

Heidelberg, am 4. Januar 1940

3996-30/301 et al

118

Betr.: Schmierölsynthese.

II. Bericht.

Wie schon in früheren Berichten erwähnt, müssen unsere Produkte: Deutsches Rohparaffin, Neutralölgatsch und Spindelölgatsch, bevor sie überhaupt zum Eracken geeignet sind, destilliert werden. So haben wir zu unseren Versuchen vom Deutschen Rohparaffin 75% im Vacuum abdestilliert und vom Neutralölgatsch und Spindelölgatsch je 95%, um möglichst die hochsiedenden und zur Koksbildung neigenden Anteile zurückzubehalten. Die anfallenden Destillate wurden nun im Laboratorium gekrackt und die übergelassenen Olefine zu Schmierölen polymerisiert. Teils wurden die Olefine direkt, also in dem Zustande wie sie anfielen, polymerisiert, teils aber auch wegen ihrer schlechten Siedeanalyse und dem zu hoch liegenden Stockpunkt nochmals wieder destilliert und das Destillat dann polymerisiert.

In folgenden habe ich die hauptsächlichsten Daten der Olefine und der daraus erhaltenen Schmieröle, die von den verschiedenen Ausgangsprodukten stammen, aufgeschrieben.

1.) Spindelölgatsch : 95%iges Destillat

nach achtmaligen Durchsatz durch die Erackapparatur.

Von dem angefallenen Olefinen wurden wegen der schlechten Siedeanalyse 87% abdestilliert (bis 265°) und das Destillat, welches auf schweres Motorenöl polymerisiert wurde, zeigt folgende Tests:

| <u>Brennzahl</u> | <u>d₂₀</u> | <u>Brechungsindex</u> |
|------------------|-----------------------|-----------------------|
| 125 | 0,761 | 1,4393 |

polymerisiert 16 Stunden bei 70° mit 4% AlCl₃

Ausbeute 49,6% bei 70%iger Erackung.

Tests des Oles:

| | | | |
|--------------------|------------------------------|------|---------|
| | E ₃₈ ⁰ | 42,5 | |
| | E ₉₉ ⁰ | 3,08 | V.I. 91 |
| <u>Flammpunkt</u> | | 220° | |
| <u>Anilinpunkt</u> | | 112° | |
| <u>Stockpunkt</u> | | 28° | |

2.) Deutsche Rohparaffin : 75%iges Destillat

nach normaligen Durchsatz

| | | | |
|------------------|------------------|-----------------------|-----------------------|
| <u>Olefine :</u> | <u>Brennzahl</u> | <u>d₂₀</u> | <u>Brechungsindex</u> |
| | 119 | 0,755 | 1,4316 |

a) polymerisiert mit 4% AlCl₃ auf schw. Motorööl

Ausbeute: 48%

Tests des Öles:

| | | |
|-------|------|-----------|
| E 38° | 35,3 | |
| E 99° | 3,05 | V. J. 103 |

Flammpunkt 234°

Anilinpunkt 124°

Stockpunkt 2°

b) polymerisiert mit 5% AlCl₃ + 5% C₁₀H₈ auf Zylinderööl (16 Stunden bei 60°)

Ausbeute: 45%

Tests des Öles:

| | |
|--------|------|
| E 100° | 7,12 |
|--------|------|

Flammpunkt 305°

c) polymerisiert mit 4% AlCl₃ auf Dickööl (16 Stunden bei 35°) weil die Bronszahl noch 42,4 war, mit 1% AlCl₃ 4 1/2 Stunden bei 50° nachpolymerisiert (Bronszahl 28,4)

Ausbeute: 41,5%

Tests des Öles:

| | | |
|-------|------|-----------|
| E 38° | 86 | |
| E 99° | 5,19 | V. I. 103 |

Flammpunkt 268°

Anilinpunkt 153°

Stockpunkt 26°

d) 90%iges Destillat dieser angefallenen Olefine;

Bronszahl

d₂₀

Brechungsindex

125

0,752

1,4365

polymerisiert mit 4% AlCl₃ auf schweres Motorööl (16 Stunden bei 70°)

Ausbeute: 48%

Tests des Öles:

| | | |
|-------|------|-----------|
| E 38° | 41,4 | |
| E 99° | 3,26 | V. I. 102 |

Anilinpunkt 126°

Stockpunkt 28°

3.) Neutralisierendes 97%iges Destillat

nach viermaligen Durchläufen.

Von dem Olefine wurden wegen zu schlechter Siedeanalyse 85% abdestilliert; das Destillat, welches folgende Teste zeigt:

| Bromzahl | d_{20}^{20} | Brechungsindex |
|----------|---------------|----------------|
| 145 | 0,744 | 1,4267 |

wurde mit 4% $AlCl_3$ auf schw. Motorenöl polymerisiert (16 Stunden bei 60°). Da die Bromzahl von 47,3 noch zu hoch war, wurde noch 3 Stunden bei 80° weiterpolymerisiert (Bromzahl 57,7). Da auch diese Bromzahl noch zu hoch ist, wurde mit 1% $AlCl_3$ noch 7 Stunden bei 70° nachpolymerisiert (Bromzahl 28).

Ausbeute: 50,8%

Teste des Oles:

| | | | |
|-------------|----------------|-------------|----------|
| | n_{38}° | 36,8 | |
| | n_{99}° | 2,98 | V. I. 98 |
| Flammpunkt | | 228° | |
| Anilinpunkt | | 119° | |
| Steckpunkt | | 31° | |

Aus den vorgenannten Analysendaten der aus den einzelnen Produkten erhaltenen Oele sieht man, dass man durch einfache Destillation aus ihnen nur Schmieröle gewinnen kann, die nicht besser und schlechter sind, als die bisher auf dem Markt befindlichen Hartenöle. Vielleicht würde sich aber ein auf diese Weise gewonnenes Öl beim praktischen Motorenläuf doch besser bewähren.

Rein laboratorienmäßig aber systematisch wird man versucht, diese schon durch die Destillation vorgereinigten Produkte nochmal mit Benzol-aceton zu behandeln, also sozusagen nochmals zu entölen. Diese Versuche laufen zurzeit und ich werde, sobald die so behandelten Produkte verarbeitet sind, darüber berichten. Diese Raffinationsart dürfte aber nach meiner Ansicht vorläufig nur theoretisches Interesse besitzen und dient lediglich dazu, einmal zu prüfen, ob aus unseren Produkten überhaupt und grundsätzlich ein gutes Schmieröl mit hohem V.I. herzustellen ist und wieviel ungefähr von dem Ausgangsprodukt zum Erzeugen verwendet werden kann. Von wirtschaftlichen Standpunkt aus gesehen, käme wohl eine solche Raffination nie in Frage, denn was da noch von eigentlichen Ausgangsprodukt übrig bleibt, ist sehr wenig. Herr Dr. Hartmann legt jedoch Wert darauf, dass diese Versuche durchgeführt werden. -

Der weiße Spinololignol, zur Analyse wird hier nach s. St. untersucht, aber auch dieses Produkt ist zur Erzielung einer weiteren Raffination nicht geeignet. Nachdem 20% dieses Produktes abdestilliert sind, fällt alles übrige die Dichte von $d_{20} = 0,8175$ auf $d_{20} = 0,8084$, bleibt aber auch in den einzelnen Fraktionen der Destillationsanalyse immer über 0,800. Auch dieses Produkt wird s. St. mit Benzol-lösungen geprüft.

Kurz vor Weihnachten und während der Weihnachtstage ist in der Oppener Versuchsanlage ein Weichparaffin der Libeckischen Montanwerke gewonnen worden. Der bei der Polymerisation abgetrennte Schlamm wird nun nach der in dem vorhergehenden Bericht beschriebenen Art mit wenig Wasser versetzt. Nachdem dies geschehen ist, soll dieses Gemisch von lauwarmem Aluminiumoxyd, Öl und Verdünnung zur Firma Wegelin & Hübner geschickt werden, damit dort Versuche angestellt werden, wie weit ein Auspressen und eine Kollung des Textschlammes mit dem von dieser Firma gebrauchten Extraktionsfilterpressen möglich ist.

Wegelin