



Bezug: OKH, Ws Präf. 6 (IV) Wehrm. Auftr. Nr. 4010-0015-9512/4, SS-44
vom 10.2.44, - Hochvakuumdestillation von Oelen der Wehr-
macht zur Konstitutionsaufklärung.
Betrifft: Teilbericht

Vertraulich

Die Hochvakuumdestillation von synthetischen Schmierölen und Erdöl-Raffinaten Oderfurt.

Von den Oelen der Schmierstoff-Synthese wurden zur Unter-
suchung gestellt:

A. Steinkohlenbergwerk Rheinpreussen, Homberg (Niederrhein)

- MO 56, Transformatoröl,
- MO 57, Turbinenöl,
- MO 58, Motorenöl leicht,
- MO 59, Motorenöl schwer,
- MO 60, Heissdampfzylinderöl, Fp. 260°C, und
- MO 61, Heissdampfzylinderöl, Fp. 330°C,

B. Ruhrchemie AG, Oberhausen-Kolten

- Syntheseöl Nr. 1200 und
- Syntheseöl Nr. 3500,

C. Braunkohle-Benzin AG, Zeitz i. Sa.

- Maschinenöl-Raffinat ZR 30

D. Oderfurter Mineralölwerke AG, Mühlrisch-Ostreu

- Naphthenbasisches Öl der SMP-Raffination, ungereinigt,
- Paraffinbasisches Öl der SMP-Raffination, gereinigt u.
- Brightstock der SMP-Raffination.

Von den genannten Firmen lagen hierzu folgende Lieferspezifi-
ken vor:

| | A. Rheinpreussen-Oele | | | | | |
|--------------------|-----------------------|-------|----------|----------|-------|-----------|
| | MO 56 | MO 57 | MO 58 | MO 59 | MO 60 | MO 61 |
| Farbe | gelb | gelb | rotbraun | rotbraun | braun | grünbraun |
| Dichte d/20 .. | 0,904 | 0,917 | 0,938 | 0,942 | 0,959 | 0,956 |
| Viskosität E/20 .. | 3,09 | 24,1 | - | - | - | - |
| " " E/50 .. | 1,53 | 3,1 | 8,99 | 17,24 | - | - |
| " " E/100 .. | - | - | - | - | 6,65 | 9,52 |
| Visk. polnische Sp | 3,63 | 2,78 | - | - | - | - |
| Stockpunkt °C | -39 | -36 | -29 | -26 | -5 | -3 |
| Flammpunkt °C | 162 | 220 | 211 | 232 | 290 | 330 |
| Condensontest | | | | | | |
| frisch | 0,016 | 0,008 | 0,420 | 0,620 | 1,170 | 1,060 |
| gealtert .. | 0,020 | 0,010 | 0,530 | 0,690 | - | - |
| Säurezahl | | | | | | |
| frisch | 0,00 | 0,00 | - | - | - | - |
| gealtert .. | 0,00 | 0,01 | - | - | 0,058 | 0,006 |
| Asche | - | - | - | - | 0 | 0 |
| Hartasphalt .. | - | - | - | - | - | - |
| Teerzahl | 0,052 | 0,020 | - | - | - | - |
| Verteuerungszahl | 0,125 | 0,035 | - | - | - | - |
| Verseifungszahl | | | | | | |
| frisch .. | - | 0,11 | - | - | - | - |
| gealtert .. | - | 0,95 | - | - | - | - |

Diese Oele stellen nach der von Kögler entwickelten Synthese eine
Kombination von paraffinischen F/T-Kohlenwasserstoffen mit arom-

tischen Kohlenwasserstoffgemischen aus dem Steinkohlenteer der, mittels einer neuartigen Kondensationsmethode. Das Öl wird Temperaturfestigkeit, Verkokungsfestigkeit, Alterungsbeständigkeit und Schmierfähigkeit nachgerühmt; sie sollen indessen nach Angaben der Hersteller nicht wie Erdölverarbeitungsprodukte nach Lichte und Viskositäts-Temperaturgefülle beurteilt werden. (Ann. Da die Erzeugerfirma im Augenblick der Musterstellung in der laufenden Fabrikation bevorzugt auf Dampfzylinderöle eingestellt war, bedingt dies nach Firmenangabe auch bei den übrigen Praktiken erhöhte Viskositätspeihöhe).

D. SLP-Raffinate der Oerfurter Mineralölwerke AG.

Die Oerfurter Mineralölwerke AG verarbeitet bei der Musterstellung Zisterdorfer Rohöl. Das bei der Pipe-Still-Destillation anfallende "schwere Paraffinöl" (ca. 1,6vH) und eine geringe Menge (ca. 1,6vH) des Rückstandöles unterliegen der Berlinol-Entparaffinierung und darauf der Suida-Nobel-Pöll-Raffination (kurz SLP-Verfahren) mittels technischem Kresol und Wasser. Als Kresol-Unlösliches fallen ca. 5,85% "paraffinbasisches Öl" an, welches bleicherde gefiltert wird und die Basis für Flugmotorenöle abgibt. ... Kresol-löslich, aber durch Wasserversetz ausscheidbar, sind 2,3% eines "naphtenbasischen" Oeles, und aus dem entsaphtierten und entparaffinierten Rückstandöl kommt, mit Kresol raffiniert ein "Brightstock" (ca. 1,6vH) zum Anfall, der dem paraffinbasischen Öl zugeschlagen wird.

A. Die Aufarbeitung der Rheinpreußen-Oele

Destillationscharakteristik

| Öl-Bezeichnung | fraktion | Menge Vol. % | Vakuum Siedetemp. | | Destill. dauer min |
|-------------------|-----------|-----------------|-------------------|-----|-----------------------|
| | | | mm Hg | °C | |
| <u>No 56 (I)</u> | Siedebez. | - | 0,005 | 78 | 60' |
| | 1. Frakt. | 31,5 | 0,005 | 155 | 50' |
| | 2. Frakt. | 25,0 | 0,005 | 160 | 12' |
| | 3. Frakt. | 25,0 | 0,005 | 180 | 15' |
| | Rückst. | 10,0 | 0,005 | - | - |
| | Verlust | 2,5 | - | - | - |
| <u>No 56 (II)</u> | Siedebez. | - | 0,010 | 85 | - |
| | 1. Frakt. | 25,5 | 0,400 | 155 | - |
| | 2. Frakt. | 31,5 | 0,005 | 160 | - |
| | 3. Frakt. | 20,0 | 0,005 | 180 | - |
| | Rückst. | 19,5 | 0,005 | - | - |
| | Verlust | 2,5 | - | - | - |
| <u>No 57</u> | Siedebez. | - | 0,005 | 106 | 70' |
| | 1. Frakt. | 25,0 | 0,005 | 200 | 45' |
| | 2. Frakt. | 42,0 | 0,005 | 220 | 18' |
| | 3. Frakt. | 20,0 | 0,005 | 250 | 25' |
| | Rückst. | 11,5 | 0,005 | - | - |
| | Verlust | 1,5 | - | - | - |
| <u>No 58</u> | Siedebez. | - | 0,010 | 85 | 50' |
| | 1. Frakt. | 15,5 | 0,080 | 190 | 60' |
| | 2. Frakt. | 20,0 | 0,300 | 205 | 20' |
| | 3. Frakt. | 21,0 | 0,010 | 215 | 40' |
| | Rückst. | 42,5 | 0,010 | - | - |
| | Verlust | 1,0 | - | - | - |

| Oil-Bezeichnung | Fraktion | Menge Vcl. % | Vacuum mm Hg | Siedetemp. °C | Destill. dauer min |
|-----------------|-----------|--------------|--------------|---------------|--------------------|
| No 59 | Siedehg. | - | 0,000 | 100 | 120' |
| | 1. Frakt. | 21,8 | 0,000 | 245 | 110' |
| | 2. Frakt. | 20,0 | 0,000 | 205 | 55' |
| | Rückst. | 57,8 | 0,000 | - | - |
| No 60 | Siedehg. | - | 0,010 | 215 | 150' |
| | 1. Frakt. | 19,5 | 0,010 | 253 | 70' |
| | 2. Frakt. | 11,5 | 0,010 | 270 | 60' |
| | Rückst. | 68,5 | 0,010 | - | - |
| | Verlust | 0,2 | - | - | - |

Kennzahlen der Oele und ihrer Aufarbeitungsprodukte

Abkürzungen: Fb = Farbe n. Ostwald, d/20 = Dichte/20°C, nD/20 = Refraktion/20°C, E/20 = Viskosität °E/20°C, E/50 = Viskosität °E/50°C, Wp = Visk. polhöhe, m = Visk. steilheit, AP = Anilinpunkt °C.

| Oil-Bezeichnung | Menge Vcl. % | Fb | d/20 | nD/20 | E/20 | E/50 | Wp | m | AP |
|---------------------|--------------|-----|-------|--------|------|------|------|------|----|
| No 56(I) Original | - | 1,5 | 0,014 | 1,5248 | 3,0 | 1,57 | 1,85 | 4,14 | 50 |
| - Alkohol-Raffinat | 85,4 | 1,5 | 0,010 | 1,5220 | 3,0 | 1,57 | 1,76 | 4,10 | 55 |
| - Alkohol-Extrakt | 14,6 | 2,2 | - | 1,5408 | 3,0 | 1,54 | - | - | 14 |
| No 56(I), 1. Frakt. | 31,5 | 0 | - | 1,4970 | 2,0 | 1,27 | - | - | 59 |
| " 2. Frakt. | 25,0 | 0 | - | 1,5257 | 2,7 | 1,50 | - | - | 51 |
| " 3. Frakt. | 23,0 | 1 | - | 1,5440 | 5,8 | 1,55 | 2,39 | 4,56 | 14 |
| " Rückst. | 10,0 | 3 | - | 1,5440 | 15,1 | 3,23 | 2,77 | 4,13 | 17 |
| No 56(II) Original | - | 1,5 | 0,014 | 1,5248 | 3,0 | 1,57 | 1,85 | 4,14 | 50 |
| " 1. Frakt. | 20,5 | 0 | - | 1,4973 | 1,7 | 1,28 | - | - | 50 |
| " 2. Frakt. | 31,5 | 0 | - | 1,5223 | 2,5 | 1,47 | - | - | 50 |
| " 3. Frakt. | 20,0 | 1 | - | 1,5445 | 5,4 | 1,57 | 2,31 | 4,10 | 14 |
| " Rückst. | 19,5 | 3 | - | 1,5444 | 14,4 | 3,16 | 2,64 | 4,10 | 12 |
| No 57 Original | - | 1,7 | 0,022 | 1,5317 | 13,6 | 3,11 | 2,50 | 4,05 | 51 |
| - Alkohol-Raffinat | 99,4 | 1,8 | 0,021 | 1,5312 | 13,3 | 3,32 | 2,57 | 4,08 | 55 |
| - Alkohol-Extrakt | 0,0 | - | - | 1,5401 | - | - | - | - | 12 |
| No 57, 1. Fraktion | 25,0 | 1,3 | - | 1,5270 | 6,8 | 2,14 | 2,69 | 4,02 | 59 |
| " 2. Fraktion | 42,0 | 1,8 | - | 1,5320 | 15,0 | 3,23 | 2,71 | 4,12 | 58 |
| " 3. Fraktion | 20,0 | 2 | - | 1,5321 | 18,5 | 3,77 | 2,57 | 4,12 | 54 |
| " Rückst. | 11,5 | 4 | - | 1,5301 | 24,2 | 4,67 | 2,30 | 3,90 | 52 |
| No 58, Original | - | 1,2 | 0,005 | 1,5334 | 62,5 | 3,45 | 2,32 | 3,73 | 48 |
| - Alkohol-Raffinat | 91,2 | 1,2 | 0,005 | 1,5400 | 163 | 14,1 | 2,26 | 3,00 | 52 |
| - Alkohol-Extrakt | 88,1 | 0 | - | 1,5390 | 45,5 | 7,5 | 2,30 | 3,70 | 59 |

| Gel-Bezeichnung | Menge Vol. % | Ph | d/20 | nD/20 | E/20 | E/50 | Wp | W | AP |
|---|-----------------|-----|------|--------|------|------|------|------|----|
| No 58, Chromatogramm | | | | | | | | | |
| - Al ₂ O ₃ -Filtrat | 52,7 | 3,2 | - | 1.5302 | 41,0 | 7,10 | 2.18 | 3.72 | - |
| - Al ₂ O ₃ -extrakt | | | | | | | | | |
| obere Hälfte | - | - | - | 1.5765 | - | - | - | - | - |
| untere " | - | - | - | 1.5525 | - | - | - | - | - |
| No 58, 1. Fraktion | 15,5 | 1 | - | 1.5631 | 2,79 | 1,55 | 1.52 | 3.39 | 52 |
| " 2. Fraktion | 20,0 | 2 | - | 1.5638 | 14,8 | 1,18 | 2.83 | 4.15 | 28 |
| " 3. Fraktion | 21,0 | 2,5 | - | 1.5542 | 21,0 | 4,03 | 2.70 | 4.05 | 32 |
| " Rückstand | 42,5 | 3,5 | - | 1.5561 | 1480 | 95,0 | 2.60 | 3.55 | 55 |
| No 59, Original | - | 3 | 0,43 | 1.5482 | 156 | 19,4 | 2.42 | 3.72 | 45 |
| - Aceton-Raffinat | 47,4 | 3,5 | - | 1.5467 | 237 | 30,0 | 2.42 | 3.60 | 45 |
| - Aceton-Extrakt | 52,6 | 5,0 | - | 1.5458 | 71 | 9,9 | 2.50 | 3.84 | 35 |
| No 59, 1. Fraktion | | 1,5 | - | 1.5299 | 10,0 | 2,06 | 2.59 | 4.12 | 31 |
| " 2. Fraktion | | 2,2 | - | 1.5344 | 19,4 | 3,95 | 2.41 | 3.90 | 31 |
| " Rückstand | | 2 | - | 1.5505 | 1220 | 88,0 | 2.48 | 3.49 | 50 |
| No 59, Chromatogr. | | | | | | | | | |
| - Al ₂ O ₃ -Filtrat | 59,0 | 3,2 | - | 1.5572 | 21,5 | 11,6 | 2.27 | 3.67 | - |
| - Al ₂ O ₃ -extrakt | | | | | | | | | |
| obere Hälfte | - | - | - | 1.5618 | - | - | - | - | - |
| untere Hälfte | - | - | - | 1.5502 | - | - | - | - | - |
| No 60, Original | - | 8,3 | 0,56 | 1.5503 | 1390 | 63,5 | 2.50 | 3.50 | 57 |
| - Aceton-Raffinat | 78,4 | 10 | - | 1.5556 | 1960 | 120 | 2.40 | 3.44 | 60 |
| - Aceton-Extrakt | 21,6 | 10 | - | 1.5588 | 630 | 42,5 | 3.24 | 3.90 | 41 |
| No 60, 1. Fraktion | 13,5 | 4,2 | - | 1.5423 | 40,0 | 6,05 | 2.46 | 3.86 | 37 |
| " 2. Fraktion | 13,5 | 4,2 | - | 1.5470 | 74,5 | 10,0 | 2.39 | 3.74 | 40 |
| " Rückstand | 73,0 | 10 | - | 1.5602 | 7200 | 277 | - | - | 62 |
| No 60, Chromatogr. | | | | | | | | | |
| - Al ₂ O ₃ -Filtrat | 0 | - | - | - | - | - | - | - | - |
| - Al ₂ O ₃ -extrakt | | | | | | | | | |
| obere Schicht | 29,1 | 10 | - | 1.5640 | 2800 | 190 | 2.95 | 3.68 | - |
| untere " | 50,2 | 0 | - | 1.5517 | 1000 | 69 | 2.39 | 3.40 | - |
| - Verlust | 14,7 | | | | | | | | |
| No 61, Original | - | 7,7 | 0,58 | 1.5544 | 2700 | 157 | 2.55 | 3.47 | 64 |
| - Aceton-Raffinat | 20,9 | 8,0 | - | 1.5527 | 4200 | 190 | 2.82 | 3.58 | 65 |
| - Aceton-Extrakt | 19,1 | 2,5 | - | 1.5553 | 1640 | 95 | 2.30 | 3.68 | 51 |

Beim Chromatographieren wurde sofort verfahren, dass jeweils 50 g Gel eingetogen und mit 50 g Normalnatrium verdünnt wurden; diese Lösung wurde durch eine giftstoffige Filtersäule aus Aluminiumoxyd mithilfe einer Wasserstrahlpumpe abgesaugt; die Filtersäule hatte 340 mm Höhe und 32 mm Ø. Das Nachsaugen erfolgte mit 100 cm Normalnatrium; auf unbedeutliche Schichtenbildungen in der Filtersäule wurde keine Rücksicht genommen.

B. Die Aufarbeitung der Ruhrchemie-Gele

Destillationscharakteristik

| Gele-Bezeichnung | Fraktion | Menge Vol.-% | Vacuum mm Hg | Siedetemp. °C |
|------------------|-----------|--------------|--------------|---------------|
| Gele 1200 | Siedehag. | - | 0,100 | 105 |
| | 1. Frakt. | 20 | 0,100 | 160 |
| | 2. Frakt. | 20 | 0,100 | 191 |
| | 3. Frakt. | 20 | 0,100 | 243 |
| | 4. Frakt. | 20 | 0,100 | 295 |
| | Rückstand | 20 | 0,100 | - |
| Gele 3500 | Siedehag. | - | 0,100 | 135 |
| | 1. Frakt. | 20 | 0,100 | 218 |
| | 2. Frakt. | 20 | 0,100 | 250 |
| | 3. Frakt. | 20 | 0,100 | 290 |
| | Rückstand | 40 | 0,100 | - |

Kennzahlen der Gele und ihrer Aufarbeitungsprodukte

| Gele-Bezeichnung | Menge Vol.-% | Fr. 3/20 | Fr. 4/20 | Fr. 5/20 | Fr. 6/50 | Wp. | m | AP |
|------------------|--------------|----------|----------|----------|----------|------|------|------|
| 1200, Original | - | 3 | 835 | 1.4657 | 6,9 | 2,36 | 1.47 | 3.60 |
| " 1. Fraktion | 20 | 0 | - | 1.4505 | 1,58 | 1,25 | - | - |
| " 2. Fraktion | 20 | 1 | - | 1.4600 | 2,44 | 1,48 | - | - |
| " 3. Fraktion | 20 | 1,7 | - | 1.4654 | 3,17 | 1,36 | 1.63 | 3.86 |
| " 4. Fraktion | 20 | 2,8 | - | 1.4714 | 17,2 | 4,30 | 1.58 | 3.45 |
| " Rückstand | 20 | 5,8 | - | 1.4720 | 144 | 23,2 | 1.74 | 3.19 |
| 3500, Original | - | 2,5 | 850 | 1.4739 | 32,0 | 7,00 | 1.66 | 3.37 |
| " 1. Fraktion | 20 | 1 | - | 1.4647 | 3,51 | 1,71 | 1.53 | 3.89 |
| " 2. Fraktion | 20 | 1,7 | - | 1.4713 | 11,4 | 3,14 | 1.60 | 3.71 |
| " 3. Fraktion | 20 | 2,5 | - | 1.4749 | 24,8 | 6,37 | 1.65 | 3.42 |
| " Rückstand | 40 | 3,3 | - | 1.4765 | 210 | 29,5 | 1.76 | 3.17 |

C. Die Aufarbeitung der Braung-Gele

Destillationscharakteristik

| Gele-Bezeichnung | Fraktion | Menge Vol.-% | Vacuum mm Hg | Siedetemp. °C | Destill. Geleg. |
|------------------|-----------|--------------|--------------|---------------|-----------------|
| ZR-10 | Siedehag. | - | 0,030 | 122 | 75 |
| | 1. Frakt. | 20,5 | 0,030 | 175 | 10 |
| | 2. Frakt. | 25,0 | 0,030 | 188 | 7 |
| | 3. Frakt. | 24,0 | 0,030 | 208 | 20 |
| | Rückst. | 24,5 | 0,030 | - | - |
| | Verlust | 4,5 | - | - | - |

Kennzahlen des Geles und seiner Fraktionen

| Gele-Bezeichnung | Menge Vol.-% | Fr. 3/20 | Fr. 4/20 | Fr. 5/20 | Fr. 6/50 | Wp. | m | AP |
|------------------|--------------|----------|----------|----------|----------|------|------|----------|
| ZR-10, Original | - | 3 | 981 | 1.4805 | 11,5 | 2,79 | 2.00 | 4.10 |
| " 1. Fraktion | 20,5 | 1,3 | - | 1.4675 | 5,2 | 1,87 | 1.90 | 3.38 24 |
| " 2. Fraktion | 25,0 | 1,4 | - | 1.4747 | 13,1 | 3,4 | 1.90 | 3.30 23 |
| " 3. Fraktion | 24,0 | 1,0 | - | 1.4746 | 15,0 | 3,20 | 2.26 | 3.21 22 |
| " Rückstand | 21,0 | 5 | - | 1.4817 | 23,2 | 4,73 | 1.90 | 1.07 109 |

E. Die Aufarbeitung der Oderfurter Gele

Destillationscharakteristik

| Gel-Bezeichnung | Fraktion | Menge Vol. % | Vacuum mm Hg | Siedetemp. °C | Destill. dauer min |
|---------------------|-----------|-----------------|-----------------|------------------|-----------------------|
| | | | | | |
| <u>Leuchten-Oel</u> | Siedebeg. | - | 0,200 | 180 | - |
| | 1. Frakt. | 17,26 | 0,200 | 235 | - |
| | 2. Frakt. | 21,13 | 0,200 | 260 | - |
| | 3. Frakt. | 25,22 | 0,200 | 280 | - |
| | 4. Frakt. | 19,05 | 0,200 | 300 | - |
| | Rückst. | 18,68 | 0,200 | - | - |
| Verlust | 2,68 | - | - | - | - |
| <u>Paraffin-Gel</u> | Siedebeg. | - | 0,200 | 180 | - |
| | 1. Frakt. | 35,36 | 0,200 | 242 | - |
| | 2. Frakt. | 21,78 | 0,200 | 258 | - |
| | 3. Frakt. | 25,28 | 0,200 | 290 | - |
| | Rückst. | 17,56 | 0,200 | - | - |
| <u>Briarstock</u> | Siedebeg. | - | 0,200 | 210 | - |
| | 1. Frakt. | 18,77 | 0,200 | 300 | - |
| | 2. Frakt. | 15,92 | 0,200 | 330 | - |
| | 3. Frakt. | 27,38 | 0,200 | 375 | - |
| | Rückst. | 37,40 | 0,200 | - | - |
| Verlust | 2,53 | - | - | - | - |

Kennzahlen der Gele und ihrer Aufarbeitungsprodukte

| Gel-Bezeichnung | Menge, lb | n _D 20 | n _D 25 | n _D 30 | n _D 35 | Sp | d ₄ 20 | d ₄ 25 | d ₄ 30 | d ₄ 35 |
|----------------------------|-----------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|------|-------------------|-------------------|-------------------|-------------------|
| | | | | | | | | | | |
| <u>Nacht-Gel, Original</u> | 8,5 | 0,914 | 1,5071 | 48,5 | 7,00 | 2,45 | 3,84 | 87 | - | - |
| " Aceton-Ref. | 80,15 | 7,5 | 1,5025 | 42,8 | 7,10 | 2,31 | 3,92 | 80 | - | - |
| " Aceton-Extr. | 13,83 | 10 | 1,5000 | 42 | 7 | 2,37 | 4,28 | 55 | - | - |
| " 1. Fraktion | 17,26 | 2 | 1,4882 | 40,4 | 7,00 | 2,41 | 4,00 | 85 | - | - |
| " 2. Fraktion | 21,13 | 3,5 | 1,5012 | 44,0 | 7,10 | 2,42 | 3,80 | 87 | - | - |
| " 3. Fraktion | 25,22 | 4 | 1,5039 | 49,0 | 7,10 | 2,58 | 3,80 | 87 | - | - |
| " 4. Fraktion | 19,05 | 5,5 | 1,5104 | 57,0 | 12,0 | 2,51 | 3,82 | 81 | - | - |
| " Rückst. | 18,68 | 80 | 1,5213 | 100 | 41,0 | 3,20 | 3,99 | 90 | - | - |
| <u>Paraff-Gel, Orig.</u> | 7,0 | - | 1,4806 | 38,8 | 6,65 | 1,1 | 3,80 | 103 | - | - |
| " 1. Fraktion | 35,36 | 2 | 1,4882 | 40,7 | 6,65 | 1,25 | 3,77 | 100 | - | - |
| " 2. Fraktion | 21,78 | 3,4 | 1,4888 | 42,6 | 6,65 | 2,10 | 3,71 | 104 | - | - |
| " 3. Fraktion | 25,28 | 5,8 | 1,4892 | 47,5 | 6,60 | 2,20 | 3,70 | 102 | - | - |
| " Rückst. | 17,56 | 10 | 1,5024 | 50 | 40,1 | 2,16 | 3,40 | 114 | - | - |
| <u>Briarstock, Orig.</u> | 10 | 100 | 1,5004 | 325 | 55,2 | 3,20 | 3,44 | 113 | - | - |
| " Aceton-Ref. | 80,15 | 10 | 1,5002 | - | - | - | - | 114 | - | - |
| " Aceton-Extr. | 3,05 | 10 | 1,5100 | - | - | - | - | - | - | - |
| " 1. Fraktion | 18,77 | 2,5 | 1,4890 | 51 | 6,34 | 2,18 | 3,67 | 108 | - | - |
| " 2. Fraktion | 15,92 | 3,8 | 1,4922 | 57 | 14,1 | 2,10 | 3,54 | 110 | - | - |
| " 3. Fraktion | 27,38 | 5,4 | 1,4937 | 102 | 23,7 | 2,11 | 3,40 | 115 | - | - |
| " Rückst. | 37,40 | 10 | 1,5144 | 250 | 158 | 2,50 | 3,50 | - | - | - |

Erkenntnise: Versuchsreihe A

Die Eigenart der Herstellung der Synthese-Schmieröle bei Steinkohlenbergwerk Rheinpreussen bedingt auch deren Eigenschaften, die sich in ganz wesentlichen Punkten von denen bisher bekannter Kohlenwasserstofföle unterscheiden.

Fürs erste tritt eine Divergenz zwischen Dichte und Refraktion in Erscheinung, die ausserordentlich charakteristisch ist. Während - aus Abb. 1 ersichtlich - die Beziehung zwischen $d/20$ und $n_D/20$ bei allen bisher bekannten Kohlenwasserstoffölen, also denen der Erdölverarbeitung und der Niederdruck- und Hochdrucksynthese, eine ziemlich engbegrenzte ist, dargestellt durch das schmale Band, das sich quer durch das Schaubild zieht, wobei sich zudem die Mineralölschmieröle linear den leichteren Kohlenwasserstoffen (Benzine, Dieselöle) anfügen, liegen die Rheinpreussenöle völlig abseits dieser Relation. In gleicher Richtung abseits der bezeichneten Beziehung liegen aber auch das Benzol, und - im Bild nicht mehr dargestellt, - die höheren Ringkohlenwasserstoffe (Naphtalin, Acensaphten, Fluoren, Anthracen usw.), selbst bei partieller Hydrierung (z. B. Tetralin), während im völlig hydrierten Naphtalin (Dekalin) offensichtlich der Charakter des Wasserstoff-Reichtums überwiegt. Damit ist ganz unzweifelhaft, dass in den Rheinpreussenölen die durchaus eigenartige Kombination von Aliphaten und Aromaten zum Ausdruck kommt, und dass, aus der Lage der Kurve $d-n_D$ abzulesen, der aromatische Charakter der Rheinpreussenöle mit steigender Molekulargrösse, steigender Dichte und steigender Viskosität zunimmt. Zu dieser Darstellung berechnigt nämlich umgekehrt das im Schaubild gezeigte Verhalten der von A. W. Schmidt und Mitarbeitern synthetisierten Benzolderivate (Propyl- bis Dodecylbenzol bzw. -toluol), die sich mit der Kettenlänge der aliphatischen Substituenten der scheinbar für aliphatische Kohlenwasserstoffe typischen Beziehung $d-n_D$ nähert. Es empfiehlt sich in diesem Zusammenhange überhaupt auf die ursprüngliche Formel der spezifischen Refraktion (r)

$$r = (n - 1) / d$$

zurückzugreifen, wobei man alle Kohlenwasserstofföle der Erdölverarbeitung sowie der FT-Synthese durch den engen Bereich $r = 0,550$ bis $0,564$ (im Mittel $r = 0,557$) charakterisieren kann. Für Benzol indessen ergibt sich ein r -Wert von $0,577$, für Styrol ein solcher von $0,566$, für die Rheinpreussenöle $r = 0,572$ bis $0,580$, für Cyclopentadien $0,588$, Hexadien $0,625$ und für die in den Teeren auftretenden Derivate des Naphtalins, Anthracens und Phenanthrens $r = 0,576$ bis $0,625$. Andererseits werden fette Öle im Mittel durch $r = 0,510$ bis $0,516$ charakterisiert, (Ölein $0,517$) während sich das durch unverseifbare Wachsanteile bekannte Spermbil mit $r = 0,550$ von den reinen Fettölen der Tier- und Pflanzenreiches absondert. Bemerkenswert ist schliesslich, dass die wohldefinierten n - und i -Paraffine im Dichtebereich $0,670$ - $0,800$ (also Molekulargrösse C_6 bis C_{21}) mit $r = 0,567$ bis $0,560$ charakterisiert werden, während reine n -Olefine $r = 0,575$ bis $0,563$ und reine Naphtene durchschnittlich $r = 0,550$ zeigen. Nur das Dekahydronaphtalin separiert sich mit $r = 0,523$.

In seinem Buche "Schmierstoffe und Maschinenschmierung" (2. Aufl., S. 118) hat der Berichterstatter in einem Diagramm und einer Zahlentafel auf die unverkennbaren Zusammenhänge zwischen Dichte und Anilinpunkt in Abhängigkeit von der mittleren Molekulargrösse (als symbotes Maass: Zähflüssigkeitstufe $E/50$) aufmerk-

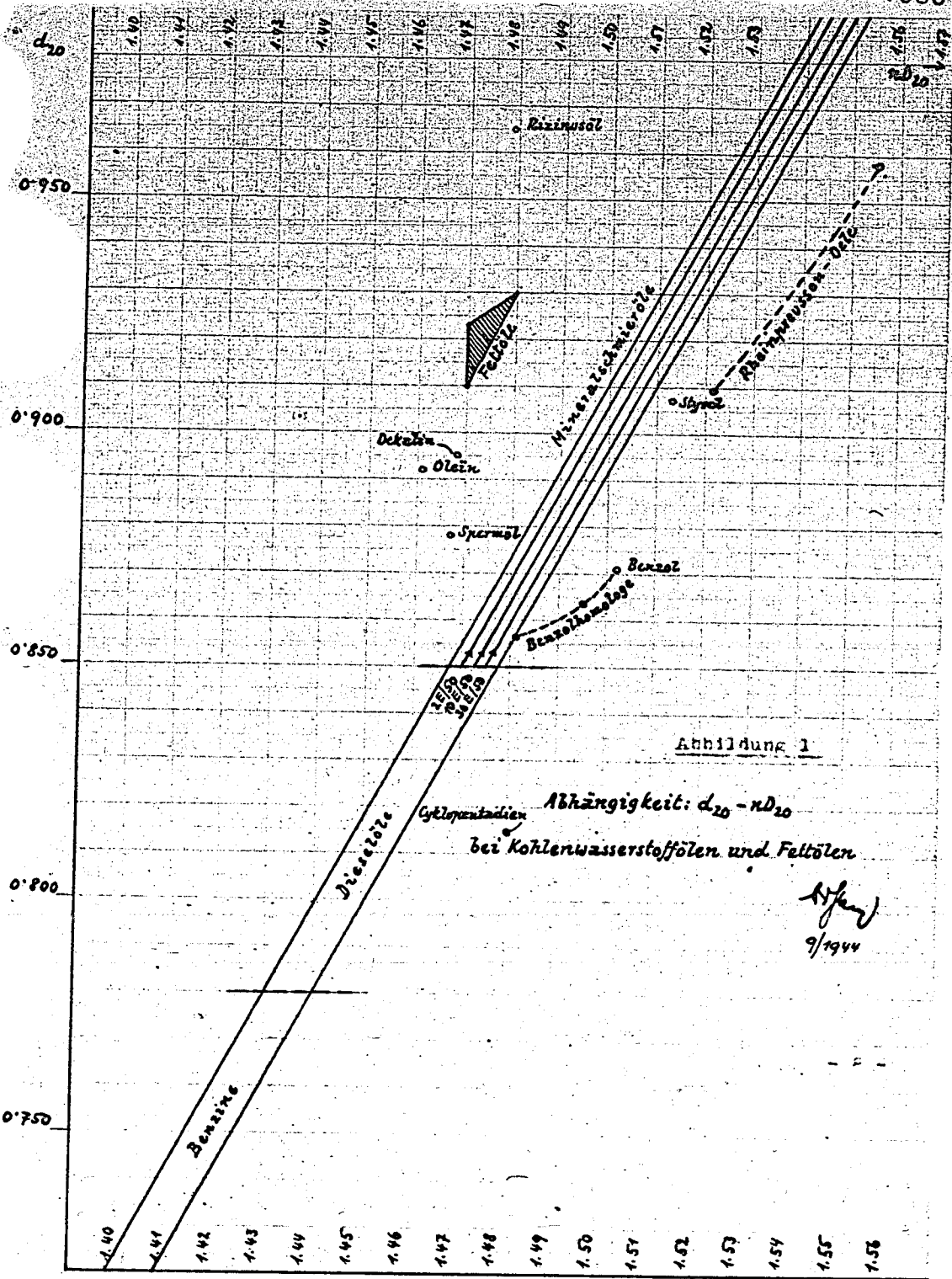


Abbildung 1

Abhängigkeit: $d_{20} - n_{D20}$
bei Kohlenwasserstoffölen und Fettölen

H. J. J.
9/1944

Abbildung 2a

Abhängigkeit: d u. nD - AP - E/so
von Kohlenwasserstoffölen

H. J. J.
9/1944

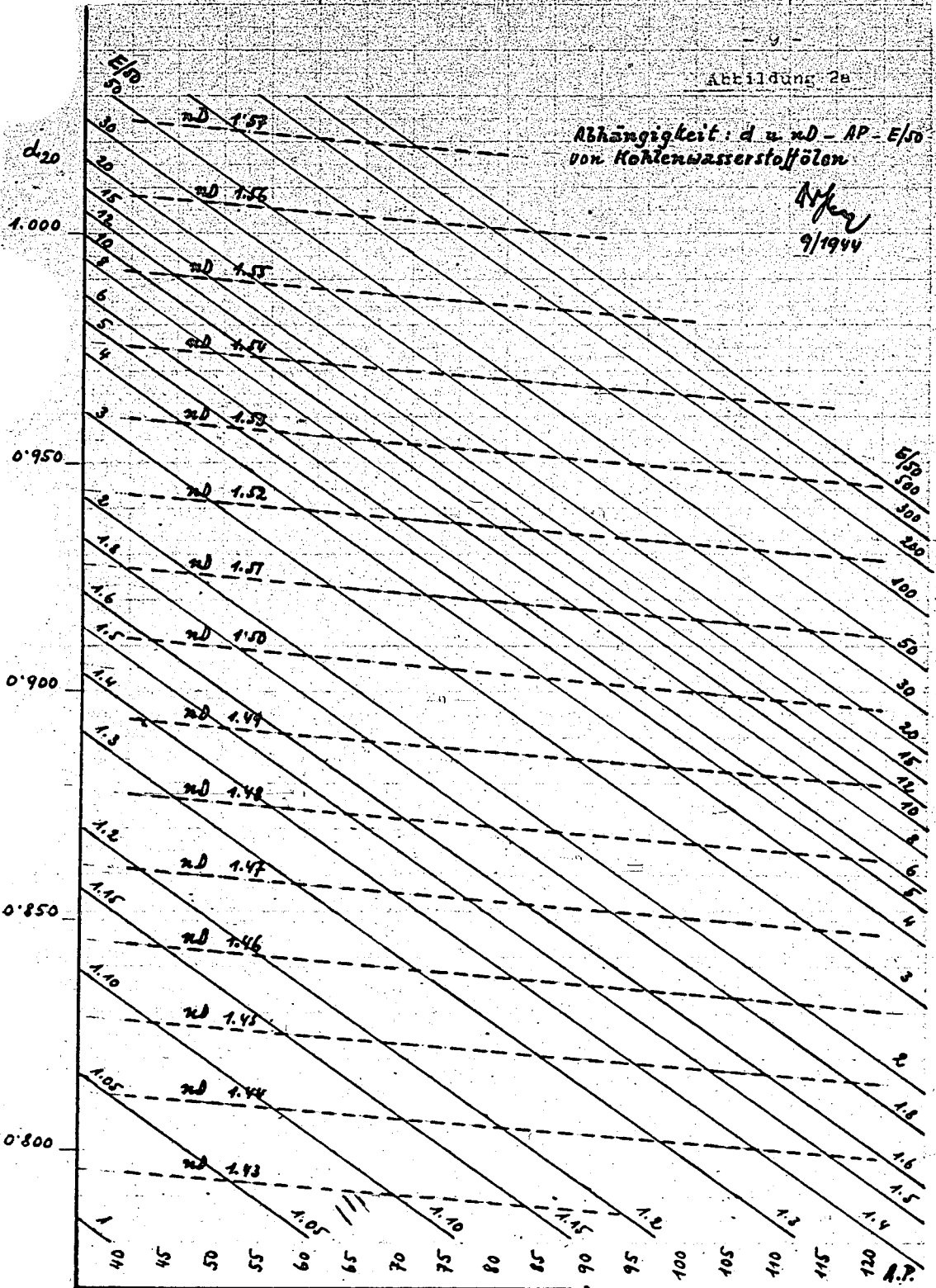


Abbildung 2b

$\eta_D - AP$ u. Visk. E/SD von
Rheinpreussen - Synthesölen

Hofling

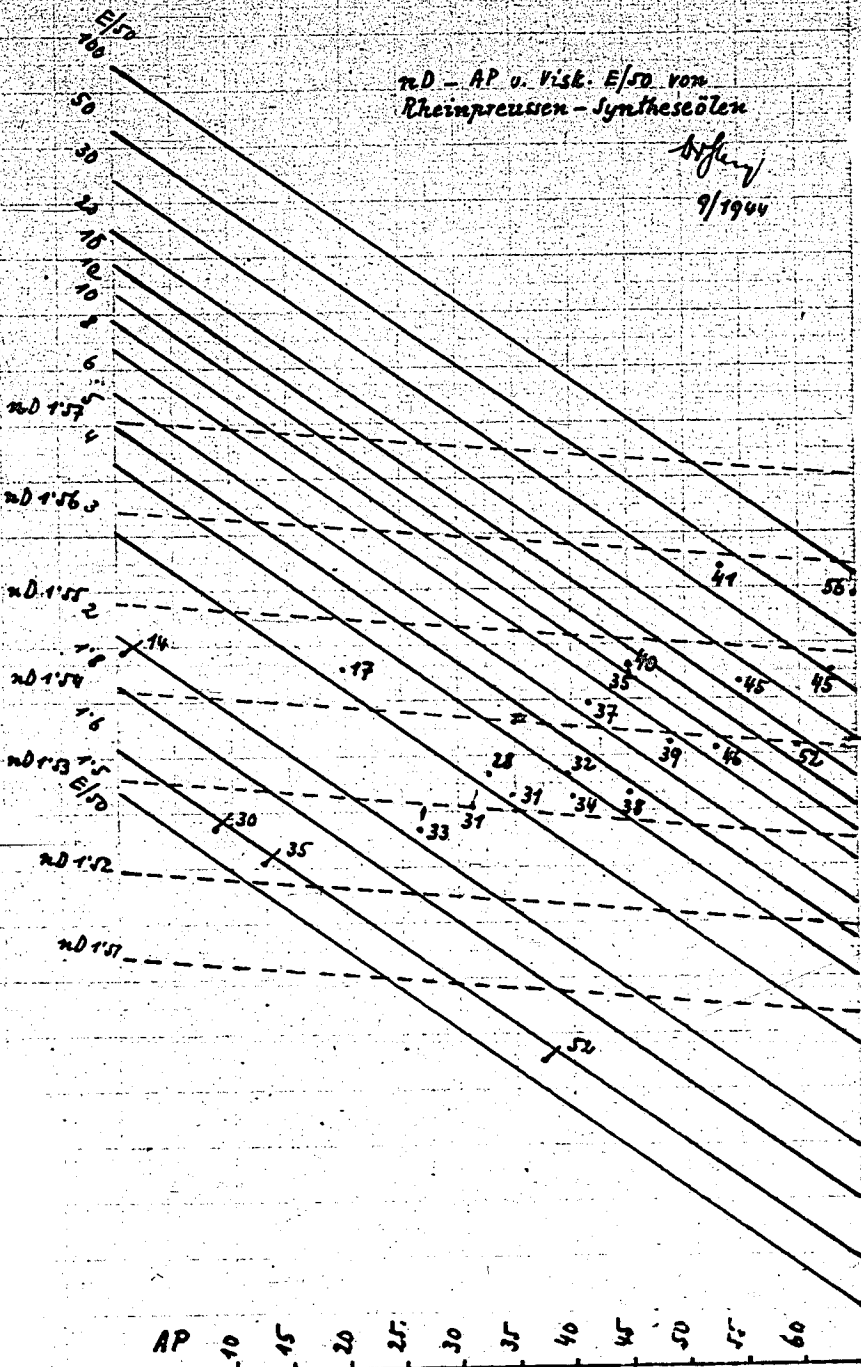
9/1944

d_{20} der Kohlenwasserstoffe
der Erdölverarbeitung

d_{20} der Rheinpreussenöle

1.000
0.980
0.980
0.970
0.960
0.950
0.940

0.960
0.950
0.940
0.930
0.920
0.910



sam gemacht. Diese Beziehungen sind durch weitere Messergebnisse in Abb. 2a des vorgelegten Berichtes gegenüber der Darstellung im Buch "Schmierstoffe und Maschinenschmierung" geringfügig korrigiert worden. Ausserdem wurde in das Schaubild noch das Netz n_D herangelegt, um zweckvoller die für Erdölkohlenwasserstoffe und Ft-Synthesole gültigen Beziehungen zwischen n_D , E/50 und AP abzulesen zu können. Will man diesen Messreiter nun auch auf Synthesole Rheinpreussen anwenden, so sieht man, dass diese durchwegs mit niedrigeren Anilinpunkten, also ausgeprägt aromatischem Charakter, fast völlig aus dem dargestellten Rahmen fallen. Abbildung 2b ist nun einfach die linksseitige, massgleiche Ergänzung zu Abbildung 2a, und hierbei zeigt sich, dass sich die Rheinpreussensole bis auf Anomalien in den leichtesten und schwersten Fraktionen den bisher gewonnenen Erkenntnissen einordnen lassen. Allerdings lässt sich im Hinblick auf die bereits beschriebene Divergenz $d-n_D$ bei Rheinpreussenölen nur die Beziehung n_D -E/50-AP in Anwendung bringen.

Die Destillation mit Leybold-Pumpe (Vorvakuum 0,1 mm Hg) und Quecksilberdampfpumpen (Hochvakuum bis 0,005 mm Hg) ist allein zur Konstitutionsaufklärung der Rheinpreussensole nicht übermässig aufschlussreich. Bemerkenswert ist lediglich, dass bei den leichten Rheinpreussenölen Mo 56, Mo 57 und Mo 58 die niederen Fraktionen durch höheren Anilinpunkt (AP) und geringere Refraktion (n_D) aromatenärmer sind als die höheren Fraktionen und der Destillationsrückstand, und dies lässt gewisse Einblick in den künstlichen Bau dieser Öle zu. Die leichten Rheinpreussenole Mo 56 und Mo 57 sind ausserdem völlig acet unlöslich, so dass bei diesen beiden Typen zu ihrer Solvent-Analyse Aethanol genommen wurde. Bei der Lösemittel-Analyse der Typen Mo 58 bis Mo 61 mit Aceton fällt auf, dass der Lösemittel-extrakt in der Zählflüssigkeit stets wesentlich niedriger liegt als das zugehörige Lösemittelraffinat, dass also die aromatenreichen Anteile in der Molekulargrösse beträchtlich kleiner sind als die aliphatischen Bestandteile, was durch Bestimmung des mittleren Molekulargewichtes mit Ausgestaltung dieser Arbeit noch bestätigt werden soll. (Anm. Aus den Kennzahlen d , n_D , AP und L lässt sich rechnerisch dann auch die sog. "Ring-Analyse" durchführen, deren Brauchbarkeit bzw. Unbrauchbarkeit gerade bei Ölen dieser Natur wahrscheinlich besonders deutlich wird.) Die chromatographische Analyse hat vorerst nicht allzuviel Interesse, da es erstens grosse Schwierigkeiten begegnet, das in der Filtersäule zurückgehaltene Gut zu eluieren und zu merkanter Schichtenrennung zu veranlassen, denn aber zweitens auch zeitraubend und unzuverlässig ist, das Material aus der Filtersäule wieder quantitativ zu extrahieren.

Ueber die Sauberkeit einer Arbeitsmethode, wie hier der Vakuumdestillation, hat man eine gute Kontrolle, wenn man die Fraktionen nach Quantität und Qualität additiv zum Ausgangsöl zusammenfügt, soweit es sich um additive Eigenschaften bzw. Kennzahlen handelt. Die bequemste Kontrolle gestattet die Refraktion des Originalöles als Summe der anteiligen Refraktionswerte der einzelnen Siedeabschnitte. Die Genauigkeit, mit der hier die Herren Dipl. Ing. Theumert und Held bei der Bericht-Aufgabe gearbeitet haben, ist anerkennenswert.

| n_D -werte | Mo 56 I | Mo 56 II | Mo 57 | Mo 58 | Mo 59 | Mo 60 |
|------------------|---------|----------|---------|---------|--------|---------|
| Originalöl | 1.5248 | 1.5248 | 1.5317 | 1.5384 | 1.5462 | 1.5566 |
| Addit. Frakt. | 1.5236 | 1.5250 | 1.5312 | 1.5387 | 1.5462 | 1.5558 |
| n_D -Differenz | -0.0012 | +0.0002 | -0.0005 | -0.0007 | 0.0000 | -0.0008 |

Zur Beurteilung der Lösemittel-Analyse (und bei quantitativer Gestaltung der Chromatogramme) lässt sich ebenfalls das additive Verhalten dieser Kennzahlen heranziehen, bzw. die Formel zur sog. "Phasen-Analyse" (Welterdölkongress Paris 1937, Bd. II, 879) anwenden:

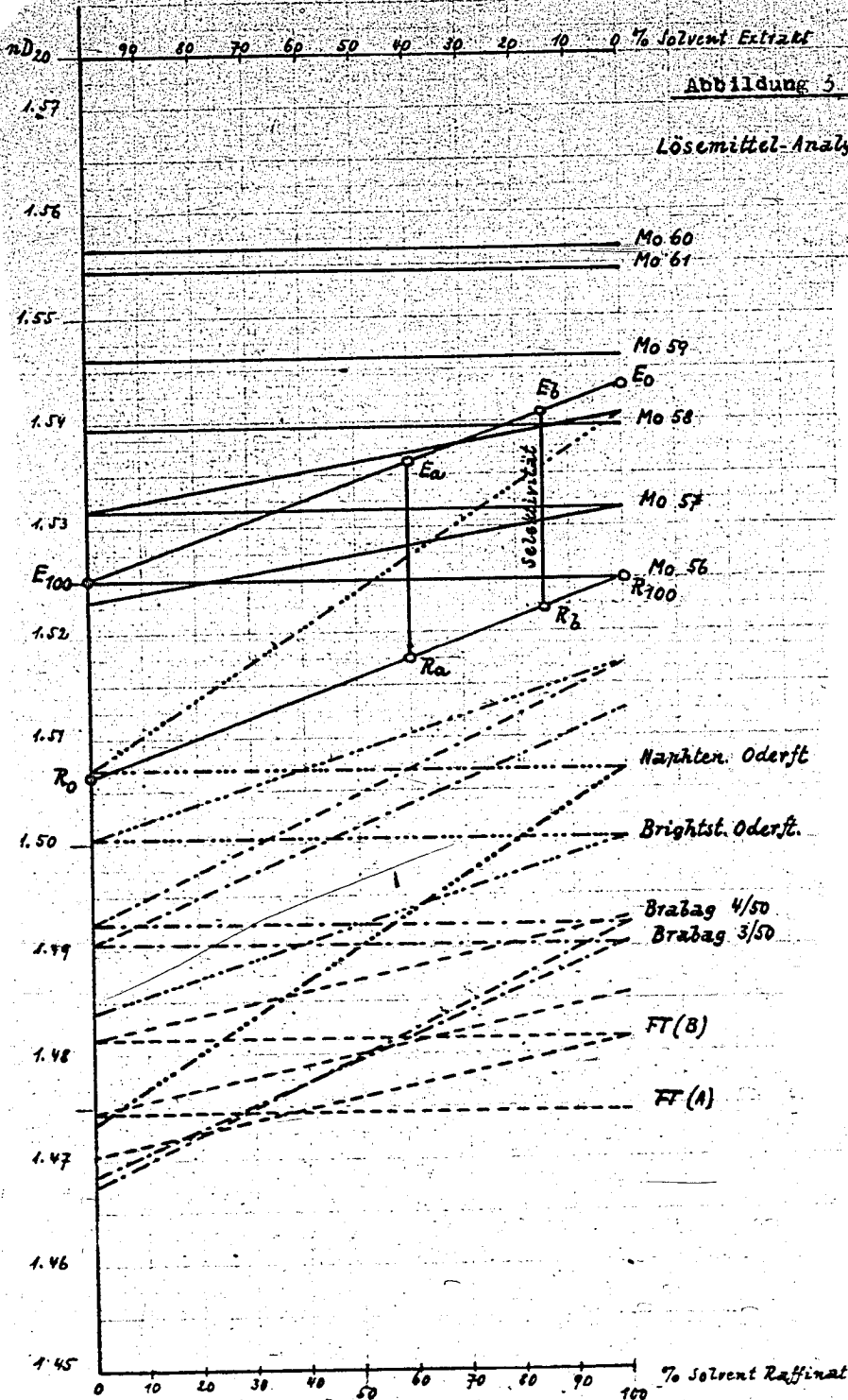
$$p = \frac{nE - nA}{nE - nR} \cdot 100$$

In dieser Formel bedeutet p = vH-Gehalt an Lösemittel-Raffinat, n = Refraktion von E = Lösemittel-Extrakt, A = Ausgangsöl und R = Lösemittel-Raffinat.

In der Berichterheit ist aber ein auffallendes Missergebnis festzustellen, was die Auswertung der Lösemittel-Analysen No 56 bis No 61 nach der "Additions-Methode" und der "Phasen-Analyse" betrifft:

| | Additions-Methode | Phasen-Analyse |
|--------------|--|--|
| <u>No 56</u> | Originalöl nD 1.5248 Addit. (Raff.+Extr.) 1.5247 Differenz -0.0001 | p gemessen 85,4% p gerechnet 85,1% Differenz -0,3% |
| <u>No 57</u> | Originalöl nD 1.5317 Addit. (Raff.+Extr.) 1.5317 Differenz 0.0000 | p gemessen 93,4% p gerechnet 94,3% Differenz +0,9% |
| <u>No 58</u> | Originalöl nD 1.5394 Addit. (Raff.+Extr.) 1.5393 Differenz -0.0001 | p gemessen 31,9% p gerechnet 40,0% Differenz +8,1% |
| <u>No 59</u> | Originalöl nD 1.5462 Addit. (Raff.+Extr.) 1.5462 Differenz 0.0000 | p gemessen 47,4% p gerechnet 44,5% Differenz -2,9% |
| <u>No 60</u> | Originalöl nD 1.5566 Addit. (Raff.+Extr.) 1.5563 Differenz -0.0003 | p gemessen 78,4% p gerechnet 68,7% Differenz -9,7% |
| <u>No 61</u> | Originalöl nD 1.5544 Addit. (Raff.+Extr.) 1.5539 Differenz -0.0005 | p gemessen 80,9% p gerechnet 74,3% Differenz -6,6% |

Trägt man in einem Diagramm - vgl. Abb. 3 - auf dem einen Schenkel die Refraktion nD auf und auf dem anderen in gegenläufigem Maasstab die vH-teile Lösemittel-Extrakt bzw. Lösemittelraffinat, so lässt sich hierbei das Verteilungsgesetz in allen Einzelheiten studieren. Das Ausgangsmaterial (Originalöl) ist in der zeichnerischen Darstellung aufzufassen als ein 100%iges Raffinat oder auch ein 100%iger Extrakt. Die nD-Differenz zwischen Extrakt (E) und Raffinat (R) ist zweifellos ein Charakteristikum, da sie die Zufälligkeit der Lieferwirkung des Lösungsmittels durch Behandlungsart, -dauer und -temperatur ausschaltet. Für ein bestimmtes Lösemittel (in den Versuchsfällen Aethenol und Aeton, sonst auch Anilin, Nitrobenzol, Kresol, Furfurol usw.) bezeichnet man die Differenz $\Delta nD = nD(E) - nD(R)$



H. J. J.
 9/1948

als die "Selektivität" desselben. Um den "Solvent-Bereich" (SB) festzustellen, ... eine neue Begriffsfassung des Berichterstaters ... ist es zeichnerisch nur notwendig, die einander parallelen Strahlen der möglichen und durch verschiedene Behandlungen intensität mit mehreren Versuchspunkten auch zu messenden n_D -werte Raffinat und Extrakt bis zum Schnitt mit den senkrechten Begrenzungen des Messblattes (also 0% Raffinat und 0% Extrakt) zu verlängern. Als "Bereich des Lösungsmittels", kurz "Solvent-Bereich" ist dann die Differenz der hypothetischen n_D -werte für 0% Extrakt (Punkt E_0 der Abb. 3) und 0% Raffinat (Punkt R_0) anzusehen. Da die Strahlen E_0-R_{100} und $E_{100}-R_0$ einander parallel laufen, also die Selektivität unabhängig von Behandlungsdauer, Temperatur, Lösemittelmenge usw., nur für das jeweilige Lösemittel typisch ist, indem die n_D -Differenzen E_0-R_{100} , $E_{100}-R_0$, schliesslich E_0-E_{100} oder $E_{100}-R_0$ einander gleich sind, so ergibt sich der Solvent-Bereich als das Doppel der Selektivität: $(SB) = 2(\Delta n_D)$.

Diese Überlegungen auf die Solvent-Behandlung der Rheinpreussen-Oele angewendet, zeigen bei Aceton-Extraktion eine ausserordentlich geringe "auswählende Löslichkeit", für Aethanol-Extraktion einen mittleren Effekt. Es ist nämlich:

| | Solvent-Selektivität Δn_D | n_D Original | Solventbereich (SB) |
|---------------|-----------------------------------|----------------|-----------------------|
| Mo 56 Alkohol | .0188 | 1.5258 | 1.5446-1.5070 = .0376 |
| Mo 57 " | .0089 | 1.5317 | 1.5406-1.5228 = .0178 |
| Mo 58 Aceton | .0010 | 1.5394 | 1.5404-1.5384 = .0020 |
| Mo 59 " | .0009 | 1.5462 | 1.5471-1.5453 = .0018 |
| Mo 60 " | .0032 | 1.5566 | 1.5598-1.5534 = .0064 |
| Mo 61 " | .0006 | 1.5544 | 1.5610-1.5478 = .0132 |

Um Missverständnissen vorzubeugen, muss natürlich gesagt werden, dass ein derart festgestellter n_D -Bereich durch Lösemittelbehandlung nur ein Charakteristikum dieser Behandlung ist und dass die Selektivität eben nur eine Stoffkonstante des jeweiligen Lösungsmittels und des jeweiligen Oeles darstellt. Durch Destillation wird ein Oel in völlig anderer Weise aufgeschlossen, und ein auf letztere Weise abgegrenzter Bereich von Kennzahlen liegt völlig anders, da bei Destillation eine Separierung der Kohlenwasserstofföle nach Molekulargrösse erfolgt, bei Solventbehandlung aber eine solche nach der chemischen Gruppen-Natur. Aus den im experimentellen Teil mitgeteilten Zahlen lässt sich z.B. der n_D -bereich der Kohlenwasserstoffe der durch Destillation erhalten wird, nicht ohne weiteres angeben, da die einzelnen Siedeschnitte quantitativ zu weit gewählt wurden. In Hinblick soll zweckmässig so verfahren werden, dass bei einer Vakuumdestillation die ersten drei oder vier übergehenden Tropfen abgetrennt werden, um die Refraktion der erstsiedenden Teile bestimmen zu können. Da in einem Schaubild die Kurven n_D - Destillatmenge einen mitunter unregelmässigen Verlauf nehmen, lässt sich zeichnerisch der n_D -bereich der Destillation von Oelen auch nicht näherungsweise angeben.

Erkenntnisse: Versuchsreihe B

Die Syntheseele Ruhrchemie nach Fischer-Tropsch, kurz FT-Öle, ordnen sich der Beziehung $d \cdot n_D$ völlig ein.

Zu den FT-Ölen 1200 und 3500 fehlen leider bis zum Zeitpunkt dieser Berichterstattung die Anilinpunkte der Originalöle und Fraktionen. Aus früheren Untersuchungen des Berichterstatters ergibt sich bei den FT-Ölen im Verhältnis $d \cdot n_D$ -AP-E/50 eine deutliche Abweichung gegenüber dem in Abb. 2a dargestellten Schema, was folgende Aufstellung erkennen lässt:

| FT-öl mit Visk. E/50 | d/20 | $n_D/20$ | Wp | m | Anilinpunkt gemessen | berechnet | AP Differenz |
|----------------------|-------|----------|------|------|----------------------|-----------|--------------|
| 5,22 | 0,849 | 1.4707 | 1.72 | 3.50 | 120°C | -128°C = | + 8°C |
| 5,55 | 0,852 | 1.4755 | 1,92 | 3.62 | 115°C | -127°C = | +12°C |
| 5,73 | 0,851 | 1.4750 | 1.83 | 3.55 | 116°C | -128°C = | +13°C |
| 10,70 | 0,855 | 1.4775 | 1.93 | 3.48 | 123°C | -136°C = | +13°C |
| 12,10 | 0,858 | 1.4790 | 1.94 | 3.46 | 122°C | -137°C = | +15°C |

Die n_D -Kontrolle der Vacuum-Destillation bestätigt exakte Arbeitsweise:

| n_D -Werte | FT 1200 | FT 3500 |
|-------------------|---------|---------|
| Originalöl | 1.4657 | 1.4759 |
| Addit. Fraktionen | 1.4651 | 1.4740 |
| n_D -Differenz | -0.0006 | +0.0001 |

Eine Lösemittel-Analyse leider Oele unterblieb im Hinblick auf frühere Erfahrungen, denen zufolge diese Oele in ihrer Struktur sehr einheitlich sind und mit Aceton geringe Extraktmengen geben. Der Extraktanfall ist sogar bei künstlich gealterten FT-Ölen, die als Paraffine bei Oxydation versäuern und verdicken, relativ gering, wie die nachfolgende Aufstellung zeigt. Bemerkenswert ist hierbei, dass mit der Versäuerung die Anilin-Löslichkeit erheblich zunimmt, der Anilinpunkt also entsprechend abnimmt, ähnlich der Faustregel, dass bei Fettsung von Kohlenwasserstoffölen je 1% Fettgehalt der AP um rund 1°C absinkt, weil fette Oele und Fettsäuren bekanntlich völlig Anilin-löslich sind.

Die folgende Zehlaufstellung zeigt die Aceton-Analyse zweier gealterter FT-Öle A und B:

| Öl | d/20 | $n_D/20$ | E/20 | E/50 | Wp | m | VZ | AP | Farbe |
|--------------|------|----------|------|------|------|------|-------|----|-------|
| A | .855 | 1.4745 | 29 | 5,7 | 1.99 | 3.66 | 1.39 | - | 5,5 |
| 89,5 % Raff. | .854 | - | 35 | 6,65 | 1.97 | 3.61 | - | - | 4,5 |
| 10,5 % Extr. | .877 | 1.4845 | 10 | 2,70 | - | 3.87 | - | - | 6,5 |
| B | .885 | 1.4816 | 120 | 17 | 2.05 | 3.47 | 8.92 | - | 8,8 |
| 81,0 % Raff. | .873 | 1.4799 | 132 | 18,5 | 1.97 | 3.40 | 5.67 | - | 8,7 |
| 19,0 % Extr. | .918 | 1.4904 | 250 | 27,0 | 2.51 | 3.55 | 13,40 | - | 10 |

Aus den weiteren Zahlen ist zu entnehmen, dass bei künstlicher Alterung (100 cem FT-Öle jeweils 24 Std. lang bei 130°C konst. mit 25 lit. Luft/h) von FT-Ölen Verdickung und Versäuerung und AP-abfall auftritt:

| Öl | d/20 | $n_D/20$ | E/20 | E/50 | Wp | m | VZ | AP | Farbe |
|----------|------|----------|------|------|------|------|------|-------|-------|
| C-frisch | .851 | 1.4750 | 27 | 5,73 | 1.85 | 3.55 | 0,18 | 116°C | 3,5 |
| C-alt | .864 | 1.4782 | 39 | 7,22 | 1.97 | 3.59 | 8,26 | 101°C | 8,3 |

| Oel | d/20 | nD/20 | E/20 | E/50 | Wp | m | VZ | AP | Farbe |
|----------|------|--------|------|-------|------|------|------|-----|-------|
| D-frisch | .852 | 1.4755 | 27 | 5,55 | 1.92 | 3.62 | | 115 | 3,4 |
| D-alt | .879 | 1.4788 | 71 | 10,90 | 2.14 | 3.61 | 14,2 | 91 | 5,7 |
| E-frisch | .856 | 1.4767 | 71 | 12,02 | 1.85 | 3.58 | | 125 | 3,8 |
| E-alt | .862 | 1.4813 | 221 | 26,00 | 2.20 | 3.49 | | 96 | 6,5 |
| F-frisch | .860 | 1.4775 | 113 | 17,40 | 1.85 | 3.52 | | 132 | 3,0 |
| F-alt | .880 | 1.4805 | 244 | 28,80 | 2.12 | 3.42 | 4,0 | 108 | 6,0 |

Erkenntnisse: Versuchsreihe C

Auch beim Brabag-Oel ZR-30 als einem Vertreter der Hochdruck-Schmieröl-Synthese ordnet sich die Beziehung n-D in das Schema der Abb. 1.

Das Verhältnis d, nD-AP-E/50 zeigt Abweichungen vom Schaubild 2b und zwar entgegengesetzt den Abweichungen von Oelen der Niederdruck-Synthese, Versuchsreihe B, was die folgende Aufstellung zeigt:

| Brabag ZR-30 | AP, gemessen | AP, gerechnet | AP-Differenz |
|--------------|--------------|---------------|--------------|
| 1. Fraktion | 84°C | 74°C | = -10°C |
| 2. Fraktion | 93°C | 87°C | = -6°C |
| 3. Fraktion | 99°C | 96°C | = -3°C |
| Rückstand | 109°C | 108°C | = -1°C |

Der Lösemittel-Analyse wurden zwei Brabag-Oele aus Handelslieferungen in den Viskositätsstufen 3 und 4°E/50 unterworfen, und zwar in frischem Zustand, sowie kurzzeitig und ohne Oxydation gealtert (24 h bei 120°C Trockenschrank). Das Ergebnis der Untersuchungen folgt anschliessend:

| Brabag | d/20 | nD/20 | E/20 | E/50 | Wp | m | VZ | Farbe | Menge |
|------------------|--------|-------|------|------|------|------|-----|---------|-------|
| 3/50 neu. 888 | 1.4905 | 12,2 | 2,92 | 2.41 | 4.04 | - | 2 | - | - |
| Acet. Raff. .885 | 1.4881 | 12,1 | 2,98 | 2.22 | 3.95 | - | 1,7 | 87,18 g | |
| Extr. - | 1.5094 | 16,1 | 3,15 | 3.63 | 4.35 | 0,65 | 8 | 12,78 g | |
| 3/50 alt. 888 | 1.4907 | 12,3 | 2,93 | 2.54 | 4.08 | 0,52 | 4 | - | - |
| Acet. Raff. .885 | 1.4884 | 11,1 | 2,92 | 2.00 | 3.85 | - | 3 | 87,59 g | |
| Extr. - | 1.5092 | 17,7 | 3,29 | 4.02 | 4.41 | - | 10 | 12,36 g | |
| 4/50 neu. 890 | 1.4923 | 20,0 | 3,95 | 2.62 | 4.04 | - | 3,5 | - | - |
| Acet. Raff. .889 | 1.4902 | 18,9 | 3,91 | 2.33 | 3.92 | - | 3 | 90,45 g | |
| Extr. - | 1.5144 | - | - | - | - | 0,88 | 8 | 9,54 g | |
| 4/50 alt. 892 | 1.4926 | 20,2 | 3,95 | 2.68 | 4.06 | - | 4,5 | - | - |
| Acet. Raff. .889 | 1.4901 | 19,2 | 4,02 | 2.34 | 3.92 | - | 4 | 88,17 g | |
| Extr. - | 1.5112 | 28,2 | 4,43 | 3.98 | 4.36 | - | 10 | 11,75 g | |

Die Selektivität des Acetons ist gegenüber Brabag 3/50 0,0223, gegenüber Brabag 4/50 0,0242, also immerhin deutlich. Das 24-stündige Erhitzen auf 120°C ist auf die beiden Brabag-Oele ohne tieferen Einfluss, während bekanntlich längere Sauerstoffbehandlung (oder natürliche Beanspruchung durch Schäumen in hydraulischen Systemen) Oele der Braunkohlenteer-Hydrierung grundlegend verändert, nämlich stark veräuert und verdickt.

Erkenntnisse: Versuchsreihe D

Bei den Produkten der Oderfurter Mineralölraffinerie AG, Mähr. Ostrau, interessiert zunächst der Effekt des SMP-Verfahrens und der Gegensatz zwischen dem naphthenischen und dem paraffinischen Oel, der in jeder Weise deutlich ist. Der Brightstock ist kein gefiltertes Rückstandöl, sondern entsammt dem schweren Rückstandöl und hat eine Propan-Entasphaltierung, eine Entparaffinierung und schliesslich ebenfalls die Kresol-Raffination nach dem Suida-Nobel-Pöll-Verfahren hinter sich, ist also ein wertvoller Zuschlag zum paraffinischen Oel zwecks Herstellung von Flugmotorenöl.

Mit der Beziehung d_{40}^{20} fügen sich die Oderfurter Oele erwartungsgemäss in das Schema der Abb. 1.

Die nach Abb. 2a errechneten Anilinpunkte zeigen nicht unerhebliche Abweichungen von den gemessenen Werten und zwar:

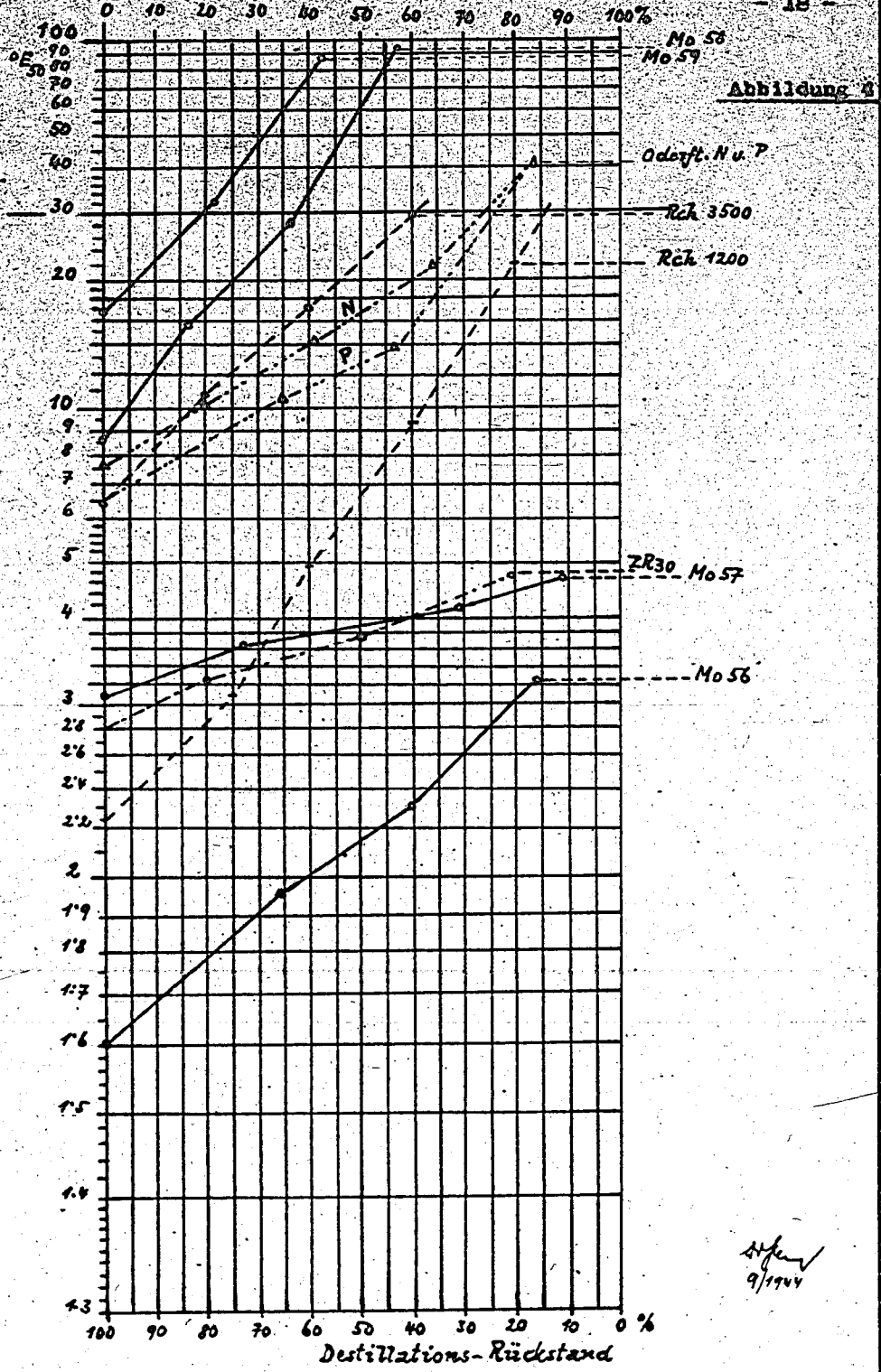
| | AP gemessen | AP gerechnet | AP-Differenz |
|-------------------------|-------------|--------------|--------------|
| Naphten. Oel, Original | 87 | 89 | + 2 |
| " Aceton-Raff. | 90 | 95 | + 5 |
| " Aceton-Extr. | 55 | 63 | + 8 |
| " 1. Fraktion | 85 | 75 | - 10 |
| " 2. " | 87 | 87 | 0 |
| " 3. " | 87 | 91 | + 4 |
| " 4. " | 91 | 97 | + 6 |
| " Rückstand | 90 | 101 | + 11 |
| Paraffin. Oel, Original | 103 | 112 | + 9 |
| " 1. Fraktion | 100 | 96 | - 4 |
| " 2. " | 104 | 109 | + 5 |
| " 3. " | 108 | 115 | + 7 |
| " Rückstand | 114 | 126 | + 12 |
| Brightstock, Original | 115 | 126 | + 11 |
| " 1. Frakt. | 108 | 116 | + 8 |
| " 2. " | 110 | 123 | + 13 |
| " 3. " | 115 | 123 | + 8 |

Die Selektivität des Acetone für naphthenisches Oel Oderfurt mit d_{40}^{20} 0,0355 ist sehr hoch, die für den Brightstock mit 0,0170 immerhin ausgeprägt.

Nachwort. In einer Besprechung der Herren Dr. Hagemann und Dr. K. O. Müller von OKH, Wa Prüf. 6, mit dem Berichtersteller kam zum Ausdruck, dass es zur Beurteilung der Schmierleistung von Wehrmacht-Motoren- und Getriebeölen von Interesse sei, jeweils den Brightstock-Anteil von 50% d_{40}^{20} mengenmässig und gütemässig zu erfassen. Aus dem Destillationsbild von Oelen dieser Art kann dies nicht ohne weiteres abgelesen werden; am zweckmässigsten erscheint in diesem Zusammenhange ein Vorschlag von Dipl. Ing. Pany, der folgenden Weg empfiehlt: von jedem zu untersuchenden Bestandsteilöl oder Oelgemisch wird eine Vakuum-Destillation probeweise durchgeführt und von den Fraktionen werden die üblichen Kennzahlen genommen. Daraufhin besitzt man vgl. Abb. 4 ein Diagramm, welches auf dem einen Sahenkal in doppelt-logarithmischen verjüngtem Massstab die Zähigkeit d_{40}^{20} trägt, auf dem anderen in gegenläufigem Massstab die Vol. % an Destillat. Destillations-Rückstand. In dieses Massblatt trägt man zunächst bei jedem Oel die Visk. d_{40}^{20} des Destillations-Rückstandes ein. Daraufhin berechnet man mithilfe des Ubbelohde-Walther'schen Massblattes vgl. Abb. 5a und 5b .. die Misch-Viskosität des Destillations-Rückstandes mit der vorangegangenen Fraktion, und schreitet derart fort, dass man rechnerisch immer wieder eine vorangegangene Fraktion zwecks Feststellung der Misch-Viskosität hinzufügt, bis man schliess-

07365

Destillat



Handwritten signature and date: 9/1944

07365

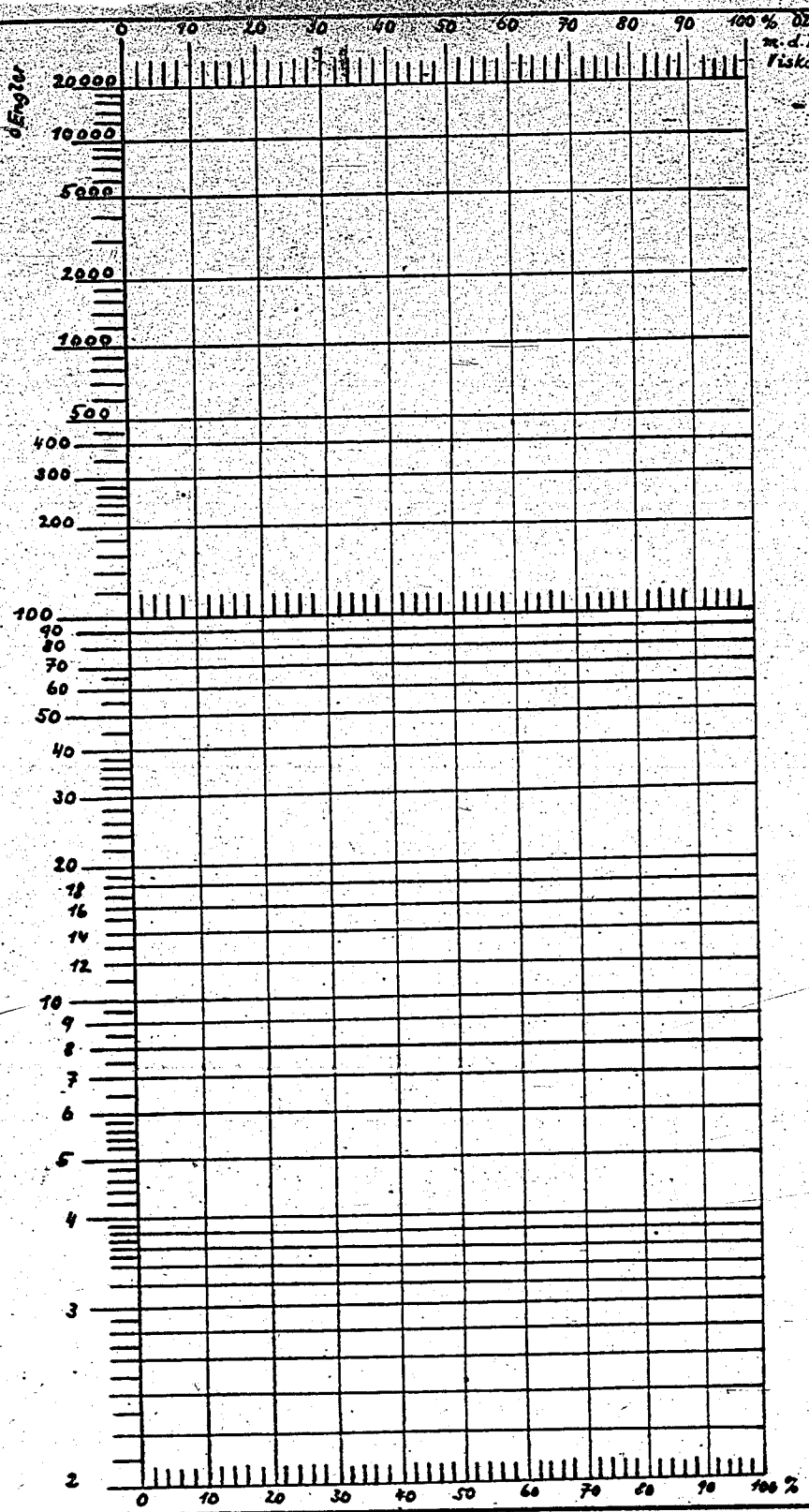


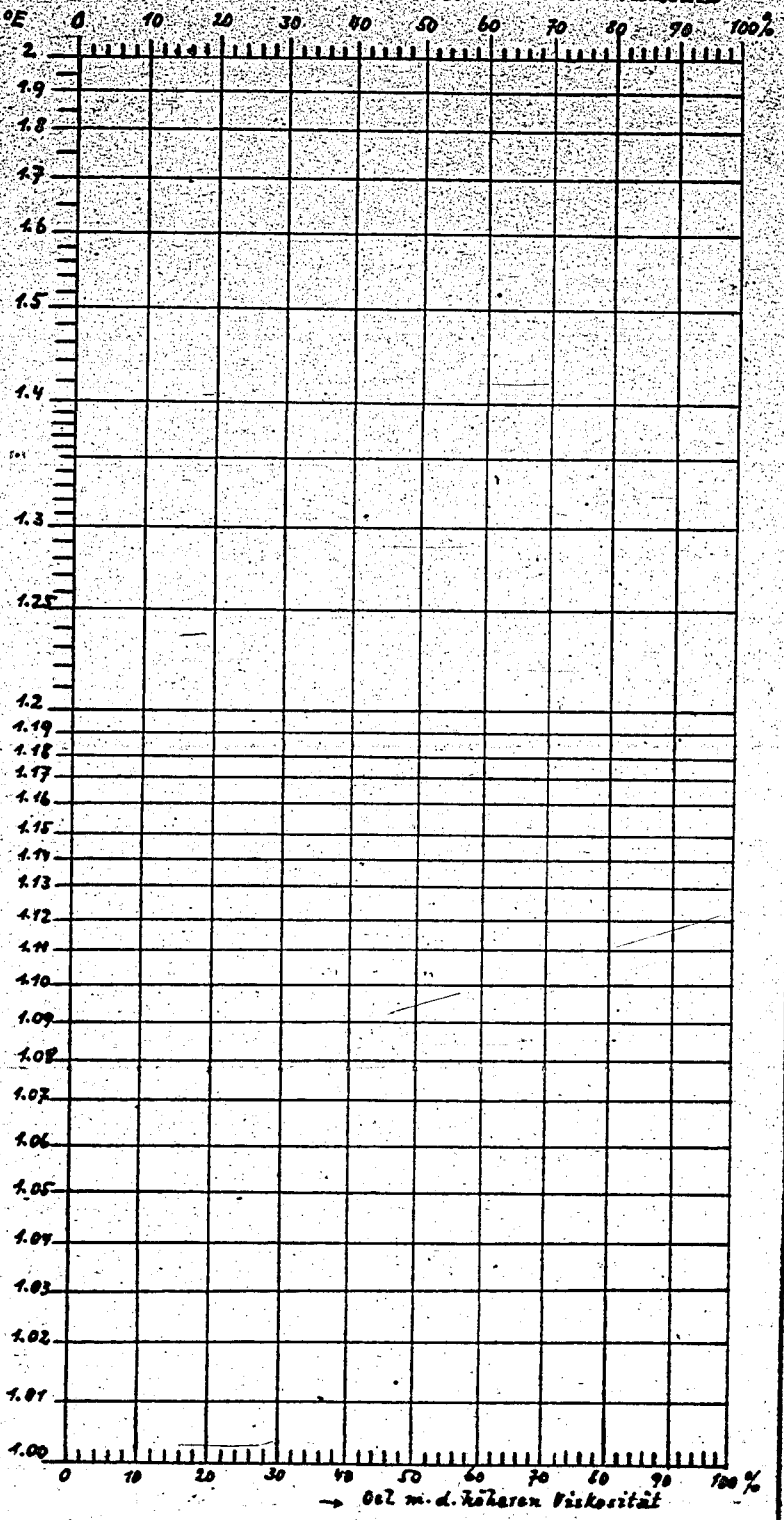
Abbildung 5a
Oelmischungen (u. Ueberzüge u. Lacken)

- 18 -

→ Öl m. d. höheren Viskosität

Abb. 5b

Ölmischungen (n. Zählzohde v. Ozther)



→ Öl m. d. höheren Viskosität

lich bei richtiger Arbeits- und Berechnungsweise ohne nennenswerte Abweichungen zur Zähflüssigkeit des Ausgangsmaterials gelangt. Trägt man die errechneten Misch-Viskositätswerte in das Schaubild Abb. 4 ein, so kann man dann auf sehr einfache Weise im Schnitt mit der Viskositätsstufe 30°E/50 ablesen, welche Menge bei einem Öl bei Gleichhaltung des Vakuums abdestilliert werden muss, um einen Rückstand der Destillation mit eben 30°E/50°C zu erhalten.

Auf die Berichterheit einstweilen angewendet, ergibt sich folgendes Bild:

Rü .. bedeutet Rückstandöl, die römischen Zahlen IV, III, II, I die Fraktionen; die Tabellenwerte sind die °E/50 Mischungs-Viskosität, wobei bei der Schlussabmischung gegenüber dem Originalöl die errechnete Mischviskosität gegenüber der Viskosität des Originalöles angegeben wird.

| | Rü | Rü+IV | (Rü+IV)+III | (Rü+IV)+III +II | (Rü+IV)+III +II)+I | Menge Bright- stock 30°E/50 |
|-----------|------|-------|-------------|--------------------|-------------------------------|--------------------------------------|
| Mo 56 ... | 3,25 | | 2,30 | 1,95 | 1,60 gerechn. 1,57 gemess. | - |
| Mo 57 ... | 4,67 | | 4,15 | 3,65 | 3,08 rechn. 3,11 gem. | - |
| Mo 58 ... | 95 | | 28 | 15,5 | 8,50 rechn. 9,45 gem. | 62% |
| Mo 59 ... | 88 | | -- | 32 | 16,90 rechn. 16,40 gem. | 80% |
| Mo 60 ... | -- | | -- | -- | 98,50 gem. | 100% |
| Mo 61 ... | -- | | -- | -- | 157,00 gem. | 100% |
| FT 1200.. | 22,2 | 9,3 | 4,9 | 3,08 | 2,24 rechn. 2,38 gem. | 14% |
| FT 3500.. | 29,5 | -- | 17 | 10,08 | 6,40 rechn. 7,00 gem. | 59% |
| ZH-30 ... | 4,75 | | 3,75 | 3,24 | 2,02 rechn. 2,79 gem. | - |
| Oderft. N | 41 | 22 | 14,3 | 10,3 | 7,60 rechn. 7,60 gem. | 27% |
| Oderft. P | 40,1 | -- | 14,8 | 10,7 | 6,50 rechn. 6,65 gem. | 24% |
| Brightst. | -- | -- | -- | -- | 35,28 gem. | 100% |

Ausblick. Die im Nachwort dargestellte Schätzmethode soll auf weitere Versuche der Vakuum-Destillation von fertigen Wehrmachtölen Anwendung finden, um deren wertvollen Brightstock-Anteil mengen- und gütemässig zu erfassen. Als Brightstock sind bei vorliegenden Vergleichen die Destillations-Rückstandöle mit 30°E/50°C anzusehen.