

A k t e n n o t i eÜber das Prinzip der Schmieröl - Mischpolymerisation

Das Prinzip der Mischpolymerisationsverfahrens besteht in der gemeinsamen Reaktion natürlicher und synthetischer Schmieröl - KV. Als Ausgangsmaterialien dienen einerseits die Schmierölfractionen der Erdöle und andererseits, die synthetischen Polymerisate des Äthylens bzw. die der Paraffinackprodukte. Wichtig für das Gelingen der Reaktion ist, einmal eine praktisch vollständige Entfernung der Asphalte, Harze und Paraffine aus der natürlichen Schmierölfraction und zum anderen, die Verwendung der synthetischen Polymerisate in unmittelbaren aluminiumchloridhaltigen Entstehungs-Zustand. Die Schmierölfraction, welche mittels einer Vacuum - Destillation aus dem Erdöl herausgeschnitten wird, erfährt normalerweise den folgenden Aufarbeitungsgang:

- 1). Die rohe Schmierölfraction wird mit Hilfe von flüssigen Propan entsphaltet und entharzt.
- 2). Die so vorgereinigte Schmierölfraction wird entparaffiniert mit Hilfe der bekannten Lösungsmittel - Verfahren: Propan, Benzol - Aceton oder Äthylenchlorid.
- 3). Die so von Asphalten, Harzen und Paraffinen befreite Schmierölfraction wird mit Hilfe eines selektiv wirkenden Lösungsmittels wie z.B. Phenol oder Yurfurol extrahiert. Hierbei sollen olefinische und aromatische KV. herausgenommen werden, da diese aber ihrerseits als Lösungsmittel für naphthenische und paraffinische KV. wirken, so wird ein Extrakt erhalten, indem alle vier KV - Arten enthalten sind. Die Menge des Extraktes richtet sich nach der gewünschten Qualität des Endproduktes und nach der chemischen Zusammensetzung des angewandten Erdöles. Für die deutschen paraffinischen Schmieröle beträgt die Extraktionsmenge wenn man auf Autoöle arbeitet etwa 10 - 20 % und wenn man auf Flugmotorenöle arbeitet 30 - 40 % der angewandten nach 1) und 2) vorbehandelten Schmierölfraction.

Bei dem Verfahren der Mischpolymerisation fällt der Arbeitsgang 3, die Extraktion fort. Will man jetzt ein Flugmotorenöl herstellen, so verbleiben die genannten 30 - 40 % Extrakt-KV in der nach 1) und 2) vorbehandelten Schmierölfraction. Diese wird auf etwa 100 - 120° erwärmt und nun in einem drucklosen Rührkessel zusammengebracht mit dem unmittelbar aus dem Reaktionsautoklaven mit der gleichen Temperatur austretenden $AlCl_3$ - haltigen Äthylenkohpolymerisat. Beide Produkte werden ca. 3 - 4 Stunden bei der angegebenen Temperatur miteinander verrührt.

Dabei treten die Olefine und die aromatischen KW. der natürlichen Schmierölfraktion unter dem Einfluß des Aluminiumchlorids in Reaktion mit den Polymerisaten des Äthylens. Das erhaltene Mischpolymerisat wird dann in der gleichen Weise aufgearbeitet wie sonst das reine Äthylenpolymerisat. Das anzuwendende Gewichtsverhältnis der natürlichen Schmieröl - KW. zu Äthylenpolymerisat beträgt 1 : 1 bei der Herstellung von Flugmotorenölen und 2 : 1 bzw. 3 : 1 wenn man Autoöle herstellen will. Motorisch zeigt ein Flugmotorenöl - Mischpolymerisat gegenüber einer physikalischen Mischung aus gleichen Teilen von fertigem Äthylenpolymerisat SS 906 und einem in der üblichen Weise mittels Extraktion gereinigten Mineral - Schmieröles den folgenden Vorteil:

SS 906 + Schmierölraffinat	1 : 1	13 Stunden Laufzeit
Mischpolymerisat	1 : 1	18,5 " "

Das Mischpolymerisationsverfahren bringt also nicht nur eine bessere Ausnutzung der natürlichen Schmierölbasis, sondern auch noch ein qualitatives höherwertiges Endprodukt.

Geheim!

07465

1. Dies ist ein Staatsgeheimnis im Sinne des § 83 RStGB.
2. Weitergehende Aufschlüsse, bei Postbeförderung als „Einsätze“.
3. Aufbewahrung unter Verantwortung des Empfängers unter gesichertem Verschluss.

3.12.42
Dr. Fr/Bt.

56

**Aktennotiz über eine Besprechung am 20.11.42
in Ludwigshafen betr. Herstellung von Flugöl.**

Anwesend: Dr. Eisenhut
Dr. Fehrenbach
Dr. Freuge

In der Besprechung sollte geklärt werden, welche Ausbeuten für die Kostenschätzung zur Herstellung von

10 000 tasto Flugöl aus rumänischer Pacura

nach Vergleich mit ähnlichen Ölen schätzungsweise zu Grunde gelegt werden können.

Zunächst gab Dr. Fehrenbach die Anforderungen an Flugöl bekannt, wie sie ihm von Dr. Fünies (Wintershall) als Forderungen des Reichsamtes mitgeteilt wurden:

d 20	0,987	<i>Anteil 0,897</i>
E 20	125 °	
E 50	18,0	
E 100	2,68-3,0°	
Flammpunkt	260 °	
Brennpunkt	300 °	
H.Z.	0,06	
Verdampfung	2,5 %	
V.Z.	0,16	
Richtungsfaktor	3,55	
Polhöhe	2,04	
Conradsontest	0,35	
Stockpunkt	- 17 °	

Die Anarbeitung der rumänischen Pacura war von Labor Hochdruck schon im Dezember 1941 (vergl. Bericht vom 16. Januar 1942) zur Herstellung von Maschinöl durchgeführt worden. Dabei wurde die Pacura destilliert, zerlegt in Gasöl, Spindelöl, Maschinöl und Vacuumrückstand. Der Vacuumrückstand (19,1 % von Rohöl) wurde mit Propan zur Entfernung von Asphalt (5,2%) und Harz (1,9%) raffiniert und anschließend entparaffiniert (entparaffiniertes Öl 7,1%, Paraffingehalt 4,9%).

Eigenschaften des entparaffinierten Öles:

d 20	0,928
Flammpunkt	298 °
Stockpunkt	- 16 °
Conradsontest	1,7

7564

E 50	62
E 70	18,5
E 99	5,2
V.I.	66

Für die zur Herstellung von Flugöl notwendige Phenolextraktion liegen s.Zt. noch keine Versuche vor. Die Ausbeutesahlen, die der Phenolextraktion in dem anliegenden Schema zu Grunde gelegt wurden, sind Schätzungswerte aus einem Vergleich mit Nienhägerener und Zisterdorfer Öl.

Bemerkungen zum anliegenden Aufarbeitungsschema:

1) Entasphaltierung:

Die Entasphaltierung wurde in den Laborversuchen mit 700% Frischpropan bei 40 ° Fällung und Wäsche durchgeführt. Die Harzfällung und Wäsche fanden bei 65 ° unter Zusatz von weiteren 100 % Propan in der Harzwäsche statt.

2) Phenolextraktion:

a) Vacuumrückstand:

Die Phenolextraktion soll bei einer Temperatur, die 20 ° unter dem Phenolpunkt liegt, unter Zusatz von 300-500 % Phenol stattfinden. Ausserdem soll mit 1,5 % Wasserzusatze gearbeitet werden. Für die Herstellung von Flugöl empfiehlt es sich ferner, die Abtreibung des Phenols ^{im Vacuum} vorzunehmen.

b) Maschinenöl:

Das Maschinenöl wird ebenfalls bei einer Temperatur, die 20 ° unter dem Phenollösungspunkt liegt, mit etwa 200-300 % Phenol behandelt. 1,5% Wasserzusatze, Vacuum auf der Raffinatseite.

Das fertige Flugöl hat folgende Eigenschaften:

d 20	0,885	- 0,487
E 99	3,1	
V.I.	100	
Conradsontest	0,35	

Wenn nicht auf Flugöl, sondern auf hochwertiges Maschinenöl (V.I. etwa 80) gearbeitet werden soll, kann man in der Extraktionsstufe mit ca. 75-80% Ausbeute rechnen.

Es wird hier noch darauf hingewiesen, dass die Ausbeuten an Flugöl, bezogen auf Rohöl, bei der hier zu Grunde gelegten Pacura aus Gura Camitei Rohöl wesentlich geringer sind als bei der Herstellung von Flugöl beispielsweise aus Zisterdorfer oder Nienhäger Öl.

Für die Phenolextraktion in Propanlösung liegen bisher nur orientierende Versuche vor, die jedoch deutlich erkennen lassen, dass

07467

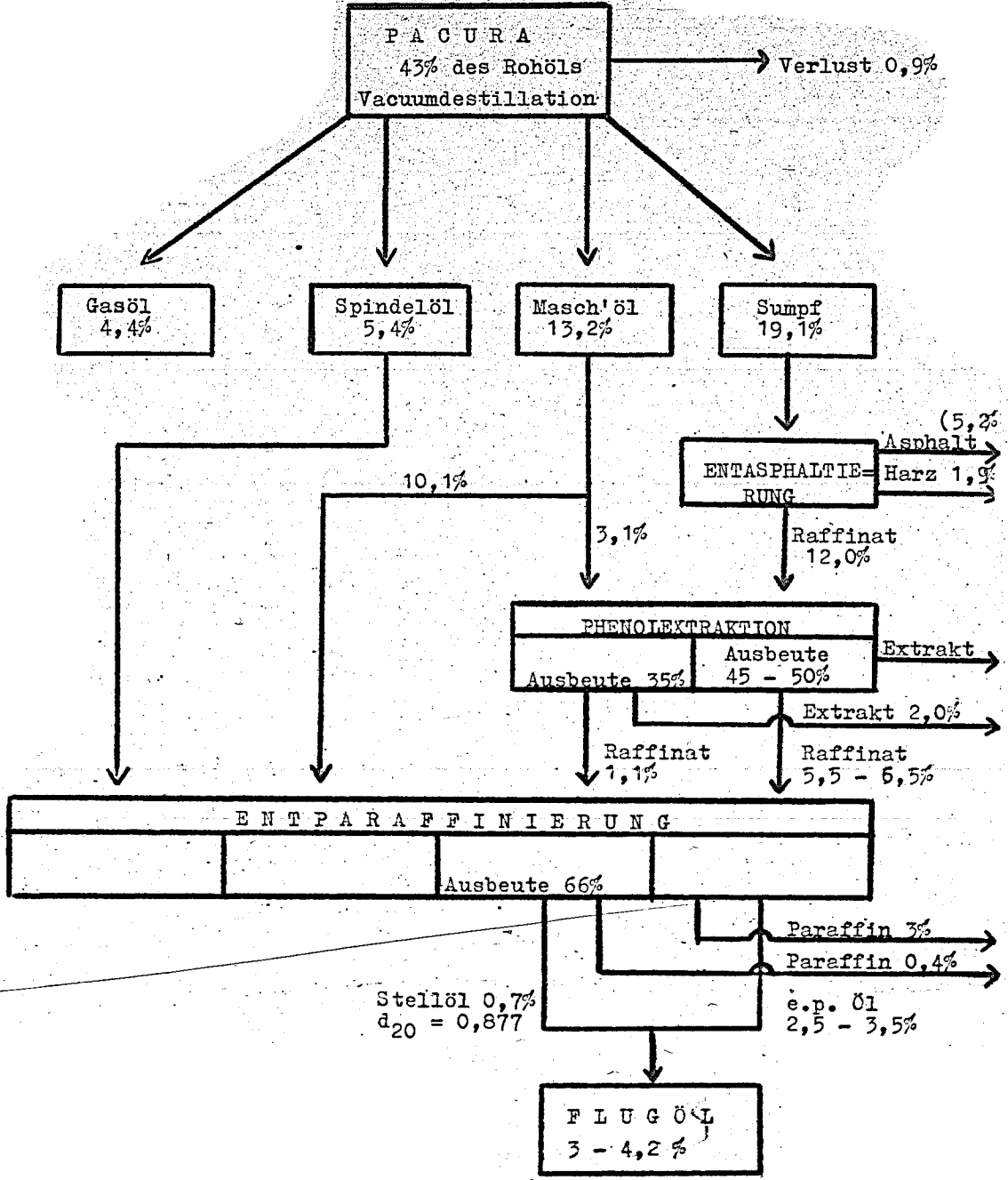
- 3 -

der Conradsontest beim Arbeiten in Propanlösung wesentlich niedriger ist als bei Phenolextraktion ohne Propan. Auch die Ausbeuten an fertigem Flugöl können bei geeigneter Arbeitsweise um 10-20% höher liegen.

gez. Treuge

Anlage:

Schema



Ausbeuten

Daß die Mischpolymerisation eine bessere Ausnützung des Mineralöls erlaubt, ergibt sich aus einem Vergleich zweier Verfahren, in denen

- A.) 100 000 Jato ostmärkisches Öl auf Verdünnungskomponente verarbeitet werden, welche 1 : 1 mit SS 906 vermischt werden, zu deren Erzeugung 30 000 Jato Aethylen erforderlich sind.
 - B.) 100 000 Jato desselben Ausgangsöles auf Mischpolymerisationskomponente verarbeitet werden, welche mit Roh-SS-Öl aus ebenfalls 30 000 Jato Aethylen im Verhältnis 40 Teile SS 906 : 60 Teile Mineralöl umzusetzen sind, wobei sogar etwas SS-Öl überschüssig bleibt.
- Die Zahlen zu diesem Vergleich stammen aus Versuchen, die im Maßstab von 200 kg im Versuchsbetrieb und von 4000 kg im SS-Ölbetrieb durchgeführt wurden. Die beiden Verfahren sind im Fließschema 2 gegenübergestellt. Es ergibt sich folgendes:

Aus 100 000 Jato Rohöl sind im Flugmotorenöl enthalten

A	22 720 t	Verdünnungskomponente x)
B	27 870 t	Mineralölkomponente

nach B werden also 5 150 t = 22,6% mehr Mineralöl im Endprodukt erhalten.

An Flugmotorenöl insgesamt werden erhalten nach

A	45 440 t	Fertig-Flugmotorenöl x)
B	49 760 t	Fertig-Flugmotorenöl + 820 t SS 906

Werden die nach B zusätzlich erhaltenen 820 t SS 906 mit weiterem Mineralöl nach demselben Verfahren verarbeitet, sind nach

B	51 600 t	Flugmotorenöl gewinnbar,
---	----------	--------------------------

d.h. um 6 160 t = 12 % mehr als nach A.

Die aus der Verarbeitung von 100 000 Jato Erdöl erhaltliche Mischpolymerisationskomponente würde somit gerade ausreichen, um das in der SS-Öl-Anlage Heydebreck I erzeugte SS-Öl auf Mischpolymerisat zu verarbeiten.

Ein technischer Vorteil des Verfahrens besteht darin, daß es an wechselnde Viskositäten im SS-Öl und im Mineralöl sehr anpassungsfähig ist durch Wahl eines anderen Mengenverhältnisses. Dem Fall 1 : 1,5 sei der andere Extremfall, nämlich 1 : 1 gegenübergestellt, Fließschema II, C, bei dem die aus 100 000 Jato Erdöl erhaltliche Menge Flugmotorenöl auf 60 970 Jato steigt.

Öl-Analyse

Die zu den genannten Versuchen benützte Mineralölfraction entstammte ostmärkischem Rohöl, Vacuumfraction 1, 2, 3. 2 und 3 waren mit Propan entharzt, die Mischung 1 - 3 sodann mit Aethylenchlorid entparaffiniert. Wie der Verkokungstest zeigt, ist nur sehr wenig Asphalt entfernt worden. Bei Extraktion von 6% durch Phenol ist mit noch besseren Werten und besserer Verarbeitung zu rechnen

x) ~~XXXXXXXX~~ Bei Extraktion von 35 % anstelle von 25 % werden die Ausbeuten an Verdünnungskomponente entsprechend kleiner.

	Dichte	E ₅₀	E ₉₉	VJ	Flp.	Stp.	Verkok.
Minöl-Mischpolymerisationskomponente	0,915	7,93	1,83	55	220	- 18	1,09
SS 970 r (Rotring)	0,874	18,50	3,11	106	230	- 30	0,20
Mischpolymerisat	0,878	18,45	3,08	105	220	- 28	0,18

Das durch Mischpolymerisation erhaltene Öl ist somit in seinen analytischen Daten dem z.Z. benutzten Rotring (SS 970 r) in jeder Richtung gleichwertig, trotz der schlechten Daten des Ausgangsöles.

Motorische Eignung:

Im Technischen Prüfstand Oppau sind bereits eine ganze Reihe Prüfläufe im BMW-Einzylinder gefahren, mit folgendem Ergebnis:

Laufzeit mit Rotring D (Eichöl)	7	Stunden
SS 970 r	12,15	Stunden
Mischpolymerisat MP r	15	Stunden.

Zusammenfassung.

Bei der Verarbeitung von 100 000 t ostmärkischem Rohöl erhält man je nachdem, ob dieses Rohöl auf Verdünnungskomponente oder auf Mischpolymerisationskomponente verarbeitet wird, die folgenden Mengen an fertigen Flugmotorenölen:

Mischungsverhältnis Minöl : SS 906	A		B	
	Physikalische Mischung t	Mischpolymeri- sation t	Mehrerzeugung durch Mischpolymerisate t	%
50 : 50	45 440	60 970	15 530	34 %
60 : 40	37 900	49 760	11 960	32 %

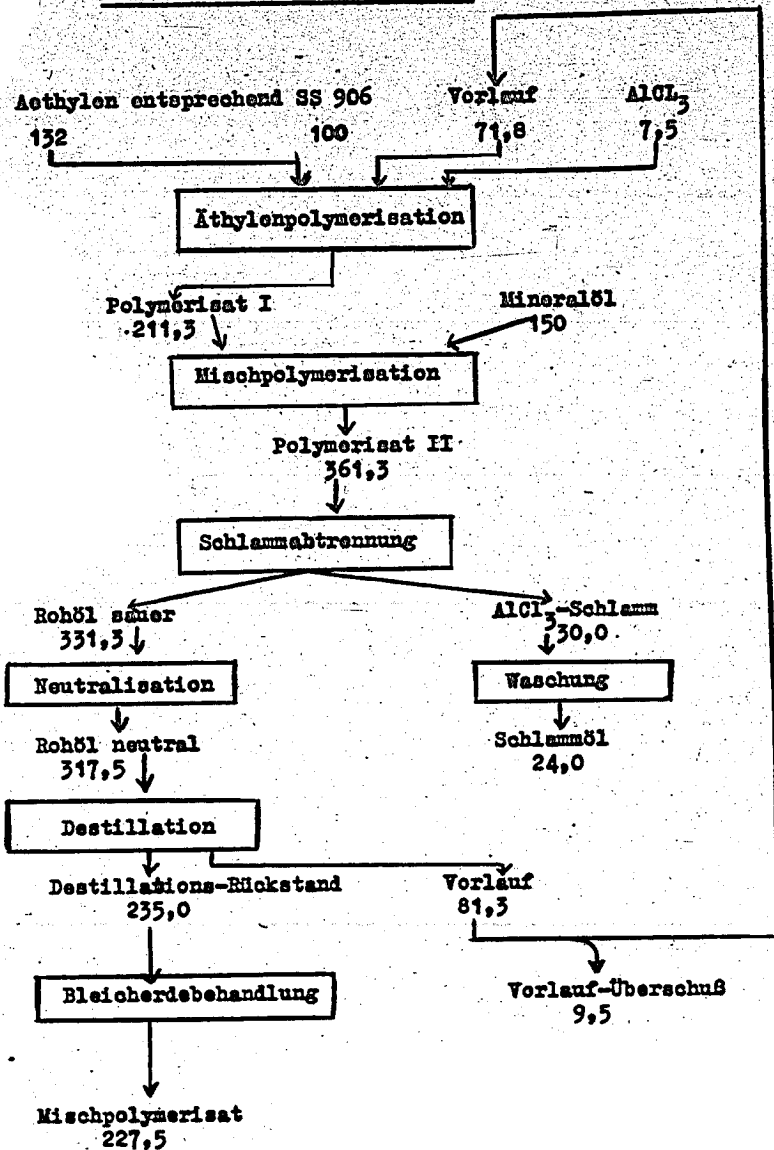
Für die in dieser Tabelle angegebenen Produktionswerte sind die folgenden Ausgangsmaterial-Mengen erforderlich:

Minöl : SS 906	A		B	
	Verdünnungs- komponente	SS 906	Mischpolymerisa- tionskomponente	SS 906
50 : 50	22 720	22 720	32 780	32 780
60 : 40	22 720	15 180	32 780	21 900

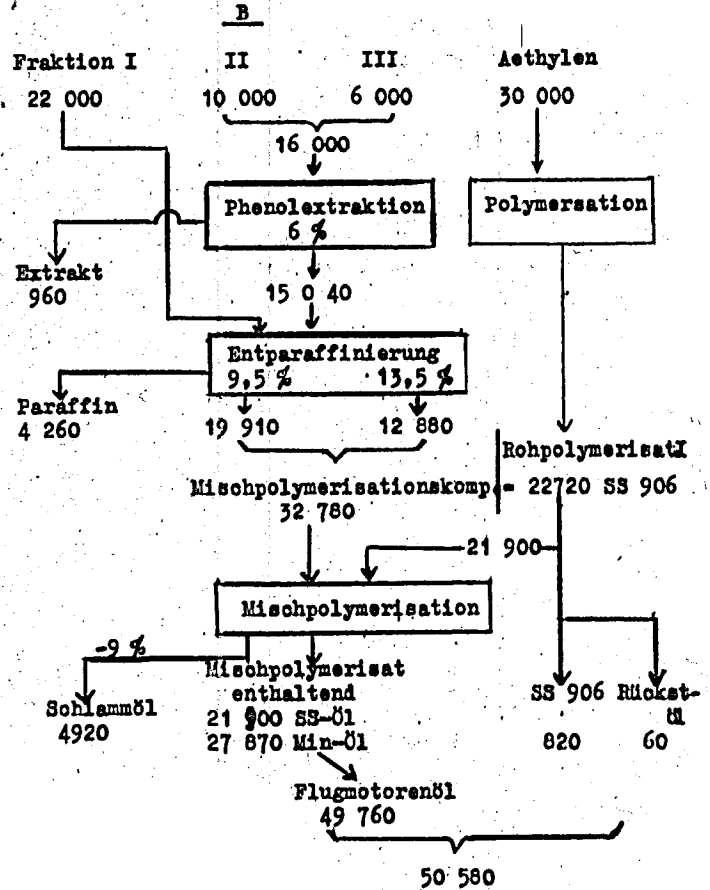
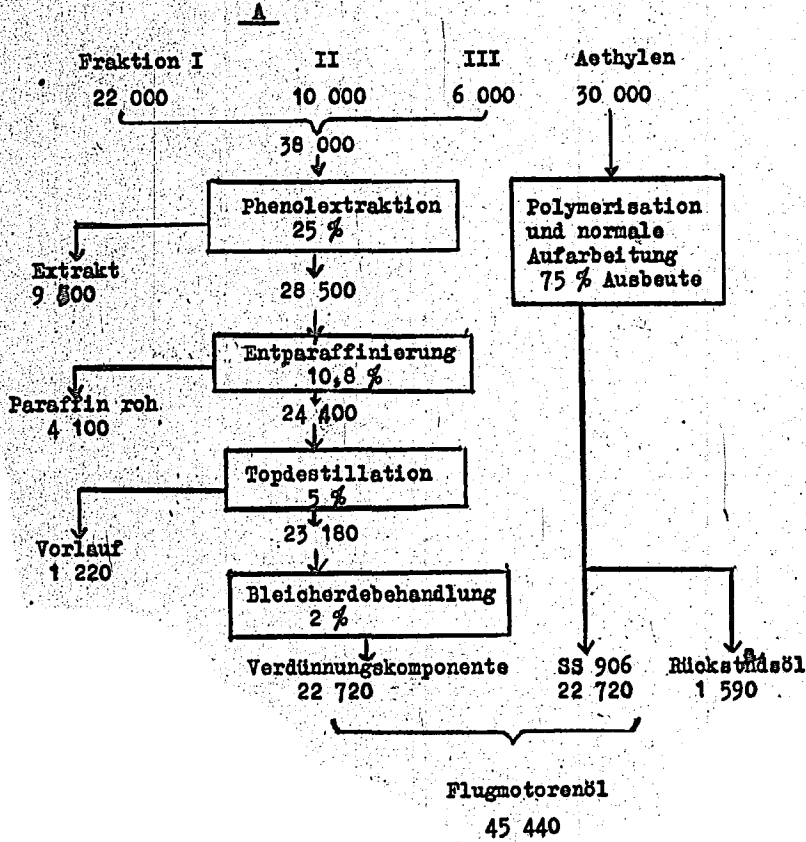
Man erhält also bei dem Mischpolymerisationsverfahren Fertig-Flugmotorenöle, die, sowohl hinsichtlich ihrer Qualität wie auch in bezug auf die mengenmäßige Ausbeute einen Fortschritt darstellen gegenüber den nach den bisherigen Verfahren erhaltenen Produkten. Ferner zeigen die beiden obigen Tabellen, daß ganz unabhängig von dem Mischungsverhältnis stets das Mischpolymerisationsverfahren eine Mehrerzeugung an Fertig-Flugmotorenölen von etwa 30 % ergibt.

M. Meyer
H. K.

Fließschema 1



Fließschema 2



07473

Fließschema 2

C

