

Herstellung von Heißdampfzylinderöl und Paraflow aus Chlorparaffin.

Heißdampfzylinderöl.

Paraffin wird in ausgemauerten Türmen bei 80°C bis zu einem Chlorgehalt von 25 % chloriert und unter Zusatz von 2 % ZnCl<sub>2</sub> und 10 % aktiver Bleicherde polymerisiert, wobei das Chlor als HCl bei einer Temperatur von 150 - 250°C gasförmig entweicht. Das Reaktionsprodukt wird in Filterpressen filtriert, die Rückstände werden extrahiert, die Gesamtfiltrate im Vakuum mit Wasserdampf destilliert. Man erhält:

- 50 - 60 % Zylinderöl Visc. 6-9°C bei 100°C  
Flammpunkt ca. 320°C  
spez. Gewicht 0,900 - 0,920
- 20 - 30 % Spindelöl
- 5 % Mittelöl
- 5 % Paraffin .

Das Heißdampfzylinderöl hat die Qualität eines pennsylvanischen Bright Stocks und hat bei höheren Temperaturen eine ausgezeichnete Wärmebeständigkeit, so daß es auch mit Flammpunkten bis zu 350°C hergestellt werden kann.

Eine kleine Anlage zur Erzeugung von 600 Jato Heißdampfzylinderöl für die Reichsbahn wird in Ludwigshafen in nächster Zeit in Betrieb kommen.

Paraflow.

Bei der Synthese von Paraflow wird Chlorparaffin mit einem Chlorgehalt von 12 % mit 15 % Naphthalin und 1 % Polystyrol in Äthylenchlorid als Lösungsmittel mit AlCl<sub>3</sub> bei 30°C kondensiert. Das Reaktionsprodukt wird geschleudert, in einer gasbeheizten Rührblase raffiniert, dann filtriert und im Vakuum destilliert. In einer Ausbeute von 70 % erhält man Paraflow-Konzentrat, das mit einer Viskosität von 70-120<sup>0</sup>P bei 100°C anfällt.

Durch Zusatz von 1 % Polystyrol, das bei der Synthese mitalkyliert wird, wurde die Wirksamkeit von Paraflow verdoppelt, so daß es jetzt im Verhältnis 8 : 92 mit Schmieröl auf Handelsware eingestellt werden kann.

Der Umsatz von Paraflow:

1931 - 1939	100 - 150 t
1940	300 t
1941	700 t
1942	ca. 1 200 t.

*J. St. J. Müller*  
07320  
*Hagen*  
Leuna-Werke, den 19. November 1937.

A k t e n - N o t i z.

40  
sch

Betr. Schmieröluntersuchungen an T.T.H.-Schmieröl.

Zusammenfassung:

Vergleichsweise Untersuchungen von T.T.H.-Schmierölen und Handelsölen haben gezeigt, daß das T.T.H.-Schmieröl nur im geringen Maße von Handelsölen abweicht.

Es besteht die Möglichkeit, diese Unterschiede durch Waschen mit Natronlauge zu verringern. Ob sie ganz zu beseitigen sind, müssen weitere Untersuchungen zeigen.

Die Natronlaugebehandlung soll den Extraktionsversuchen mit Alkohol zunächst vorgezogen werden, da Extraktionsversuche zeigten, daß bei der Extraktion mit ca 15 - 20 % Verlusten zu rechnen sein wird, ohne z.B. den Gehalt von sauren Bestandteilen wesentlich verringern zu können.

Die Extraktion wirkt bei Ölen verschiedener Hydrierungs-Stufe verschieden. (Siehe Tabelle Versuch 1 und 2)

Die rotbraune Farbe des T.T.H.-Schmieröles ist weder durch Lauge noch durch Alkoholbehandlung zu beseitigen. Es soll versucht werden, ob durch Einschalten der Laugebehandlung vor die Vacuumdestillation bzw. vor die Entparaffinierung eine Farbverbesserung zu erreichen ist.

*Breker*

Leuma-Werke, den 19. November 1937.

A k t e n - N o t i z .

Betr. Schmieröluntersuchungen an T.T.H.-Schmieröl.

1.) Um die Qualität des T.T.H.-Schmieröles im Vergleich zu handelsüblichen Ölen kennenzulernen, waren bereits früher verschiedentlich Untersuchungen angestellt worden, die sich aber im wesentlichen auf die Viscosität bezogen. Das Ergebnis war, daß handelsübliche Maschinen-Schmieröle einen V.I. von ca 60 - 80 haben gegenüber einem V.I. von ca 50 des T.T.H.-Schmieröles. Diesen niedrigen V.I. des I.G.-T.T.H.-Schmieröles glaubt man in Kauf nehmen zu können, da von normalem Maschinenöl kein höherer V.I. zu verlangen ist. Die weiter noch angestellten Untersuchungen deuteten darauf hin, daß das T.T.H.-Schmieröl im allgemeinen den Anforderungen an ein Schmieröl entsprechen wird, wenn auch der Stockpunkt von dem Stockpunkt der handelsüblichen Schmieröle abwich; auch hier sind die Handelsbedingungen zu hoch.

Da aber die Herstellungsart und das Rohprodukt für das T.T.H.-Schmieröl von denjenigen des normalen Schmieröles abweichen, mußten die Untersuchungen möglichst ausgedehnt werden, um festzustellen, ob das T.T.H.-Schmieröl nicht doch in irgend einer Weise von dem handelsüblichen Ölen abweicht. Es wurden daher vergleichsweise Untersuchungen angestellt; dabei wurden auch Bestimmungen von Stoffen durchgeführt, die im Handelsöl nicht enthalten sind, im T.T.H.-Schmieröl aber vorkommen können, auf Grund seiner Herkunft.

Es wurden folgende Werte erhalten:

	T.T.H.Schmieröl aus Ka 2 vom 11. 12. u. 13.8.37	Maschinenöl gekauft	Zum Vergleich Heißdampfzylinderöl
spez. Gewicht	0.916/20°	0.908/20°	
C	86.84% (H <sub>2</sub> auf 100 C	85.6 (H <sub>2</sub> auf 100 C	86.3
H	12.8 % 14.73)	11.74 13.73)	13.02
N	0.38 %	0.36	0.3
S	0.14 %	1.79	0.11
O	0	0.51 (!)	0.27

Blatt 2

	T.T.H. Schmieröl aus Ka 2 vom 11. 12.u.13.8.37	Maschinenöl gekauft	Zum Vergleich Heißdampfzylinderöl
Jodzahl	11.9	11.2	18.2
Phenol	0.45% (Saure Bestandteile)	0	0
Paraffin	Spuren	0	1.41
Hartasphalt	0.29 %	0	0.12
Weichasphalt	0.15 %	0	0.27
Hartasphalt n/70 stündiger Behandlung m. O <sub>2</sub>	0.75 %	0.12	0.25
Säurezahl	1.5 mg Koh <sup>st</sup> /1 g Öl	0	0.6
Verseifungszahl	6.6	2.7	2.6
Teerzahl	2.05 %	0.38 %	0.07
Verteerungszahl	22.43%	28.10 %	2.38
Schlammzahl	0.19%	0.22	2.10
Conradson Test	0.5 %	0.13	29.6
Stockpunkt	- 3.0°C	-27.0°C	+ 10°

Als wesentlichstes Ergebnis dieser Untersuchungen kann festgestellt werden, daß das T.T.H.-Schmieröl in folgenden Punkten von dem Handelsöl abweicht:

- 1.) im Gehalt von Phenolen bzw. sauren Bestandteilen
- 2.) in der Säure- und Verseifungszahl
- 3.) Hart- und Weichasphaltgehalt; im Hartasphaltgehalt nach 70 stündiger Behandlung mit Sauerstoff
- 4.) in der Teerzahl.

Wenn man von dem primären Asphaltgehalt (der nach den Richtlinien 0.3 % betragen darf) absieht, dann sprechen alle anderen Punkte dafür, daß das Öl trotz seines höheren Wasserstoffgehaltes gegenüber dem Handelsöl unbeständiger ist. Diese Unbeständigkeit dürfte von dem Gehalt an sauren Bestandteilen unter gleichzeitiger Anwesenheit von Ungesättigten herrühren. Obwohl die Jodzahl des Handelsöles genau so hoch liegt wie diejenige des T.T.H.-Öles, ist das erstere stabil, weil die sauren Bestandteile fehlen.

Es liegt also nahe, unter Auswertung obiger Untersuchungsergebnisse zu versuchen, das T.T.H.-Schmieröl in seinen analytischen Daten möglichst

Blatt 3

dem Handelsschmieröl anzugleichen. Dieses müßte gelingen, wenn man die sauren Bestandteile aus dem Öl entfernt. Dadurch können auch die sogen. Alterungsteste (Teer- Verteerungs- und Schlammzahl) verbessert werden.

Zu diesem Zwecke wurde ein Schmieröl mit Natronlauge gewaschen. Die Entfernung der sauren Bestandteile gelang zu 60 %. Eine weitere Probe des Öles soll intensiver gewaschen werden. Dieses gewaschene Öl wird nun genau wie die obigen Proben untersucht.

Um weiter festzustellen, wie die Qualität der niedrigeren Anteile des Öles ist, gegenüber den höheren, wurde das Öl in 2 Fraktionen zerlegt und auch diese beiden gewaschen und ungewaschen zur Untersuchung gegeben.

Die geringere Lichtbeständigkeit des Destillates, die Dr.Höhn beobachtete, konnte dabei bestätigt werden. Nach kurzer Zeit fängt das Destillat an nachzudunkeln.

Vor Licht geschützt ist das Öl nach 8 Tagen noch hell, aber ein Nachdunkeln ist auch festzustellen.

Das deutet darauf hin, daß auch in den leichteren Fraktionen die sauren Bestandteile zusammen mit den Ungesättigten Verharzungen bilden.

Über die Farbe des Gesamtproduktes ist zu sagen, daß sie im Vergleich zum Handelsöl dunkel (rotbraun) ist. Diese Farbe wird natürlich durch die Natronlaugewäsche nicht verbessert. Auffallenderweise tritt durch Extraktion des Öles mit Methanol-Cyklohexan keine Verbesserung der Farbe ein, obwohl 18 % des Öles extrahierbar sind.

Die Säurezahl des T.T.H.-Schmieröles läßt auf mögliche Korrosion schließen. Um den Grad der Korrosion festzustellen, wurden mit Dr.Bünger Versuche abgesprochen, die mit T.T.H.-Schmieröl (ungewaschen u.gewaschen) und mit Handelsschmieröl durchgeführt werden. Die Methode, die Dr.Saager nannte, ist nach Dr.Ester nicht einwandfrei.

2.) Dr.Döllein regte vor längerer Zeit Versuche an, das Schmieröl durch Lösungsmittel zu zerlegen, in der Annahme, daß der V.I. eines größeren Teiles des als Schmieröl bestimmten Öles höher liegt und durch Produkte

Blatt 4

schlechteren V.I.'s verdeckt wird. Diese Versuche konnten für die Entschlammungs-Schmieröle besondere Bedeutung haben.

Es wurde zunächst ein T.T.H.-Teer-Schmieröl und dann ein 700 Atm. Öl aus Kohleentschlammung mit einem Gemisch von Cyklohexan-Methanol behandelt.

## Versuchsergebnisse:

1.) 200 g Öl wurden mit Methanol-Cyklohexan (4:1) extrahiert:

	Extrakt	Raffinat	Ausgangsprodukt
Erhalten:			
	36.6 g = 18%	158 g.	
V.I.	- 10	+ 65	50
V 99	1.68 E G	1.54 E G	← 1.57
V 38	16.10 "	7.83 "	9.10
D 20	0.953	0.902	0.913
Phenole	1.0 %	0.2	ca 0.4 %

2.) 200 g Schmieröl (V.I.) wurden mit Methanol-Cyklohexan extrahiert:

	Extrakt	Raffinat	Ausgangsprodukt
Erhalten:			
	30.6 g = 15.3%	164.3	
V.I.	- 125	- 130	- 150
V 99	1.44	2.56	← 2.16
V 38	9.10	90.45	62.17
D 20	0.984	0.990	0.988
Phenole	0.6	0.4	0.5 %

Diese beiden Extraktionsversuche geben verschiedene Resultate; dies ist auf die verschiedene Qualität der zur Extraktion angewandten Öle zurückzuführen. Das T.T.H.-Schmieröl hat bereits einen V.I. von 50, das 700 Atm.-Öl nur einen V.I. von - 150.

Es ist interessant, daß die Extraktion sich bei diesen Ölen verschieden auswirkt:

Blatt 5

Bei dem T.T.H.-Schmieröl wird eine Erniedrigung der Viscosität ( von 1.57 auf 1,54), bei dem 700 Atm.Öl eine Erhöhung der Viscosität ( von 2.16 auf 2.56) erreicht. Die Menge Extrakt liegt bei beiden Ölen bei etwa 15 - 18 %. Die spezifische Gewichtsverbesserung ist bei dem T.T.H.-Raffinat stärker als bei dem 700 Atm.-Öl.

Durch die Extraktion werden beide Öle (Raffinate) nur zum Teil von den Phenolen befreit, eine Farbverbesserung findet nicht statt.

Die Extraktionsversuche sollen gelegentlich fortgesetzt werden.