosität kann jedoch häufig bereits auf die Qualität der Öle geschlossen werden:

Je niedriger bei einer gegebenen Viskosität bzw. Mol.-Größe der Brechungsindex ist, desto paraffinischer ist in der

Regel, insbesondere bei Ölen die auf gleicher Basis hergestellt sind, die Qualität der Öle.

5) Spezifisches Gewicht

Die Dichte ist mit dem Brechungsindex durch einfache, praktisch lineare Beziehung verknüpft, so dass alles früher bei der Besprechung des n_D Gesagte, genau so für die Dichte Giltigkeit besitzt. Die Werte der Ausgangsöle und deren Fraktionen sind der Zahlentafel 5 zu entnehmen.

Zahlentafel 5

d_{20} der Ausgangsöle und deren Fraktionen

Öl	$n_D^{20}/50$	Ausgangsöl	Frakt. 1	Frakt. 2	Frakt. 3	Frakt. 4	Frakt. 5
1	9	0,8694	0,8615	0,8665	0,8682	0,781	0,8922
2	49/50	0,8820	0,8662	0,8754	0,8823	0,8883	0,8988
3	18	0,8685	0,8596	0,8618	0,8643	0,8721	0,8848
4	89	0,8842	0,8672	0,8730	0,8812	0,8865	0,8990 //
5	25	0,8566	0,8519	0,8534	0,8552	0,8570	0,8572
6	44	0,8640	0,8578	0,8585	0,8608	0,8638	0,8653
7	15	0,8579	0,8522	0,8533	0,8555	0,8570	0,8653

6) Viskositätsindex und Polhöhe

Zieht man aus ^{den} oben besprochenen analytischen Merkmalen Rückschlüsse auf das im V.I. oder Polhöhe zum Ausdruck kommende Viskositäts-Temperaturverhalten der Öle und ihrer Fraktionen, ergibt sich für den V.I. gemäss nachfolgender

Zahlentafel 6

V.I. der Ausgangsöle und deren Fraktionen

Nr.	Öl	$n_D^{20}/50$	Ausgangsöl	Frakt. 1	Frakt. 2	Frakt. 3	Frakt. 4	Frakt. 5
1	9	92	99	97	94	80	-	-
2	49	99	106	102	98	91	-	-
3	18	114	120	118	116	110	103	-
4	89	104	108	105	102	100	93	-
5	25	121	124	122	122	122	120	-
6	44	116	120	119	117	116	115	-
7	15	103	110	107	105	104	93	-

folgendes Bild:

- a) Im Gegensatz zu Naturschmierölen zeigt der V.I. der Fraktionen im Vergleich zum Ausgangsöl nur geringe Unterschiede und dokumentiert damit die grössere Einheitlichkeit der chemischen Konstitution der Komponenten, aus denen sich ein Synthesöl aufbaut.
- b) Ein Vergleich des V.I. des Ausgangsöles mit dem seiner Fraktionen lässt eine gute Beurteilung der Syntheseöle zu. Die Öle 5 und 6 sind von grösserer Einheitlichkeit als die übrigen Öle. Die guten Öle setzen sich durchgehend aus Komponenten von hohem V.I. zusammen.

Dasselbe Bild bezüglich Trennschärfe und Beurteilung der einzelnen Öle gibt die Viskositätspolhöhe

Zahlentafel 7

Viskositätspolhöhe der Ausgangsöle und deren Fraktionen

Öl	E/50°	Viskositätspolhöhe					
		Ausgangsöl	Frakt. 1	Frakt. 2	Frakt. 3	Frakt. 4	Frakt. 5
1	9	2,00	1,92	1,93	1,96	2,08	-
2	49	1,90	1,75	1,86	1,95	1,95	2,06
3	18	1,60	1,53	1,54	1,56	1,68	1,81
4	99	1,86	1,70	1,76	1,85	1,92	2,05
5	25	1,45	1,44	1,46	1,46	1,48	1,49
6	44	1,57	1,48	1,49	1,53	1,56	1,58
7	15	1,80	1,75	1,74	1,78	1,79	1,98

7) Conradson-Test

Syntheseöle von gleicher Viskosität, die aus aromaten- bzw. naphthenhaltigem Ausgangsmaterial (Östmarköl 3 bzw. 2) hergestellt sind, zeigen stets einen höheren CKT als Öle aus aromatenfreiem Ausgangsmaterial (rum. Öle 5 bzw. 6)

Zahlentafel 8

CKT der Ausgangsöle und deren Fraktionen

Ausgangsöl	Nr.	E/50°	CKT				
			CKT	Frakt. 1	Frakt. 2	Frakt. 3	Frakt. 4
1	9	0,10	0,05	0,07	0,08	0,09	-
2	49	0,45	0,17	0,29	0,5	0,77	1,24
3	17,8	0,27	0,09	0,13	0,16	0,24	-
4	89	0,64	0,10	0,22	0,35	0,56	0,93
5	23,5	0,14	0,04	0,05	0,07	0,09	0,11
6	44	0,25	0,05	0,08	0,14	0,25	0,4
7	15	0,25	0,02	0,03	0,04	0,06	0,25

c) Petrolätherabläufe des Sludgeöls (Öl 8)

Neben den oben beschriebenen Synthesölen fällt bei der Schmierölsynthese noch das sogen. Sludgeöl an, das aus den Aluminiumkomplexverbindungen des sich bei der Polymerisation bildenden Schlammes durch Hydrolyse gewonnen wird. (zu den Nachfolgenden Untersuchungen verwandten wir nicht das Rohprodukt, sondern eine Destillatfraktion von einer Viskosität 10E/50. Weitere Analysendaten siehe Anlage 5)

Mengen und Farben der 4 Petrolätherfraktionen und des Erdeextraktes sind aus Zahlentafel 9 ersichtlich.

Zahlentafel 9

<u>Mengen und Farbe der Petrolätherabläufe aus Sludgeöl</u>	
<u>Ausgangsöl</u>	<u>Fraktion</u>
	1 2 3 4 5
Menge	22,0 20,2 24,5 16,2 17,3
Farbe	fast farblos grüngelb grüngelb orange dkl. rot

Dichte, Brechungsindex, A.P. und Mol.-Gewicht zeigen gemäss Zahlentafel 10 eine ähnliche Tendenz wie bei den Synthesölen.

Zahlentafel 10

<u>Dichte, Brechungsindex, A.P. und Molgewicht des Sludgeöls und seiner Fraktionen</u>						
<u>A</u>	<u>Ausgangsöl</u>	<u>Fraktion</u>				
		1	2	3	4	5
d ₂₀	0,8561	0,8362	0,8465	0,8493	0,8666	0,9243
n _D ²⁰	1,4783	1,4646	1,4711	1,4731	1,4850	1,5217
A.P.	100,5	113,0	107,3	105,9	96,7	69,3
Mol.-Gew.	537	554	556	553	529	631

Im Gegensatz zu reinen Synthesölen steigt bei Sludgeöl der V.I., der beim Ausgangsöl bei 80 liegt in der ersten Fraktion zwar auf 100, fällt aber dann bis zur 4. Fraktion auf 71 ab. (siehe Zahlentafel 10). Der Erdeextrakt kommt nach seinem n_D - wert ein V.I. von nur 20 zu. Er ist danach als aromatisch zu bezeichnen.

Der V.P. liegt zwischen 1,82 der ersten und 2,36 der 4. Fraktion. Die Viskosität erreicht erst in der 3. Fraktion die Höhe des Ausgangsöles, die nächste Fraktion liegt darüber.

Zahlentafel 11

V.I., V.P., und Viskositäten des Sludgeöls u. dessen Fraktionen

	Ausgangsöl:		Fraktion						
	8	1	1	1	3	1	4	1	5
V.I.	80	100		89		86		71	20
V.P.	2,18	1,82	2,05		2,09		2,43		-
E/50	10,5	7,6	9,8		10,4		15,8		-

Watermananalyse

Die Watermananalyse des Ausgangsöles zeigt, dass das Sludgeöl im Vergleich zu Syntheseölen einen weit niedrigeren Gehalt an C in paraffinischer Bindung aufweist. Bei den Fraktionen fällt der C-Gehalt in paraffinischer Bindung von der ersten zur letzten Fraktion (Extrakt) von 77,3 auf 51,4%, der des C-Gehalts in naphthenischer Bindung von 13,9 auf 7,3 %, unter gleichzeitigem Anstieg des Gehaltes des Kohlenstoffes in aromatischer Bindung von 8,8 auf 41,3 %.(siehe Zahlentafel 12)

Zahlentafel 12

Watermananalysen des Sludgeöles und dessen Fraktionen

	Ausgangsöl:		Fraktion							
	1	1	1	2	1	3	1	4	1	5
%C in Aromaten	16,9	18,8	12,7	13,7		19,9		19,9		41,3
in Naphthenen	11,4	13,9	13,3	13,0		11,4		11,4		7,3
in Paraffinen	71,7	77,3	74,0	73,3		69,7		69,7		51,4

Zusammenfassend zeigen die obigen Versuchsergebnisse, dass man auch Sludgeöl unter den von uns angewandten Versuchsbedingungen durch selektive Adsorption in Komponenten verschiedener Struktur zerlegen kann.

512

Methylalkohol - Chloroform - Eluate (Erde-Extrakt)

Die Bestandteile, die bei der Eluierung mit Petroläther auf der Erde verbleiben, werden mit einem Gemisch von Petroläther-Chloroform (70 : 30) verdrängt. Wir haben sie nur in groben Zügen untersucht, da sie nur in geringen Mengen anfielen und infolgedessen einer vollkommenen Analyse nicht zugänglich waren. Wir werden diese Produkte noch einer späteren eingehenden Untersuchung unterwerfen.

Grundsätzlich ist über diese Produkte zu sagen, dass sie sich von den aus Naturschmierölen anfallenden Erdeextrakten unterscheiden, indem sie in der Regel nicht die typischen Eigenschaften der Erdölharze aufweisen, d.h., nicht fadenziehend sind und nicht den ausgesprochen aromatischen Charakter (gemessen am V.I.) besitzen. Obwohl der Erde-Extrakt der Syntheseöle deren aromatischster Anteil ist, zeigen Dichte, Brechungsindex, Anilinpunkt, V.I. und Konradsontest, dass es sich vorwiegend um hochmolekulare, hochviskose Verbindungsgemische von paraffinischem Charakter handelt. Berücksichtigt werden muss dabei, - was noch eines besonderen Studiums bedarf - dass bei Syntheseölen neben den "Aromaten" auch noch "Paraffine" von ähnlicher Adsorptionsaffinität gebunden werden, so dass vor endgültigen Aussagen über die Erdeextrakte von Syntheseölen noch eine weitere Trennung erfolgen muss. Auffallend und wahrscheinlich damit zusammenhängend ist, dass die Adsorptionsaffinität der Erdeextrakte von Syntheseölen bedeutend geringer ist, als die der Natur-Erdölharze. Sie sind mit wesentlich geringerem Lösungsmittelaufwand quantitativ von der Säule zu trennen.

Wie bei Naturerdölen hat der Erdeextrakt stets die höchste Viskosität aller Eluate. Diese Verbindungsgemische sind, insbesondere wie die weiter unten folgenden Ergebnisse unter verschärften Trennungsbedingungen zeigen, die Hauptträger der Viskosität. Während bei den Petrolätherabläufen das Mol.-Gewicht mit fortschreitender Eluierung abnimmt, besteht der Erdeextrakt aus Anteilen von höchstem Mol.-Gewicht. Durch fraktionierte Eluierung lässt sich der Erdeextrakt in klar durchsichtige, hellrote, sowie in dickerer Schicht undurchsichtige, tief-rotbraune, bis braunschwarze Anteile zerlegen.

Zusammenfassung

Fasst man die Ergebnisse der Zerlegung von Syntheseölen durch selektive Adsorption an Bleicherde unter Anwendung eines Öl-Erde-Verhältnisses 1:3 zusammen, ergibt sich:

1) Syntheseöle lassen sich - trotz ihres weitgehend paraffinischen Charakters - aufgrund der auf Strukturunterschieden beruhenden, verschiedenen Adsorptionsaffinität der einzelnen Gemischkomponenten in Fraktionen mit unterschiedlichen analytischen Kennzahlen zerlegen.

2) Aus diesen Kennzahlen der einzelnen Fraktionen ergibt sich betreffend Viskosität

a) bei hochviskosen Ölen (Viskosität über 44 E/50) schwankt die Viskosität der Fraktionen gegenüber dem Ausgangsöl ausserordentlich, während bei niedrigviskosen Ölen die Fraktionen eine ähnliche Viskosität aufweisen wie die Ausgangsöle.

b) Die Viskositätsschwankungen zwischen der ersten und der letzten Fraktion sind bei dünnviskosen Ölen geringer als bei hochviskosen.

Wie wir im 2. Teil dieses Berichtes zeigen, trifft der Befund gemäss Punkt 1 und 2 für dünnviskose Öle jedoch nur beim Arbeiten mit einem Öl-Erde-Verhältnis 1:3 zu. Verschärft man durch Erhöhung des Erdesatzes die Trennungsbedingungen, kann man auch dünnviskose Öle in ähnlicher Weise auftrennen wie die hochviskosen Öle. Daraus folgert, dass die Unterschiede der Adsorptionsaffinitäten zwischen den einzelnen Komponenten aufgrund von Struktur- und Molekulargewichtsunterschieden bei dicken Ölen grösser sind als bei dünnen Ölen.

c) Bei allen Ölen ist die Viskosität der ersten Fraktion am niedrigsten, die des Erdeextraktes am höchsten.

d) Infolgedessen zeigen die Anteile mit der geringsten Adsorptionsaffinität die niedrigste, die mit der grössten Adsorptionsaffinität die grösste Viskosität.

3) Betreffend Viskositäts-Index und Polhöhe

a) Im Gegensatz zu Naturschmierölen zeigt der V.I. der Fraktionen im Vergleich zum Ausgangsöl nur geringe Unterschiede und dokumen-

tiert damit die grössere Einheitlichkeit der chemischen Konstitution der Komponenten, aus denen sich ein Syntheseöl aufbaut.

b) Ein Vergleich der V.I. des Ausgangsöles mit dem seiner Fraktionen lässt eine gute Beurteilung der Syntheseöle bezüglich Einheitlichkeit zu und zeigt weiterhin, dass sich gute Syntheseöle durchgehend aus Komponenten mit hohem V.I. zusammensetzen.

4) Conradsontest

Syntheseöle von gleicher Viskosität, die aus aromaten- bzw. naphthenhaltigem Ausgangsmaterial hergestellt sind, (Ostmarköle 3 bzw. 2) zeigen stets einen höheren CKF, als die aus Ringkohlenwasserstoff-freiem Ausgangsmaterial gewonnenen Produkte (rumänische Öle 5 bzw. 6).

5) Mol.-Gewicht

Die Viskosität von Ölen gleicher Konstitution ist weitgehend abhängig von der Molekülgrösse. Umgekehrt muss aus der Tatsache, dass sich unter den untersuchten Ölen solche von gleicher Viskosität aber verschiedenem Molekulargewicht befinden, (Öle aus Ostmarkparaffin, gegenüber solchen aus rumänischem Paraffin) geschlossen werden, dass hier grundsätzliche strukturelle Unterschiede vorliegen. Es ist demnach anzunehmen, dass die aus rein n-paraffinischen, rumänischen Gatschen stammenden Öle, die bei gleicher Viskosität ein höheres Molekulargewicht haben als die Öle aus einem iso-Paraffine, aromaten- und naphthenhaltigen Ostmarkgatsch, weniger verzweigt und zyklisiert sind als die Ostmarköle.

6) Brechungsindex

Auch aus dem Ansteigen des Brechungsindex von der ersten zur letzten Fraktion mit fallendem Molgewicht ist auf ein Anwachsen des Verzweigungsgrades und einen Einbau von ringförmigen Gruppen unter Aufrechterhaltung des Paraffincharakters des Gesamtmoleküls zu schliessen. Die Brechungsindices bestätigen somit, dass - wie bereits erwähnt - die Viskositätsunterschiede der einzelnen Fraktionen auf den oben genannten strukturellen Unterschieden beruhen.

7) Spezifisches Gewicht

Die Dichte ist mit dem Brechungsindex durch einfache, praktisch lineare Beziehung verknüpft, so dass alles früher bei der Besprechung des n_D Gesagte, genau so für die Dichte Gültigkeit besitzt.

510

II. Teil

Inhaltsanalyse von Synthesölen

a) Einleitung

Im ersten Teil dieses Berichtes haben wir gezeigt, dass man durch selektive Adsorption an Bleicherde, Synthesöle weitgehend in Fraktionen mit verschiedenen analytischen Kennzeichen zerlegen kann. Bei diesen Versuchen haben wir ein Öl-Erde-Verhältnis von 1:3 angewandt und dabei bereits festgestellt, dass dieses Öl-Erde-Verhältnis, insbesondere zur Zerlegung von dünnviskosen Ölen nicht ausreicht. Für die nachfolgende Inhaltsanalyse, die uns - wie wir in der Einleitung bereits erwähnt haben - im Gegensatz zu der Inhaltsanalyse von Naturölen nicht anzeigen soll, in welchem Ausmasse sich durch Raffination ein Öl von gesuchter Qualität gewinnen lässt, sondern in erster Linie dazu dienen soll, Synthesöl verschiedener Herkunft und Herstellungsart aufgrund der konstitutionellen und analytischen Unterschiede der einzelnen Komponenten zu kennzeichnen, haben wir die nachfolgenden Versuche mit einem Öl-Erde-Verhältnis 1:5 durchgeführt. Als Programm legten wir zugrunde:

b) Versuchsprogramm

1. Kennzeichnung und Vergleich von Synthesölen verschiedener Herkunft und Herstellungsart
 - a. Öl SS 1106 Pölitz
 - b. Öl SS 906 I.G.
 - c. Rhenania-Öl
2. Kennzeichnung von Romag-Ölen gleicher Viskosität, die gewonnen wurden
 - a. durch Polymerisation bei tiefer Temperatur
 - b. durch Polymerisation bei hoher Temperatur und Konzentration auf die Viskosität des bei 25° erhaltenen Polymerisates.

Dieser Versuch sollte zeigen, ob die bei tiefer Temperatur erzielten Polymerisate sich grundsätzlich von denen unterscheiden, die durch Konzentration der dünnviskosen, bei hoher Polymerisationstemperatur erhaltenen Polymerisate gewonnen wurden.

Bei allen nachstehend beschriebenen Versuchen wurde in derselben Weise wie im ersten Teil des Berichtes beschrieben, gearbeitet, nur wurde ein Öl-Erde-Verhältnis 1:5 angewandt. Für die Extraktion der mit Petroläther nicht eluierbaren Anteile, die wir im ersten Teil des Berichtes mit Chloroform-Methyl-Alkohol durchführten, wurde bei den nachfolgenden Versuchen Äther benutzt, was sich bis auf so kleine Anteile, die vernachlässigt werden können, durchführen ließ.

c) Versuche

1) Kennzeichnung und Vergleich von Synthesölen verschiedener Herkunft und Herstellungsart.

Unterwirft man ein in Pölitz aus Paraffin, bei der I.G. auf Äthylenbasis, und bei der Romag auf Paraffinbasis hergestelltes Synthesöl der selektiven Adsorption, erhält man die in den Anlagen 6 - 8 zusammengestellten Versuchsergebnisse, in denen auch die Analysendaten der verwendeten Ausgangsöle enthalten sind. Vergleicht man diese Analysendaten untereinander, so ergibt ein Vergleich der erhaltenen Fraktionen bezüglich

a) Ausbeuten

gemäß nachfolgender Zahlentafel, daß die Zerlegung in Fraktionen von annähernd gleicher Menge erfolgt.

Zahlentafel 1

Herkunft des Oles	Ausbeuten der Fraktionen				
	1	2	3	4	5
Pölitz	25,6	17,4	25,3	10,6	23,4
I.G./Äthylen	24,4	26,2	20,1	18,6	10,4
Romag	22,0	21,8	14,4	15,2	26,6

b) Viskosität

Die Viskositäten der einzelnen Fraktionen, verglichen mit dem Ausgangsöl gemäß nachfolgender Zahlentafel 2

Zahlentafel 2

Herkunft! des Öles	Viskositäten der Ausgangsöle und deren Fraktionen																		
	Ausgangsöl E/50°					Ausgangsöl E/50°					Ausgangsöl E/90°								
	Ausgangsöl	Fraktion				Ausgangsöl	Fraktion				Ausgangsöl	Fraktion							
1	1	1	2	3	4	5	1	1	2	3	4	5	1	1	2	3	4	5	6
Pölitz SS 1106	37,5	26,7	30,4	32,2	37,7	94,3	12,3	8,88	10,2	10,7	12,0	25,3	5,4	4,0	5,5	4,8	6,0	10,1	
I.G. SS 906	45,5	32,9	33,7	34,4	35,0	660	13,9	10,6	10,8	10,9	11,4	-	5,91	4,99	4,51	4,68	4,84	-	
Romag	41,9	19,3	25,6	28,3	39,9	186	13,0	6,9	8,6	9,6	12,4	47,4	5,5	3,3	4,0	4,3	5,2	17	

zeigen, dass die aus Paraffin gewonnenen Öle (Pölitz SS 1106 und Romag) in den Einzelfraktionen grosse Viskositätsunterschiede zeigen, während das Athylenöl (I.G. SS 906) fast keine Unterschiede aufweist. Bei allen Ölen liegen die Viskositäten der ersten Fraktionen tiefer als die des Ausgangsöles, die beim Athylenöl überhaupt nicht und bei den Ölen auf Paraffinbasis in der 4. Fraktion erreicht wird. Sehr verschieden sind die Viskositäten der Atherextrakte (Fraktion 5), die als Viskositäts-träger anzusehen sind und deren Viskosität bei dem Athylenöl mit E 660/50° sehr hoch liegt.

e) Brechungsindices

Die Brechungsindices für die einzelnen Öle zeigen gemäss

Zahlentafel 3

Herkunft! d. Öles	Brechungsindices der Ausgangsöle und deren Fraktionen							
	n _D 20							
	Ausgangsöl	Fraktion		Fraktion		Fraktion		
1	1	2	1	2	1	2	1	2
Pölitz	1,4811	1,4751	1,4783	1,4798	1,4858	1,4921		
I.G.	1,4729	1,4691	1,4695	1,4698	1,4702	1,4840		
Romag	1,4848	1,4757	1,4796	1,4831	1,4897	1,4960		

ein ähnliches Bild wie die Viskositäten, d.h. das I.G.-Öl weist innerhalb der einzelnen Fraktionen nur geringe Schwankungen der Werte auf, während dieselben bei den "Paraffinölen" wesentlich grösser sind. Das Athylenöl hat einen ausgesprochen paraffinischen Charakter, was ja durchaus zu erwarten war.

d) Mol-Gewicht

Vergleicht man die Molgewichte der Ausgangsöle, so ergibt sich gemäss

Zahlentafel 4

Molgewichte der Ausgangsöle und deren Fraktionen

Herkunft: d. Öles	Ausgangsöl	Fraktion				
		1	2	3	4	5
Pölitza	1205	1049	1046	1002	952	1142
I.G.	990	852	829	840	792	2300
Romag	937	826	792	843	792	1104

das das Pölitzöl bei geringster Viskosität (37,5/50), das höchste (1205) und im Vergleich dazu das Äthylöl trotz wesentlich höherer Viskosität (45,5/50) ein relativ niedrigeres Molekulargewicht (990) zeigt. Ein ähnliches Verhältnis zwischen Viskosität und Molgewicht zeigt auch das Romagöl.

Dieser Befund stimmt mit den Beobachtungen im ersten Teil des Berichtes überein, wo wir beim Vergleich von Synthesölen aus aromaten- und naphthenhaltigem Ostmarkgatsch mit solchen aus reinen n-Paraffinen, rumänischem Gatsch, ebenfalls festgestellt dass die Synthesöle aus rum. Gatsch bei gleicher Viskosität ein wesentlich höheres Molgewicht zeigen. Die aus rein n-paraffinischem Ausgangsmaterial können nur durch einen höheren Polymerisationsgrad, der zu höherem Molekulargewicht führt, auf die Viskosität eines Öles gebracht werden, das aus aromaten- und naphthenhaltigem Ausgangsmaterial gewonnen wurde.

Bei den Fraktionen (Zahlentafel 4) zeigen alle 3 Öle mit fortschreitender Eluierung ein Fallen des Mol.Gewichtes. Diese Erscheinung - verbunden mit dem Viskositätsanstieg - deutet auf eine steigende Isomerisierung und Cyklisierung der Fraktionen hin.

e) Viskositätsindex

Vergleicht man die V.I. der 3.Versuchsöle gemäss

Zahlentafel 5

Viskositätsindex der Ausgangsöle und der Fraktionen

Herkunft: des Öles	Ausgangsöl	Fraktion				
		1	2	3	4	5
Pölitza	113	118	114	114	114	108
I.G.	107	109	110	108	110	-
Romag	111	117	116	113	100	-

so bestätigt sich der im 1. Teil des Berichtes gemachte grundsätzliche Befund, dass die V.I. der einzelnen Fraktionen - im Gegensatz zu Naturschmierölen - dem des Ausgangsöles sehr nahe kommen. Während die "Paraffinöle" geringe, aber eindeutig noch ausserhalb der Fehlergrenze liegende Schwankungen zeigen, liegen diejenigen des "Äthylenöles" praktisch auf einer Linie und deuten dessen grosse Einheitlichkeit an.

Fasst man die oben gesammelten Versuchsergebnisse zusammen, lässt sich folgendes aussagen:

- 1) die 3 untersuchten Syntheseöle verschiedener Herkunft lassen sich durch selektive Adsorption infolge ihrer auf struktureller Grundlage beruhenden verschiedenen Adsorptionsaffinität in Fraktionen von verschiedenen analytischen Kennzahlen zerlegen.
- 2) Aus den Kennzahlen der einzelnen Fraktionen lässt sich ein deutlicher struktureller Unterschied in Abhängigkeit von dem Ausgangsmaterial feststellen. Das aus Äthylen gewonnene Öl ist in Bezug auf die Struktur der Komponenten einheitlicher zusammengesetzt als ein Öl auf Paraffinbasis.

II. Kennzeichnung von unter verschiedenen Arbeitsbedingungen gewonnenen Synthesedölen.

A) Einleitung

Synthesedöle einer gewünschten Endviskositätshöhe können dadurch gewonnen werden, dass man die Polymerisation durch entsprechende Temperaturführung von vornherein so steuert, dass das Endprodukt die gewünschte Viskosität zeigt. Man kann aber auch so arbeiten, dass man dünnviskose Öle herstellt, um dieselben durch Konzentration auf die gewünschte Viskosität zu bringen.

Um festzustellen, ob sich die verschiedene Polymerisationsweise strukturell auf die Polymerisate auswirkt, haben wir zwei aus demselben Spaltdestillat durch Polymerisation bei 25 und 95° gewonnene Synthesedöle, wobei das bei hoher Temperatur gewonnene dünnviskose Polymerisat durch Konzentration auf etwa die Viskositätshöhe des bei tiefer Temperatur gewonnenen Endproduktes gebracht wurde, durch Selektiv-Adsorption unter gleichen Bedingungen (Öl-erde-Verhältnis 1:5) zerlegt. Zur Abrundung haben wir auch den bei der Konzentration entstehenden Vorlauf in gleicher Weise untersucht.

Die analytischen Kennzahlen der Ausgangsöle sowie der einzelnen Fraktionen sind in Anlage 9 zusammengestellt.

B) Versuche

Als Ausgangsmaterial verwendeten wir ein Betriebs-Spaltdestillat aus Ostmark-Paraffingatsch, das für beide Versuche mit 4% Aluminiumchlorid einmal bei 25°, das andere mal bei 95° in üblicher Weise polymerisiert wurde.

a) Ausbeuten bei der Zerlegung

Die einzelnen Ausgangsöle wurden mit denen in der nachfolgenden

Zahlentafel 6

Ausbeuten bei der Zerlegung

Versuch Nr.	% des Ausgangsöles				
	Fraktion				
	1	2	3	4	5
1 bei 25° polym.	21,9	21,8	14,4	15,2	26,6
2 " 95° "	16,6	14,8	14,2	23,9	20,5
3 " 95° polym.u.kons.	26,6	23,5	18,6	7,2	22,2
4) Vorlauf	43,1	18,6	24,9	11,9	-

zusammengestellten Ausbeuten in Einzelfraktionen zerlegt. Die Zusammenstellung zeigt, dass bei Versuch 1 und 3, die ja insbesondere zur Diskussion stehen, eine recht gleichmässige Aufteilung erzielt wurde.

b) Viskosität

Vergleicht man gemäss nachfolgender Zahlentafel 7

Zahlentafel 7

Viskosität der Ausgangsöle und deren Fraktionen

Versuch Nr.	$\xi^{\circ}/90^{\circ}$					$\xi^{\circ}/75^{\circ}$					$\xi^{\circ}/100^{\circ}$							
	Ausgangsl.	Fraktion				Ausgangsl.	Fraktion				Ausgangsl.	Fraktion						
	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5	1	2	3	4	5			
bei 25° poly.	41,9	19,3	2,6	2,3	19,9	13,0	6,9	8,0	9,6	12,4	47,4	5,5	3,3	4,6	4,3	5,2	17,0	
bei 95° poly.	13,8	10,0	14,4	14,8	17,5	9,6	3,3	5,1	5,2	6,2	25,7	3,2	2,2	2,6	2,7	3,0	5,4	
bei 95° poly. konzentriert	43,1	7,9	37	-	74	171	14,7	9,3	11,7	-	25,1	43,0	6,1	4,2	5,0	-	7,8	15,1
Verlauf	3,5	2,1	3,5	4,4	2,9	-	1,2	1,9	2,0	2,2	6,9	-	1,5	1,5	1,6	3,2	-	

a) Kerosin-Extrakt

die Viskositäten der Ausgangsöle mit denen der Fraktionen, zeigt sich das übliche Bild, dass die ersten Fraktionen stets eine niedrigere Viskosität haben als das Ausgangsöl, während bei dem bei 25° erhaltenen Ausgangsöl der Viskositätsanstieg so langsam vor sich geht, dass erst in der 4. Fraktion ungefähr dieselbe Viskosität wie die des Ausgangsöles erreicht wird, ist der Viskositätsanstieg bei dem Konzentrat grösser und auch schneller, d.h. bereits bei der 3. Fraktion wird die Viskosität des Ausgangsöles erreicht und in der 4. Fraktion fast um 75% überholt.

In grossen und ganzen besteht überhaupt das Konzentrat aus wesentlich höherviskosen Anteilen als das Polymerisat bei 25°. Es lässt sich also deutlich der Einfluss der Konzentrierung dahin feststellen, dass durch die Konzentration sehr viel niedrigviskosere Anteile entfernt werden mussten, um auf die Viskosität des Tief-Polymerisates zu kommen.

Interessant sind die Ergebnisse der Zerlegung des bei 95° erhaltenen Öles. Wir haben bereits darauf hingewiesen, dass im Gegensatz zu den Ergebnissen des 1. Teiles unseres Berichtes, bei dem wir dünnviskose Öle mit einem Öl-Erde-Verhältnis 1:3 zerlegten,

eine unzureichende Trennung erhielten, während wir bei Versuch 2 der Zahlentafel 7, bei der wir mit einem Öl-Erde-Gemisch 1:5 arbeiteten, auch die dünnen Öle recht scharf zerlegen konnten während dicke Öle mit beiden Erdesätzen ungefähr gleiche Trennungsschärfe zeigten.

Wir haben bereits darauf hingewiesen, dass dieser Befund auf Unterschiede der Adsorptionsaffinität der verschiedenen Komponenten aufgrund von Struktur- und Molekulargewichtsunterschieden bei den dicken Ölen zurückzuführen ist.

e) Brechungsindex

Die Brechungsindices der nachfolgenden

Zahlentafel 8

Brechungsindices der Ausgangsöle und deren Fraktionen

Ausgangsöl	n _D ²⁰ - Fraktion					
	1	2	3	4	5	6
1,4848	1,4751	1,4796	1,4831	1,4897	1,4960	
1,4823	1,4720	1,4781	1,4788	1,4833	1,4981	
1,4844	1,4768	1,4806	1,4853	1,4940	1,4959	
1,4759	1,4655	1,4705	1,4875	1,5010	-	

steigen - ebenso wie es bei den höheren Viskositäten zu erwarten war - bei dem Konzentrat wesentlich schneller an und liegen bei den einzelnen Fraktionen insgesamt höher als bei dem Tiefpolymerisat.

d) Molekulargewichte, Spez.Gewichte, Viskositätsindex, sowie Viskositäts-Polhöhe

zeigen zwischen Konzentrat und Tiefpolymerisat keinerlei Unterschiede, die auf grundsätzliche strukturelle Verschiedenheiten der beiden Öle hinweisen.

Zusammenfassend ist nach den obigen Versuchsergebnissen zu sagen, dass sich bei der Polymerisation bei niedriger und hoher Temperatur keine Reaktionsvorgänge abspielen, die die Struktur der Polymerisate grundsätzlich beeinflussen. Die von uns angenommene Theorie, dass höhere Polymerisationstemperaturen die Untaktivierungsreaktion beschleunigen und damit die Polymerisation aller

524

Olefine zu langen Ketten verhindern, bestätigt sich. Man darf also annehmen, dass sich bei niedriger Temperatur dieselben hochmolekularen Polymerisate bilden, wie bei tiefer Temperatur, jedoch nur in wesentlich geringeren Mengen. Bereitet man diese hochmolekularen Polymerisationsanteile dann von den niedrigviskosen Anteilen durch Konzentration, erhält man praktisch das gleiche Produkt.

und dokumentiert damit die grössere Einheitlichkeit der chemischen Konstitution der Komponenten, aus denen sich ein Synthesöl aufbaut.

b) Ein Vergleich des V.I. des Ausgangsöles mit dem seiner Fraktionen lässt eine gute Beurteilung der Syntheseöle bezüglich Einheitlichkeit zu und zeigt weiterhin, dass sich gute Syntheseöle durchgehend aus Komponenten mit hohem V.I. zusammensetzen.

4) Conradsontest

Syntheseöle von gleicher Viskosität, die aus aromaten- bzw. naphthenhaltigem Ausgangsmaterial hergestellt sind, (Ostmarköle 3 bzw. 2) zeigen stets einen höheren CKT, als die aus Ringkohlenwasserstoff-freiem Ausgangsmaterial gewonnenen Produkte (rumänische Öle 5 bzw. 6).

5) Mol.-Gewicht

Die Viskosität von Ölen gleicher Konstitution ist weitgehend abhängig von der Molekülgrösse. Umgekehrt muss aus der Tatsache, dass sich unter den untersuchten Ölen solche von gleicher Viskosität aber verschiedenem Molekulargewicht befinden, (Öle aus Ostmarkparaffin, gegenüber solchen aus rumänischem Paraffin) geschlossen werden, dass hier grundsätzliche strukturelle Unterschiede vorliegen. Es ist demnach anzunehmen, dass die aus rein n-paraffinischen, rumänischen Gatschen stammenden Öle, ^{die} bei gleicher Viskosität ein höheres Molekulargewicht haben als die Öle aus einem iso-Paraffin, aromaten- und naphthenhaltigem Ostmarkgatsch, weniger verzweigt und zyklisiert sind als die Ostmarköle.

6) Brechungsindex

Auch aus dem Ansteigen des Brechungsindex von der ersten zur letzten Fraktion mit fallendem Molgewicht ist auf ein Anwachsen des Verzweigungsgrades und einen Einbau von ringförmigen Gruppen unter Aufrechterhaltung des Paraffincharakters des Gesamtmoleküls zu schliessen. Die Brechungsindices bestätigen somit, dass - wie bereits erwähnt - die Viskositätsunterschiede der einzelnen Fraktionen auf den oben genannten strukturellen Unterschieden beruhen.

Gezucht an der Fraktion

Salze I

Wirkst. 3244 Spaltene A. (S. 41) O. Salsch
 W. 2. 1200 Spaltene A. (S. 41) O. Salsch

Öl Nr. 1

Öl Nr. 2

Ausgangs-Fraktion | Fraktion | Fraktion | Fraktion | Fraktion | Ausgangsöl | Fraktion | Fraktion | Fraktion | Fraktion | Fraktion | Fraktion

1 | 1 | 1 | 2 | 3 | 1 | 4 | 1 | 5 | 1 | 1 | 1 | 2 | 3 | 4 | 1 | 5 | 1 | 6 | x

% des Ausgangsöles		23.28	72.22	77.01	74.35	2.99		72.71	19.65	21.47	20.30	7.03	11.65	
Viskosität	E/50	9,09	7,69	6,40	6,48	10,30		49,3	25,0	37,6	46,5	57,8	93,9	189
	E/75	3,44	3,56	3,32	3,35	3,76		13,99	3,14	11,35	13,69	15,63	22,8	41,0
	E/100	2,61	1,89	1,98	1,935	2,09		5,70	3,68	4,71	5,35	6,05	7,95	13,5
	V.P.	2,00	1,92	1,93	1,96	2,09		1,30	1,75	1,86	1,95	1,95	2,06	2,13
	n	3,56	3,56	3,62	3,55	3,64		3,19	3,19	3,20	3,23	3,20	3,23	3,18
	C _{st} 150°F	127	103	116	121	154		915	975	605	810	970	1700	3800
	C _{st} 210°F	12,2	11,0	11,8	11,9	13,0		43,5	27,6	35,4	41,7	47,3	63,5	104
	L _k	221	183	208	211	268		2180	961	1582	2020	2535	4311	9974
	D _k	101	81	94	96	116		1374	564	965	1264	1621	2889	7493
	V.I.	92	99	97	94	80	20	99	106	102	98	96	91	83

Interam	d ₂₀ ²⁰	0,8634	0,8615	0,8605	0,8682	0,8781		0,8820	0,8662	0,8754	0,8823	0,8893	0,8988	0,9186
	n _D ²⁰	1,4845	1,4780	1,4821	1,4832	1,4902	1,534	1,4900	1,4800	1,4853	1,4896	1,4938	1,5006	1,5075
	F _D	0,3294	0,3291	0,3291	0,3291	0,3294		0,3278	0,3279	0,3276	0,3276	0,3276	0,3276	0,3250
	A.P. °C	113,6	118,3	115,5	114,8	106,5		131,5	139,2	135,3	131,8	127,5	123,0	123,0
	Kol. Gew.	566	570	558	578	552		870	890	878	961	796	812	895
% C in	Aromaten	9,2	6,0	7,2	6,6	13,5								
	Naphthenen	12,9	14,3	14,8	13,9	12,4								
	Paraffinen	77,9	79,7	78,0	77,3	74,1								
	Farbe	hell orange +2	fast farblos	schwach gelbgrün	schwach grün	grün	dk. rot	rotbraun	farblos	fast wasserklar	fast farblos	hellgelb	gelblich grün	grünlich dk. rot
	C.K.J.Z	0,10	0,05	0,07	0,08	0,09		0,45	0,17	0,28	0,50	0,77	1,24	2,98

Versuchsbedingungen

Käule aus g Erde	600 LL	500 LL
Durchmesser-Länge ca	8,5-27	7,5-28
Angewandte Menge Öl g	ZOC	ZOC
gelöst in cca Petrol-äther	ZOC	300

x) Erde-Extrakt

Kennzahlen der Fraktion

Anlage 2

Wvr.-Spaltung Juli 42 - C. Gatsch - Beroitung ZEA
 Rohpolymerisat v. BC SH-Erde kontaktf. 1. K. Strom

Wvr.-K. 4. 3297 - Spaltung Okt./Nov. 42 - C. Gatsch

Ol Nr. 3

Ol Nr. 4

Ausgangsfraktion | Fraktion | Fraktion | Fraktion | Fraktion | Fraktion | Fraktion | Ausgangsfraktion | Fraktion | Fraktion | Fraktion | Fraktion | Fraktion | Fraktion

	61	1	2	3	4	5	6 x)	61	1	2	3	4	5	6 x)
% des Ausgangsöles	-	23,05	18,30	25,00	21,55	7,03	5,57	-	17,35	25,05	17,85	17,70	7,80	14,30
Viskosität E/50	17,87	15,15	15,39	15,98	16,50	17,50		89,3	92,2	45,6	70,2	88,9	182	1136
E/75	5,43	5,69	5,71	5,89	5,88	6,09		23,7	11,6	13,6	19,1	23,2	40,5	180
E/100	3,15	2,91	2,92	2,98	2,915	2,95		8,78	4,89	5,54	7,24	8,44	13,3	77/90°
V.P.	1,60	1,53	1,54	1,58	1,60	1,81		1,85	1,70	1,76	1,85	1,92	2,05	2,19
n	3,10	3,07	3,08	3,09	3,20	3,29		3,05	3,05	3,09	3,09	3,10	3,12	3,04
C ₅₀ /100°F	256	206	213	220	239	260		1530	570	725	1170	1570	3450	
C ₅₀ /210°F	23,1	21,0	21,0	21,5	21,0	21,0		88,8	38,0	43,0	57,0	67,8	105	380
L ₁	697	587	587	613	587	587		5369	1709	2135	3550	4851	10664	
D ₁	385	317	317	333	317	317		3875	1051	1343	2842	3282	7630	
V.I.	114	120	118	116	110	103	92	104	103	105	102	100	93	82
Titernum d ₂₀	0,8685	0,8596	0,8618	0,8643	0,8721	0,8848		0,8842	0,8672	0,8730	0,8812	0,8865	0,8990	0,931
d ₂₀	1,4842	1,4773	1,4792	1,4809	1,4860	1,4901		1,4907	1,4809	1,4841	1,4890	1,4922	1,5000	1,5135
n _D 20	0,3295	0,3289	0,3292	0,3292	0,3292	0,3302		0,3274	0,3266	0,3278	0,3275	0,3276	0,3272	0,3291
A.P. °C	130,3	136,4	134,6	131,6	128,9	119,3		136,5	140,0	137,5	135,5	133,5	130,0	136,0
Hal. Sm.	708	750	728	710	685	595	828	1017	979	910	882	930	963	1260
% C in Aromaten	4,1	1,4	1,6	3,2	5,2	7,4								
Naphthenen	10,3	12,2	11,5	11,6	12,0	9,0								
Paraffinen	85,6	86,4	86,9	85,2	82,8	83,6								
Farbe	grünlich -2	farblos	farblos	farblos	grünlich	grünlich	dk. rot	rotbraun +5	farblos	hell gelbgrün	hellgrün	gelbgrün	dk. gelb- grün	dk. rot
C.A.J. %	0,27	0,09	0,13	0,16	0,24			0,64	0,10	0,22	0,35	0,56	0,93	2,4

Versuchsbedingungen

Stufe aus g Erde	600 LL	600 LL
Durchmesser-Länge cm	8,0-30	8,0-30
Angewandte Menge Öl g	280	280
gelöst in ccn Petroläther	200	300

x) Erde-Extrakt

528

Kennzahlen der Fraktion

Anlage 3

! Wfr.-K.N. 32925 - Spaltung Aug./ Sept. 42 - Rum. Gatsch

! Öl Nr. 5

! Ausgangsöl ! Fraktion 1 ! Fraktion 2 ! Fraktion 3 ! Fraktion 4 ! Fraktion 5 ! Fraktion 6^{x)} ! Fraktion 7^{x)} !

% des Ausgangsöles		-	14.82	22.32	22.84	16.27	17.08	2.86	4.74
<u>Viskosität</u>	E/50	23,5	19,1	20,2	18,9	19,8	21,5		
	E/75	8,54	7,13	7,51	7,11	7,25	7,76		
	E/100	4,10	3,50	3,65	3,51	3,55	3,73		
	V.P.	1,45	1,44	1,46	1,46	1,48	1,49		
	n	2,98	2,92	2,93	2,95	2,98	2,95		
	C _{st} /100°F	335	258	285	262	270	300		
	C _{st} /210°F	31,0	26,0	27,4	25,8	26,5	27,8		
	L _k	1184	863	923	851	893	973		
	D _k	700	490	530	483	510	562		
	V.I.	121	124	122	122	122	120	104 ^{xx)}	90 ^{xx)}
<u>Watermann</u>	d ₂₀	0,8566	0,8519	0,8534	0,8552	0,8570	0,8572		
	n _D 20	1,4770	1,4740	1,4748	1,4758	1,4770	1,4778	1,4986	1,509
	r _D 20	0,3299	0,3299	0,3298	0,3297	0,3297	0,3301		
	t _{m.p.} °C	145,6	146,3	146,2	144,4	144,8	143,4		
	Mol.Gew.	892	913	904	861	858	888		
	Farbe	grünlich 1/2	f.farblos	f.farblos	f.farblos	f.farblos	f.farblos	hell rothr.	dk.rot
	C.K.N. %	0,04	0,04	0,05	0,07	0,09	0,11		

Versuchsbedingungen

Säule aus g Erde	600 LL
Durchmesser - Länge cm	8,0 - 30
Angeordnete Menge Öl g	200
gelöst in ccn Petroläther	200

x) Erde-Extrakt
xx) Werte aus n_D berechnet

Kennzahlen der Fraktion

Anlage 4

! Nr. - K.N. 32947 - Spaltung Aug./Sept. 42 Rum.-Gatsch

! Öl-Nr. 6

! Ausgangsöl ! Fraktion 1 ! Fraktion 2 ! Fraktion 3 ! Fraktion 4 ! Fraktion 5 ! Fraktion 6^{x)} ! Fraktion 7^{xx)}

% des Ausgangsöles	-	18,58	23,58	19,37	21,32	10,40	4,41	4,15
<u>Viskosität</u> E/50	44,6	32,2	32,9	36,1	42,5	45,0		
E/75	14,40	11,14	11,32	12,20	13,90	14,46		
E/100	6,21	5,04	5,08	5,34	6,00	6,16		
V.P.	1,57	1,48	1,49	1,53	1,56	1,58		
"	2,88	2,85	2,87	2,89	2,89	2,89		
C _{st/230} °F	680	470	480	540	660	700		
C _{st/210} °F	48,4	39,4	39,4	42,0	46,8	48,5		
L _k	2842	1824	1824	2346	2495	2652		
D _k	1695	1130	1130	1282	1586	1703		
V.I.	116	120	119	117	116	115	96 ^{xi)}	84 ^{xx)}
<u>Waternum</u> d ₂₀	0,8640	0,8578	0,8585	0,8608	0,8638	0,8685		
η _D 20	1,4801	1,4762	1,4789	1,4788	1,4808	1,4835	1,4998	1,512
ρ _D 20	0,3288	0,3289	0,3291	0,3293	0,3293	0,3291		
A.P. °C	149,4	150,3	149,9	149,6	147,7	146,8		
Hol.Cov.	1167	1185	1172	1158	1140	1080		
Farbe	rotbraun +3	farblos	f.farblos	f.farblos	gelblich	grüngelb	dk.rot klar	braun schwarz
C.K.J. %	0,25	0,05	0,08	0,14	0,25	0,4		

Versuchsbedingungen

Stüle aus g Erde	600 TL
Durchmesser-Länge cm	8,0 - 30
Angewandte Menge Öl g	200
gelöst in ccn Petroläther	300

x) Erds-Extrakt
xx) Werte aus η_D berechnet

Konzentration der Fraktion

Anlage 5

	Nährschmelze - Synthesöl 15150 Öl Nr. 7							Sludgeölschlamm - Fraktion 10/50 Öl Nr. 8						
	Ausgangs- öl	1. Frakt.	2. Frakt.	3. Frakt.	4. Frakt.	5. Frakt.	6. Frakt.	Ausgangs- öl	1. Frakt.	2. Frakt.	3. Frakt.	4. Frakt.	5. Frakt.	
	öl	1	2	3	4	5	6	öl	1	2	3	4	5	
% des Ausgangsöles	-	17.55	15.57	21.05	21.90	11.40	12.60	-	22.00	20.20	24.35	16.17	17.27	
<u>Viskosität</u>	E/50	15.24	14.77	13.30	13.30	13.75	16.09	85.7	10.46	7.62	9.83	10.38	15.75	
	E/75	5.34	5.29	4.88	4.81	4.93	5.38	21.5	3.77	3.14	3.63	3.77	5.02	
	E/100	2.58	2.68	2.54	2.50	2.54	2.64	7.64	2.06	1.92	2.05	2.09	2.48	
	V.P.	1.80	1.75	1.74	1.78	1.79	1.90	2.08	2.18	1.92	2.05	2.14	2.35	
	n	3.31	3.28	3.29	3.33	3.33	3.44	3.24	3.64	3.48	3.58	3.62	3.67	
	C _{St/100} °F	220	204	184	191	197	240	1650	155	105	141	152	246	
	C _{St/210} °F	19.8	19.8	17.7	17.3	17.6	18.5	60	13.3	11.2	12.8	13.1	16.6	
	L _k	481	481	432	414	427	468	3828	248	189	241	255	385	
	D _k	252	252	223	212	220	244	2584	116	84	112	120	195	
	V.M.	103	110	107	105	104	93	87	80	100	89	86	71 20 ^{xx)}	
<u>Watermann</u>	d ₂₀	0,8579	0,8527	0,8533	0,8555	0,8571	0,8553	0,8844	0,8561	0,8562	0,8465	0,8493	0,8666	0,9243
	n _{D,20}	1,4778	1,4735	1,4745	1,4753	1,4762	1,4818	1,4962	1,4783	1,4645	1,4711	1,4731	1,4850	1,5217
	n _{D,20}	0,3298	0,3293	0,3297	0,3293	0,3292	0,3294	0,3267	0,3296	0,3291	0,3290	0,3291	0,3295	0,3282
	A.P. °C	128,0	135,6	132,6	131,2	130,2	125,9	116	100,5	111,0	107,3	105,9	96,7	68,3
	Mol.Gew.	690	699	679	678	705	678	893	537	554	556	553	529	631
	% C in Aromaten	5,1	0,3	1,5	2,0	3,8	5,6		16,9	6,8	12,7	13,7	18,9	41,3
	Naphthenen	9,7	11,0	9,7	11,6	11,0	11,6		11,4	13,9	13,3	13,0	11,4	7,3
	Paraffinen	85,2	88,7	88,8	86,4	85,2	82,8		71,7	77,3	74,0	73,3	69,7	51,4
	Farbe		farblos	f.farb-	f.farb-	f.farb-	gelb-	dk.rot						
			los	los	los	grün								
	C.M.J. %	0,25	0,02	0,03	0,04	0,06	0,25	2,20	0,55	0,11	0,32	0,33	0,56	3,44
<u>Versuchsbedingungen</u>	Säule aus g Erde	600 fl. 80							600					
	Durchmesser - Länge cm	8,5 - 20							8,5 - 27					
	Angeordnete Menge Öl g	200							200					
	gelöst in ccn Petroläther	200							200					

x) Erde-Extrakt
xx) Werte aus n_D berechnet

		Kernzahlen der Fraktion									
		Synthesöl Pulitz SS 1185									
Ausgangsstl.		Fraktion					5				
		1	2	3	4	5					
aus dem Lösungsmittel	-	250 P.A.	200 P.A.	350 P.A.	200 P.A.	2000 Äther					
g - % Rückstand d. Ausgangsöles	-	23,63	17,35	23,30	10,61	23,35					
Gesamt %	-	23,63	40,98	64,28	74,89	98,24					
E/50	37,5	25,7	30,4	32,3	37,7	94,3					
E/75	12,3	8,83	10,2	10,7	12,0	25,3					
E/100	5,38	4,04	4,56	4,75	5,97	10,1					
"	3,00	2,98	2,99	2,96	2,95	2,98					
V.P.	1,85	1,54	1,59	1,59	1,60	1,70					
V.I.	+ 113	118	114	114	114	108					
n_D^{20}	1,4811	1,4751	1,4783	1,4798	1,4858	1,4821					
d 20	0,8652	0,8556	0,8604	0,8630	0,8703	0,8824					
K.P.	143										
Hal.-Gew.	1205	1049	1046	1032	952	1142					
Farbe		farblos	farblos	fast farblos	gelb	rot					
OKT	0,40										
E.P.	-25										
Asche %	0,005										
Skala aus g Erde	500										
Durchmesser - Länge cm	7,5 - 21										
Anfangsmenge Öl g	100										
gelöst in dem Petroläther	150										

532

Table 7

Konzession der Fraktion

1.8.01 SS 906

	<u>Ausgangsl.</u>		<u>Fraktion</u>				
	1	2	3	4	5	6	
Aus dem Lösungsmittel	200 P.A.	200 P.A.	300 P.A.	1800 P.A.	2000 Mather	1000 CH ₂ Cl ₂ CH ₃ OH	
g - % Rückstand d. Ausgangsgutes	17,09	23,42	25,34	23,77	8,57	1,53	
Gesamt %	100	17,09	41,11	66,45	90,22	98,79	100,32
E/50	45,5	30,2	30,4	31,6	31,0	600	
E/75	13,9						
E/100	5,91						
n	3,03						
V.P.	1,72						
V.L.	+ 107						
η_D	1,4729	1,4716	1,4716	1,4718	1,4725	1,4688	-
d 20	0,8522	0,8498	0,8497	0,8504	0,8514	0,8492	-
A.P.	152						
Mol.-Gew.	990	868	839	862			
Farbe		farblos	Farblos	farblos	gelb	rot	schwarz
Bemerkungen	P.A. = 25 ^o				0,3g in 1000 ccn		
Schle aus g Erde	600						
Durchmesser-Länge - cm	7,5 - 21						
Angeordnete Menge Öl g	100						
gelöst in ccn Petroläther	150						



Sheet 1

Quantities for Friction

1.4 - 5. 1958

	Machinery				Friction			
	1	2	3	4	1	2	3	4
as per Lubricant	20 P.A.	20 P.A.	20 P.A.	20 P.A.	200 P.A.	1000 liter	1000 Gals./Mth.	
g - 1. Minimum for equipment		2,25	2,25	2,12	2,25	1,2	1,2	
Grand Total	100	2,25	2,25	21,72	22,2	97,00	98,00	
1/30	45,5	21,9	21,7	21,4	20,6			
1/75	21,8	21,9	21,8	19,25	11,4			
1/100	5,91	4,5	4,2	4,2	4,2			
"	3,23	3,23	3,23	3,23	3,23			
1/2	1,72	1,72	1,72	1,71	1,71			
1/1	1,00	1,00	1,00	1,00	1,00			
1/20	1,472	1,481	1,485	1,488	1,492	1,485	1,488	
1/20	0,852	0,858	0,858	0,858	0,857		0,852	
1/2	151							
Cal. Inv.	100	952	12	50	72	200		
Color		various	various	various	pink	red	yellow	
Remarks	1.4 - 5. 1958				0.1g in 100cc			
State of 1/30	100							
Recomm. - 1/30 in	1.4 - 5.							
Approved by 1/30	100							
collected in 1/30 Petrol	100							

Kennlinie der Fraktion

Bl. 201/79 - Kennlinie 201/79 m

	Angebot 1			Fraktion		
	1	2	3	1	2	3
aus dem Hauptmittel	-	250 P.A.	250 P.A.	250 P.A.	200 P.A.	200 Liter
g = % Gehalt an Hauptmittel	-	24,01	23,99	19,54	7,26	22,20
Summe 1	100	24,01	50,21	39,75	75,99	98,79
E/30	66,1	27,9	37,0	-	73,9	171
E/75	14,7	9,30	11,7	-	20,1	43,0
E/100	0,05	4,07	4,94	-	7,75	15,1
"	2,98	3,04	3,02	-	3,06	2,96
V.A.	1,37	1,03	1,55	-	1,33	1,76
V.S.	110	113	109	-	102	-
ρ_0	1,493	1,478	1,476	1,498	1,483	1,491
ρ_{20}	0,998	0,990	0,990	0,995	0,991	0,995
A.P.	133,5	134,7	132,0	132,0	131,0	133,5
W.L.-Geh.	778	789	790	807	805	827
Farbe		farblo	farblo	farblo	hellgelb	rot
Montage	6,2 - - 3'				6,2 bis 210 cm	
Stärke aus g Erbs	30					
Schichtmenge - Masse an	1,5 - 21					
Spezifische Masse 20 g	10					
gelöst in 100 Petroläther	10					

536

Seite 2

Bestandteile der Fraktion

in 100 g = Gesamtgewicht 100 g

	Ausgangsmittel		Fraktion				
	1	2	1	2	3	4	5
aus dem Ausgangsmittel		20 P.A.	20 P.A.	20 P.A.	20 P.A.	20 P.A.	200 Über
g = % Bestandteil d. Ausgangsmittel		20,0	20,0	20,0	20,0	20,0	20,0
Summe	100	20,0	20,0	20,0	20,0	20,0	200
E/10	40,2	2,0	2,0	-	-	73,4	101
E/75	14,7	9,0	11,7	-	-	20,1	43,8
E/100	6,5	6,0	5,0	-	-	7,75	15,1
"	2,8	3,0	3,0	-	-	3,0	2,9
V.2.	1,0	1,0	1,0	-	-	1,0	1,0
V.1.	10	10	10	-	-	10	-
V.2	1,004	1,005	1,005	1,005	1,005	1,005	1,005
V.2	0,002	0,004	0,007	-	-	0,003	0,003
V.2	12,2						
Bel.-Gew.	100	100	100	-	-	98	100
Farbe		farblo	farblo	farblo	farblo	hellgelb	gelblich
Bemerkungen		E.P. - 40					0,1g in 100 g aus nicht erschöpfend abdest.
Stärke aus g Erde		50					
Durchmesser - Länge in		7,5 - 2					
Aspendite Menge in g		100					
gelöst in dem Petroläther		150					

Konstitution der Fraktion

Et 974/70 - Destillat bis 252/71 mm

	Ausgangsl.		Fraktion			
	1	2	1	2	1	2
Al- von Lösungsmittel		250 P.A.	150 P.A.	250 P.A.	2000 Äther	
g - % Mischstand d. Ausgangsgelbes		43,17	25,55	26,24		11,99
Wasser %	300	43,17	61,73	66,57		98,55
E/50	3,46	3,13	3,45	4,38		23,46
E/75	1,97	1,97	1,97	2,18		4,85
E/100	1,53	1,46	1,51	1,59		3,24
"	3,54	3,54	3,54	3,62		3,46
V.P.	1,58	1,55	1,55	1,62		2,15
V.L.	118	119	118	121		83
η	1,4759	1,4855	1,4765	1,4875		1,5810
d 20	0,8563	0,8379	0,8478	0,8701		0,9009
A.P.	108,0	105,0	112,0	93,4		68,9
Holz-Gew.	43	42	44	37		516
Farbe		farblos	farblos	fast farblos		rot
<u>Hydrocarbonanalyse</u>						
% in Aräthen	6,9	9,4	3,8	13,3		19,6
% in Naphthenen	14,4	15,2	16,6	14,0		21,7
% in Paraffinen	77,3	75,0	77,5	72,7		53,7
Skala aus g Erle	98					
Durchmesser - Länge cm	7,5 - 21					
Ausgangste Menge Öl g	100			0,35 g / Liter		
galdet in cm Petrolölther	130					



1962

Inventory of Stocks

12/31/77 - Items 70 and 71 (continued)

	Account 1		FRAC			
	1	2	1	2	3	4
see also (Inventory)		20 P.L.	20 P.L.	20 P.L.	20 P.L.	20 P.L.
g - E. Michael & Associates		25.00	25.00	25.00	25.00	25.00
Steel #	20	27.00	27.00	27.00	27.00	27.00
1/20	15.0	15.0	15.0	15.0	15.0	15.0
1/75	12.0	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
1/50	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
"	2.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
1/2	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
1/1	21	12	12	12	12	-
1/2	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000	1,000
1/20	0,005	0,000	0,000	0,005	0,000	0,001
1/2	21.5					
Balance	20	25	27	27	27	27
Folio		folio	folio	folio	folio	ret
Inventory	1.5 - 20				1.5 - 20	
Steel not g. 1/20	20					
Inventory - 1/20	1.5 - 21					
Inventory - 1/20	20					
total, see also (Inventory)	20					