

B

Chemische Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten
Abt. KL. - OL/Schf.
38/7/i

am 6. Juli 1938. 001904

VERTRAULICH I

700624

Herrn Prof. Martin,
Herrn Dr. Hagemann,
Herrn Dir. Alberts.

Vorläufiger Bericht über die Nachbehandlung des synthetischen Öles mit Grünschl.

I. Einleitung.

b Bei unseren Arbeiten über die Nachbehandlung der synthetischen Öle hat sich zunächst $AlCl_3$ als ein geeignetes Mittel ergeben, die thermische Stabilität und Sauerstoffbeständigkeit unserer Produkte in dem erforderlichen Ausmass zu verbessern. Diese Verbesserung kann entweder dadurch erreicht werden, dass man direkt anschließend an die normale Synthese deren Temperatur bis etwa 180° steigert, oder dadurch, dass man das in üblicher Weise bei mittleren Temperaturen hergestellte Öl unmittelbar nachträglich mit $AlCl_3$ beim Nachbehandeln. Durch diese Fortführung der Polymerisation verbessern sich unserer den obigen Faktoren Polhöhe und Flammpunkt, auch die Sedimentzahl kann je nach den gewählten Bedingungen durch einen leichten Eingriff in die Substanz mehr oder weniger von 100 bis etwa 5 gesenkt werden. Die Methode hat also eine mehr weitgestreckte Wirkungsbreite, bringt aber grosse Verluste mit sich, sodass auch andere Mittel gesucht werden mussten.

Als ein solches Mittel erwies sich bei der Fällung zahlreicher Substanzen das Grünschl.

Der nachfolgende Bericht bringt eine Zusammenfassung der in dieser Richtung durchgeführten Versuche. Er soll nur ein Bild über den derzeitigen Stand der Arbeiten geben. Nach Abschluss der Arbeit wird ein definitiver Vergleich über die Wirkung der beiden Substanzen, $AlCl_3$ und Grünschl., folgen.

Während früher die Bewertung der erzielten Fortschritte nur durch die Bestimmung der thermischen Stabilität nach der

Blockmethode (3 stündiges Erhitzen im Al Block auf 115°C) ange-
fertigte dient uns neuerdings der Sauerstofftest 140° als Maß-
stab. Diese Methode entwickelten wir aus der Messung der Er-
wärmung, die auftritt, wenn man ein Öl mit some. Schwefeläthyl-
vermischt; sie bietet den Vorteil, sehr empfindlich zu sein und
bessere Rückschlüsse auf das Verhalten des Öles im praktischen
Motorenbetrieb zu ermöglichen als die Blockmethode. In einem be-
sonderen Bericht werden wir demnächst die Einzelheiten dieses
Testes darlegen.

Die Prüfung erfolgt in der Weise, dass die Erwärmung be-
obachtet wird, die auftritt, wenn man das 140° heisse Öl mit
15 l/h heissem Sauerstoff behandelt. Es ergeben sich dann cha-
rakteristische Temperaturkurven, deren Form an dem beigefügtem
Kurvenblatt 1) zu ersehen ist. Während unsere Betriebsöle mit
dem Sauerstoff stark reagieren und sich in der Zuführung über-
steigern, sind einige typische Mineralöle gegen O_2 reaktion-
sträger; die Temperaturerhöhung erfolgt hier langsam und in einem
gleichmäßiger. Wie Anlage 2) erkennen lässt, verlangsamt sich,
sogar, in Gegensatz zu den synthetischen Ölen, dieser Anstieg
z.B. bei Shell 2 x und Valvoline von Stunde zu Stunde. An sich
ist dieser stündliche Betrag nicht unerheblich - etwa 5°C fal-
lend auf $2,5^{\circ}\text{C}$. Es ist uns in dem letzten Tagen durch eine
Sonderbehandlung mittels AlCl_3 und Luft gelungen, den stündli-
chen Anstieg auf $0,4^{\circ}\text{C}$ zu verringern.

II. Versuche mit verschiedenen Substanzen.

Die auf ihre Eignung untersuchten Substanzen verschiedener
artiger Stoffklasse sind, nach dem Sauerstofftest gewertet,
auf Anlage 3) zusammengestellt. In der zunächst festgehaltenen
Annahme, dass der Einfluss des Luftsaauerstoffs während der
Nachbehandlung sorgfältig ferngehalten werden müsse, wurde das
Reaktionsgefäß stets unter Stickstoffschutz gestellt. Nach den
neuesten Beobachtungen bedarf es dieses Schutzes nicht; viel-
mehr gibt anscheinend der Sauerstoff unter gewissen Bedingungen
sogar eine nachteilige Wirkung. Überraschenderweise sind einige
sprochene Polymerisationskatalysatoren wie der Ipatienkataly-
sator ganz wirkungslos.-

Interesse verdient lediglich die sonst im Betriebe zur Aufhellung der Öle verwendete Gruppe der Klaischerden: Sunoil, Ferrana und Granosil. Diese auf Anlage 3) aufgeführte Substanzen sind insofern, den Zeitpunkt, an dem bei dem Test die schnelle Erhitzung des Öles in steiler Temperaturkurve einsetzt, auf 40 - 57 Minuten hinaus zu verschieben.

Übrigens leidet in gewisser Hinsicht der Charakter des Öles; so sinkt z.B. bei Anilin (Versuch 2347) die Filtrationsfestigkeit von 270 auf 180 kg/cm².

Die günstigsten Zusätze Ferrana und Sunoil sind auf Anlage 4) mit den wirkungslosen Stoffen, Silicagel und Floridin, noch einmal analytisch verglichen. Der Vergleich zeigt den Einfluss auf Jodsahl, O₂ Test und Blockzahl, wenn ein bestimmtes Öl von $V_{20} = 8^{\circ}\text{E}$ mit 1% der obigen 4 Substanzen 4 Std. lang auf 235°C erhitzt wurde. Die Jodsahl sinkt von etwa 700 auf etwa 45, der O₂ Test steigt bis 50 Min. Induktionszeit, die thermische Stabilität bei 330° auf den verbesserten, mittleren Betrag von 75%, bezogen auf die anfängliche Viskosität.

III. Versuche mit Granosil betr. z. Kesselwasser.

Die weiteren Versuche bezweckten, die Wirkung des gewässerten Granosils nach den verschiedensten Richtungen hin zu untersuchen. Diese Arbeiten sind noch nicht ganz abgeschlossen; sie lassen aber erkennen, dass auf diesem Wege der Nachbehandlung unsere Öle erheblich verbessert werden. Es werden gute, in den Spitzen sogar vorzügliche, das Alkaligehaltete Viskositätsverhalten erzielt, denen jedoch bis jetzt eine gewisse Unsicherheit in der Reproduzierbarkeit anhaftet.

Anlage 5) enthält die Reihenversuche, die sich auf den Einfluss von Temperatur, Granosilmenge und Dauer der Behandlung beziehen.

Was die Temperatur betrifft, so kommt der Bereich etwa von 210 bis 260° in Frage. Unter 210° ist die Wirkung zu gering, über 260° nimmt sie nicht mehr zu.

Mit steigender Granosilmenge bessert sich der O₂ Test. Dem Ablauf der Temperaturkurven zeigt das Diagramm Anlage 6); man erkennt, dass die Beziehung zur Granosilmenge in dieser

Versuchsreihe Nr. 2343 nicht streng linear ist. Auch andere Messgrößen erfahren in dieser Reihe eine Verbesserung: Soeben Anlage 7) steigt die bei 330° am dem Abfall der Viskosität gemessene thermische Stabilität von etwa 50 auf 77 - 80%; ferner sinkt die Jodzahl von etwa 100 bis 43 und geht die Krümmung des Oles beim Vermischen mit 95%iger Schwefelsäure auf mittlere Beträge zurück.

Den Versuchen der Anlage 5) über den Einfluss der Zeitdauer mangelt ebenfalls die streng systematische Abhängigkeit und Regelmäßigkeit; denn der O₂ Test nach 3 Std. liegt erheblich besser als der nach 4 Std. Aus der Gesamtheit der bisherigen umfangreichen Versuche lässt sich doch entnehmen, dass mit der Dauer der Behandlung die Induktionszeit beim O₂ Test sich in Grenzen verbessert. Wir kommen auf diese Frage in der Auswertung des Betriebsversuches N° 17, als Zeitkurve, später zurück. - Die im Versuch 2349 Anlage 5) gewählte Temperaturstaffelung brachte keinen Sondereffekt. -

Auch ein Zier Flugöl lässt sich auf 95 Min. Induktionszeit bringen, wenn man es 7 Std. lang bei 235° mit 10% Granzeil unter Rühren erhitzt. (letzte Zeile Anlage 5).

Der Versuch 2331 veranlasste uns, die durch Aufspaltung entstandenen, 15 - 18% des Oles betragenden, ätheren Vakuumdestillate näher zu untersuchen. Wir fanden bei der Aufteilung unter 3 mm Hg:

<u>Öltemperatur</u>	<u>Anteil Gew.%</u>	<u>γ_{52}</u>	<u>Flucht.</u>
bis 100°	14,8 %	1,61°E	47°
100 - 180°	48,8 %	1,06 - 1,34	81 - 141°
180 - 230°	29,8 %	1,32 - 2,02	172 - 188°
über 230°	6,6 %	3,3	229

Zusammenfassend lässt sich sagen: Durch die heisse Nachbehandlung unserer technischen Betriebsöle mit 5 - 10 % Granzeil bei etwa 240° treten Veränderungen und Verbesserungen ein: Unter Schwarzfärbung des Granzeils bilden sich, überwiegend in den ersten Stunden ölfähige Krockprodukte, die gresstenteils als Verlust zu werten sind. Die Sauerstoffbeständigkeit nimmt, gemessen durch den O₂ Test 140°, erheblich zu. Bei dem besten Öl der Anlage 5) stieg, nach 10 stündiger Behandlung (2331/10), die Induktionszeit auf 180 Minuten. Wahrscheinlich wird eine Aufbesserung auf etwa 100 Minuten schon für die Praxis genügen. Denn diese Zeit gilt für das AlCl₃ - nachbehandelte Öl 1196, das sich bei langer Laufzeit in einem Getriebe der NB ganz ausgezeichnet bewährte.

700627

Ausser dem O_2 Test verbessert sich auch die thermische Stabilität. Die Jodzahl sinkt etwa auf die Hälfte, so hatte das Klackprodukt der guten Granosilversuche 53,6.

Im Gegensatz zum $AlCl_3$ wird $SnCl_4$ die Polhöhe nicht verbessert.

IV. Sonstige Versuche mit Granosil.

In diesem Abschnitt sind weitere Versuche beschrieben, die bezwecken, durch verschiedene Massnahmen die Wirkung des Granosils zu vertiefen, zu beschleunigen oder sicherer zu gestalten. Ein Teil dieser Überlegungen reicht in die Arbeiten hinein, die noch im Gange sind und bis jetzt nicht zum Abschluss kamen.

- 1) Zusätze (Anl. 8) Angewandt wurden Stoffe wie der bekannte Iodtiefkontakt, F_2O_5 , Salzsäure und $AlCl_3$ in geringer Dosierung. Unter den bisher angewandten Bedingungen brachte Keiner dieser Zusätze einen Fortschritt in der Wirkung des Granosils. Bei dem $AlCl_3$ stürzte offenbar der bis zu 10% ansteigende Gehalt an aus der Bleiche schwer zu entfernender Feuchtigkeit.
- 2) Trocknung (Anl. 8) Nach den hier aufgeführten ersten Versuchsreihen schien der Wassergehalt ohne Einfluss zu sein. Wahrscheinlich spielt aber doch dieser Faktor eine gewisse Rolle; denn steigert man die Trocknung bis zum $0,1\%$, so erhält man Öle von hervorragender Sauerstoffbeständigkeit. Ein solches Öl erstickt sich im O_2 Test 140° innerhalb 180 Minuten um nur $3,3\%$. Es ist nicht ausgeschlossen, dass gerade der wechselnde Wassergehalt des Granosils die starke Streuung der Ergebnisse bei der Nachbehandlung erklärt.
- 3) Reinigung (Anl. 8) Kleine Mengen Eisen könnten die Sauerstoffaufnahme begünstigen. Es erscheint deswegen wünschenswert, diese Verunreinigungen mittels Salzsäureextraktion aus der Klackmasse zu entfernen. Im ersten Versuch 2339/5 blieb die Verbesserung deswegen aus, weil durch die heisse Behandlung die Oberfläche des Silikates eine schädliche Verunreinigung erfahren hatte. Bei Verwendung von kalter Säure tritt eine gute Wirkung auf, die weiter studiert wird.

4) Staffelung (Anl. 8) Es lohnt sich anscheinend nicht, das Granosil in kleineren Mengen allmählich in das Öl einzutragen. -- Laut Versuch 2338/7 kann ein nur schwächer aufgearbeitetes Öl durch erneute Granosilbehandlung weiter stabilisiert werden. Andererseits weisen die neuesten Beobachtungen daraufhin, dass das gleiche Granosil mehrfach mit gutem Erfolg zur Raffination verwandt werden kann. (2349).

5) Bedeutung des Stickstoffgehaltes (Anl. 8). Dieser Abschnitt der Arbeit brachte die überraschende Erkenntnis, dass das Fernhalten der Luft durchaus nicht die notwendige Voraussetzung für das Gelingen der Nachbehandlung ist. Wie der Vergleich der beiden unter Nr. 2338 aufgeführten Versuche darlegt, ergibt die Granosilbehandlung mit und ohne N_2 -Schutz gleiche Verluste und gleiche Aufbesserung des Öles.

Die weiter hier aufgeführte Reihe 2349 nimmt insofern eine Sonderstellung ein, als sich in kurzer Zeit Produkte mit Spitzeneigenschaften herstellen liessen, d.h. schon nach 2 1/2 stündiger Raffination stieg die Induktionszeit beim O_2 -Test auf etwa 300 Minuten, ein Wert, der später reproduziert werden konnte, ohne dass bis jetzt eine präzise Begründung für den hohen Effekt möglich wäre. Derartige Spitzenwerte sind grundsätzlich mit grösseren Crackverlusten verbunden.

6) Versuche in der halbttechnischen Schmelzblaseanlage. In Anlehnung an die Ergebnisse des Laboratoriums wurden eine Reihe von Nachbehandlungen in grösseren Masstab durchgeführt, die im Wesentlichen die Erkenntnisse der Kleinversuche bestätigen. Auch hier bestätigt die gute Wirkung bei etwa 210°. In Anfang entsteht das meiste Öldestillat; mit der Dauer nimmt der Effekt ab. Als Beispiel geben wir einige Daten des Versuches N 7, in dem ein Öl 20 Stunden lang mit 10% Granosil mittels überhitztem Dampf auf 220 - 230° erhitzt wurde. Wie das Kurvenblatt Anl. 9 zeigt, bessert sich gerade zwischen 10 und 20 Std. die Sauerstoffbeständigkeit, bis zu einer Induktionszeit von 140 Minuten.

Die Ausbeute an 7,3er Öl beträgt etwa 87%. Die Hauptbestandteile des dünnen Öldestillates zeigen eine Kettwinkelzahl von 18,5%.

7) Flindruckfestigkeit. Das Öl N 7 gab Gelegenheit, die Veränderungen zu messen, die dieser Wert in Abhängigkeit von der Dauer der Nachbehandlung erfährt. Zwar nimmt die Flindruckfestigkeit in dieser Zusammenhang ab, doch kann sie durch Zugabe von

Trikresylphosphat wieder aufgebessert werden

700629

N 7

Reparatur der Granosilbehandlung

1/2 Std.

10 "

15 "

20 "

Filmschleifigkeit

360 kg/cm²

210 "

150 "

120 "

N 7 20 Std. Fertigöl

ohne Trikresylphosphat

+ 0,05 % "

+ 0,01 % "

+ 0,02 % "

Filmschleifigkeit

120 kg/cm²

150 "

300 "

400 "

8) Lagerbeständigkeit. Ein Gemisch der mit gutem Ergebnis nachbehandelten, in einem Blechkanister aufbewahrten Öle untersuchte insofern, als der O₂ Test nicht den Erwartungen entsprach. In sich der Verdacht erhob, dass das nachbehandelte Öl unter Umständen nicht lagerfest sei, wurde eine Reihe von Lagerungsversuchen in der Wärme, im Licht, in Berührung mit Eisen, Zinn, Nickel unternommen, über die wir nach Abschluss berichten werden.

9) Einfluss des Sauerstoffes. Bekanntlich ist die Alterung des Öles in erster Linie auf den an sich schädlichen Einfluss des Sauerstoffes zurückzuführen. Es entstehen hierbei neben O₂ und H₂O Säuren und versäufbare Bestandteile, d.h. geklärte und schlechte Öle haben hohe Neutralisations- und Versäufungszahlen. Es ist ebenso bekannt, dass in geringen Umfängen derartige schlechte Zahlen durch eine ein- oder mehrmalige Behandlung mit Wasser unter normalen Bedingungen (60 - 120°C) in geringem Maße gesenkt werden können. Wir haben nun in unseren Versuchen festgestellt, dass Öl mit Luft oder Sauerstoff oxydiert - künstlich gealtert und finden hierbei folgendes: Der an sich erhebliche Anstieg der VZ und VI ist bei 150°C wesentlich steiler als bei 140°C, die Werte bleiben bei gleichzeitiger Anwesenheit von Granosil beträchtlich tiefer. Nach einer solchen künstlichen Alterung verhalten sich die Öle sich der O₂ Test hinsichtlich, da die nun im Öl vorhandenen Sauerstoffbindungen als Sauerstoffüberträger wirken. Dieser Vorgang des Testes gilt sowohl für ein normales technisches Öl wie für ein durch Granosil nachbehandeltes Produkt. Bei beiden Typen wird die Aufnahme von Sauerstoff, wenn auch graduell vermindert, an

doch grundsätzlich schädlich. Beide Sauerstoffverunreinigungen können überraschenderweise wieder auf einen guten Stand gebracht werden, wenn man sie mit Gramcil bei 210°, also bei hoher Temperatur unter gleichzeitiger Krackung, längere Zeit nachbehandelt. Das Kurvenblatt Anl. 10 zeigt die Verwicklungen für das NE 2.

Aus diesen Beobachtungen ziehen wir folgende Schlüsse:

- 1) Auch ein Öl mit hoher NE und VE eignet sich zur Nachbehandlung.
- 2) Anscheinend handelt es sich bei der Gramcilnachbehandlung nicht um eine Strukturveränderung, etwa Isomerisation, sondern um eine Raffinationsmaßnahme.
- 3) Vielleicht bildet ein durch die Sauerstoffungewissung schon Benzins bedingtes, von vornherein vorhandenes Benzinsgehalt dem Anlass zu der niedrigen chemischen Stabilität vorher techn. Öle.
- 4) Es erscheint aussichtsreich, bewusst das Öl, um der Sauerstoffeinwirkung oder gleichzeitig mit ihr, der Einwirkung des Sauerstoffs auszusetzen. Selektiv werden dann vielleicht die instabilen O₂ haltigen Verbindungen zerstört, während beständige Stoffe dieser Art erhalten. (vgl. letzte Seite Anl. 10). Dieses Öl zeichnete sich durch eine gute Filtrierbarkeit aus - 13e. Übrigens nahmen synthetische Öle, die mit AlCl₃ Luft nachbehandelt werden, ganz das Aussehen der Mineralöle an.

1a. Zusammenfassung

In dem letzten Versuche gelang es, auch ein letztes Mittel, nämlich durch das Einleiten von Kohlenstoff in Gegenwart eines Polymerisationskatalysators wie Benzol/Aluminiumchlorid, unser technisches Öl zu verbessern. Damit haben sich zu heute schon gesicherten Urteilen drei Gruppen der Nachbehandlung heraus, die kurz wie folgt charakterisiert werden können:

I. AlCl₃: Die Öle haben einen verbesserten Flammpunkt, eventuell eine niedrigere Feilölzahl, große Sauerstoffbeständigkeit ohne Induktionszeit, eine Viskosität zwischen 0,5 und 1,0, also bis 5 einwirkende Feilölzahl.

II. Gramcil: Hier wurden der Flammpunkt wenig, die Feilölzahl gar nicht geändert, die Sauerstoffbeständigkeit verbleibt bei den besten Werten von I, ohne dass die Induktionszeit ganz verschwindet.

die Jodzahl liegt bei 70 - 80%, die Jodzahl bei 15 - 50.

III. Behandlung: Durch diese Massnahme wird nur noch der 0,2
Test gehoben, aber beträchtlich mehr als durch die Zugabe von
Faktis; thermische Beständigkeit und Jodzahl erfahren keine
Änderung.-

Eine beachtliche Skala ergibt die Einwirkung nach der
Temperatur der Behandlung:

- a) über 120° ohne Katalysator Krackung unter Verschlechterung
des restlichen Öles,
- b) 240° + Gramsol = 15% Crackprodukte; mässige Verbesserung des
Öles,
- c) 120° + $AlCl_3$ = 25% Crackprodukte, Verbesserung und stabiler
Eingriff,
- d) 140° + Schwefel: keine Krackung mehr. Inhibitorzusatzung.

Clar

Anlagen

Technisches Bulletin RW Fall 545

Fall 544

Fall 627

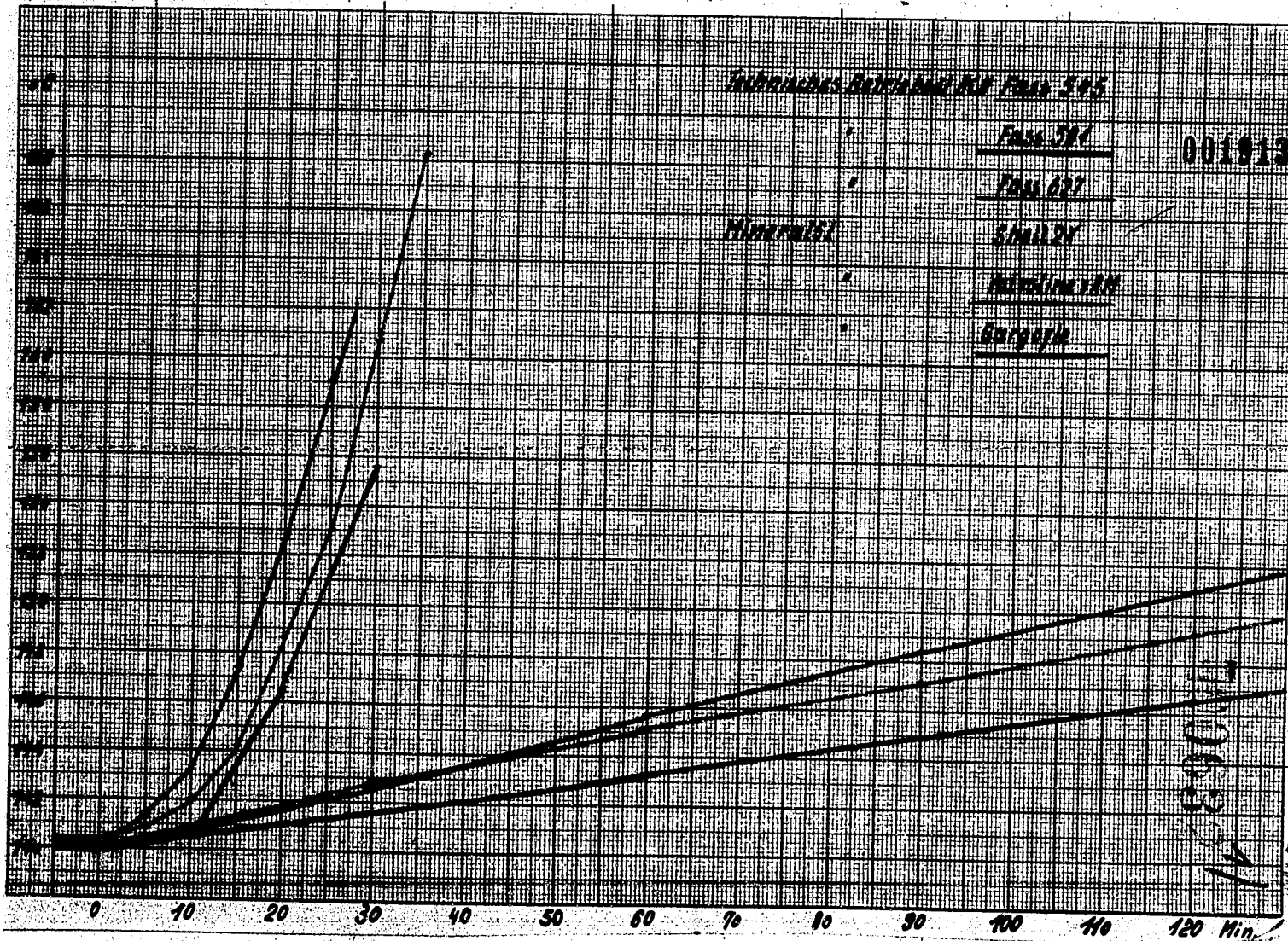
Mineralöl

SMALZ

WÄRMELÖS

BRUNNEN

001913



001913
A

m. m. 585 x 685 x 54

11. 11. 1913

Qualitätsbestimmungen für stärkehaltige Produkte.

Die Aufnahmetemperatur im Testapparat betrug 14,0° C.

	Stärke %	Viskosität	Asche
1. stieg in der 1. Std.	3,6° C	3,2° C	3,0° C
2. "	3,5	4,2	3,3
3. "	3,1	3,3	4,3
4. "	2,7	2,3	4,6
5. "	2,5	2,4	3,4
01 war zum Schluss	unvollständig zu gering Zusammenhang.	unvollständig, gering	unvollständig

700634

Wirtschaftliche Umsätze

Statt erfolgte die Nachbestellung in Stückzahlen.

Von- nummer	Angabe- nr.	Substanz	Menge	Preis	Wert	Stück
2339/1	F 545	10 % Benzol	5 000	2,00	10000	10
2339/14	"	5 % Fluorbenz.	1 "	240	240	1
2339/4	"	10 % Isotoluol	5 "	200	1000	5
2345/1	F 501	10 % Isotoluol mit Kresol	2 "	200	400	2
2339/2	F 545	10 % Benzol	5 "	200	1000	5
2336/1	"	5 % Benzol + 3% Kresol	4 "	200	800	4
2339/3	"	10 % A1(OH) ₂	5 "	200	1000	5
2345/4	F 501	5 % "	2 "	200	400	2
2334/4	F 545	10 % Benzol	4 "	200	800	4
2336/3	"	10 % Isotoluol	6 "	200	1200	6
2345/2	F 501	10 % " mit Cumol	2 "	200	400	2
2334/2	F 545	10 % Fluorbenz.	4 "	200	800	4
2336/5	"	10 % A - Benzol	4 "	200	800	4
2304/6	"	5 % Napht.	1 "	200	200	1
2304/16	"	5 % Isotoluol	1 "	200	200	1
2345/3	F 501	10 % Benzol	2 "	200	400	2
2339/6	F 545	10 % Fluorbenz. + Kresol	4 "	200	800	4
2347	F 501	5 % Benzol	3 "	100	300	3

Durchem. Akt. 3

100633

001916

Vorname- Nummer	Anzahl- Stk.	Bezeichnung	Einheitspreis	Wert	Stück	Wert
2306/13	7 545	5 ½ Tonal	1 Stk. 240	23,8	23,8	23,8
2334/3	"	10 ½ Terrana 3 Ser-4 300	" 235	23,5	23,5	23,5
2306/9	"	5 ½ Terrana Special 1"	235	23,5	23,5	23,5
2306/8	"	5 ½ " Superior	1 Stk. 235	23,5	23,5	23,5
2306/7	"	5 ½ Terrana Extra 1 "	" 235	23,5	23,5	23,5
2334/1	"	10 ½ Tonal	4 " 235	23,5	23,5	23,5
2306/1	7 627	5 ½ Universal	1/4 " 235	23,5	23,5	23,5

n) Kleinstahl 130⁰ = 73 ½

100636 Anlage 4
001917

Analysewerte von verschiedenen nachbehandelten Sten.

Das Öl P 545 wurde mit verschiedenen Stoffen in Mengen von 10 g & Std. lang bei 235° C unter Rühren nachbehandelt.

	Silicagel	Floridin	Tonmin	Stenol
Anzahl g Öl	100 g	93 g	64 g	65 g
V_{50}	7,9°	6,1°	6,1°	7,5°
Flammpkt.	221°	235°	237°	225°
Jedzahl	102	94	47	64
O ₂ Zeit 140°	14	18	40	20
Kloekzahl 3 Std. 130°				
Kloektemperatur	373—396°	374°	376°	376°
V_{50} sinkt auf	61 g	66 g	74 g	77 g
Flammpkt. sinkt	103° C	87°	31°	51°

001918

100637

Granulierung I. Teil.

betr. Temperatur, Menge, Seittemp.

Alle Versuche erfolgten unter Stichteffekt, nach Messung des Feuchte Granulats.

Faktor	Vers.Nr.	Aug. %	Behandlung Menge Dauer	1	Granulat %	2
Temperatur	2326/2	8	5% 2 300.	160	100	5
	3	"	5% 2 "	180	99	10
	4	"	5% 2 "	200	98	10
	5	"	5% 1 "	275	98	10
	2326/6	"	10% 6 "	230	97,7	10
	2	"	10% 6 "	240	98,5	100
	3	"	10% 6 "	260	98,2	100
	4	"	10% 6 "	275	97,5	100
Granul.- Menge	2343/1	"	3% 6 "	235	94,2	10
	2	"	6% 6 "	235	94,7	10
	3	"	9% 6 "	235	95,0	10
	4	"	12% 6 "	235	94,0	100
	2343/8	"	30% 5 "	235	92,2	10

Fortf. Seite 2

001919
700638

Faktor	Vers.Nr.	Anz. St V ₃₀	Behandlung			Menge	Menge	Menge
			Temp	Zeit	St			
Zinkstaub	2332/2	8	10%	3 Std.	235	63,7	63,7	
	2331/4	"	10%	3 "	235	63,7	63,7	
	6	"	10%	4 "	235	63,7	63,7	
	7	"	10%	5 "	235	63,7	63,7	
	10	"	10%	10 "	235	63,7	63,7	
-	2349/1	"	5%	7 "	235	63,7	63,7	
	2	"	10%	7 "	235	63,7	63,7	
Flugöl	2342/1	20 ⁰	10%	7 "	235	63,7	63,7	

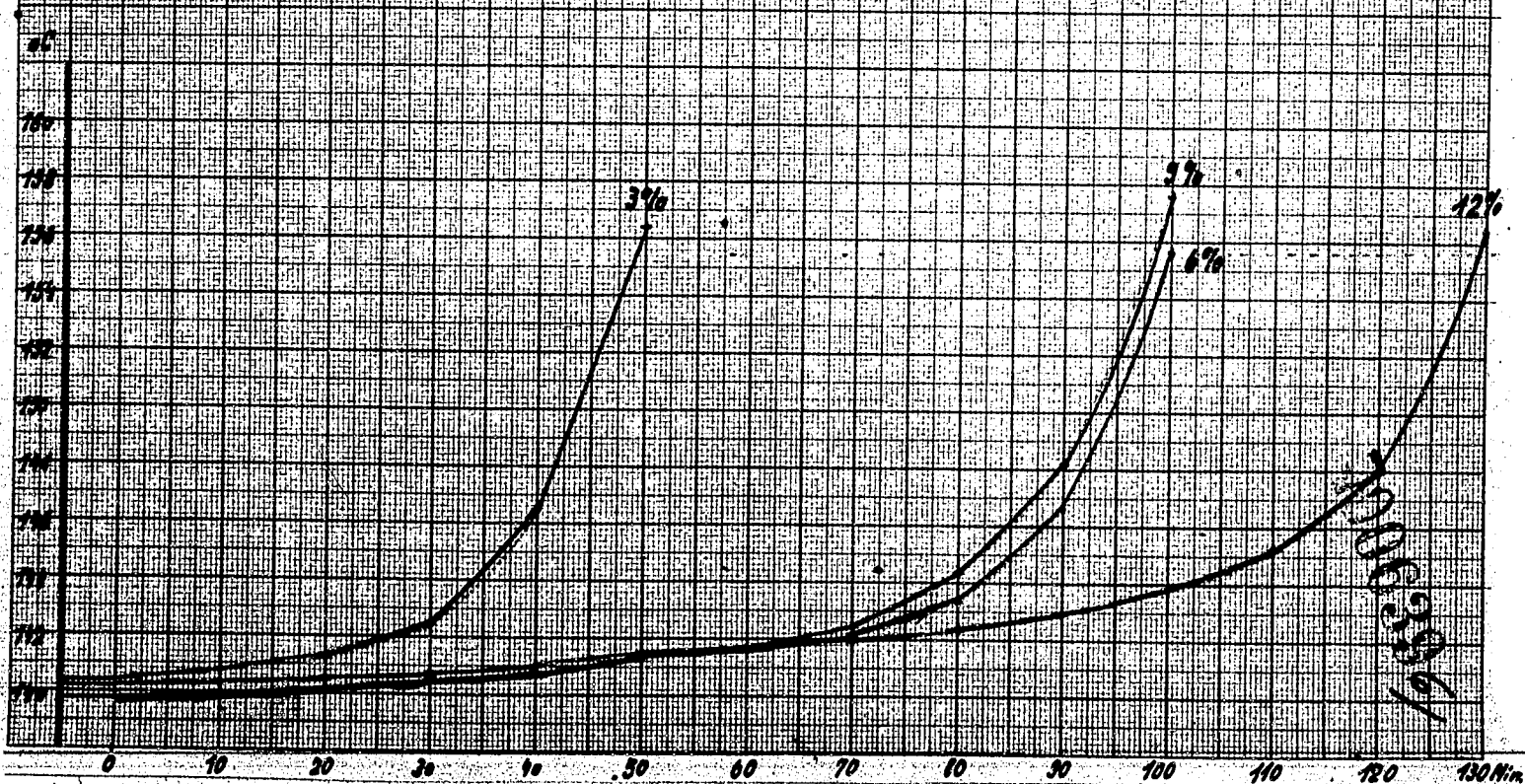
x) Jedzahl = 63,6

2312/1 = 37% Grandoll 4310 2357

2 = 6

3 = 9

4 = 12



001921

100610

Behandlung mit verschiedenen Granzsilmenen.

Das techn. Öl Pass 545 $V_{50} = 8^{\circ}$ E wurde mit verschiedenen Granzsilmenen 6 Std. bei 235° C unter Stickstoffschutz gedehrt.

Vers. Nr. 2343

	3 %	6 %	9 %	12 %
Öleinsatz	900 g	900 g	900 g	900 g
Gewichtsverluste	0,8 %	1,8 %	2,7 %	2,9 %
Vak. Destillat	5,- %	11,5 %	10,8 %	15,1 %
" Verlust	0,- %	0,- %	0,7 %	0,2 %
" Restöl 225° Fl.	94,2 %	86,7 %	85,8 %	81,8 %
" V_{50}	6,8° E	7,4°	6,9°	7,5°
Flpkt.	225° C	228°	224°	232°
O ₂ Test hält	35 Min.	85 Min.	80 Min.	115 Min.
Blockzahl 330° V_{50}	78 %	80 %	78 %	77 %
Jodzahl	84	65	51	49
Öl erwärmt sich mit conc. H ₂ SO ₄	9,1° C	6,7	6,0	7

001922

Granosilversuche II. Teil.

Sacktas, Trocknung, Reinigung, Luft.

100641

Faktor	Vers.Nr.	Ang. Bl V ₅₀	Nachbehandlung Granosil	Stk.	g	Clam- Takt	g Feat Min.
Sacktas mit Granosil	2336/17	8	5 % + 5 % Ipatioeffk.	1	235	-	20
	2336/2	"	10% + 5 % P ₂ O ₅	6	200	91,5	11
	2336/10	"	5 % + 2 % "	1	240	96,5	40
	2336/15	"	10% + General HCl	1	240	89,-	35
	2336/4	"	10% + 0,2 % Al ₂ O ₃	4	200	88,-	20
	2336/11	"	5 % + 0,1 % "	1	240	96,-	40
	2336/12	"	5 % + 0,3 % "	1	240	92,9	46
Trocknung	2336/7	"	10% getrocknet	5	235	89,7	30
	2336/6	"	10% + 0,1 % Wasser	5	235	88,4	30
Reinigung	2339/5	"	10% 10 x heiss mit HCl extrahiert	6	235	87,9	65
Staffelung	2339/5	"	10% = 3 x 5 % H ₂	6	240	82,4	68
	2339/7	"	K1455 bereits Gran.- behand.	6	235	90,7	115

Fortw. Anl. 8

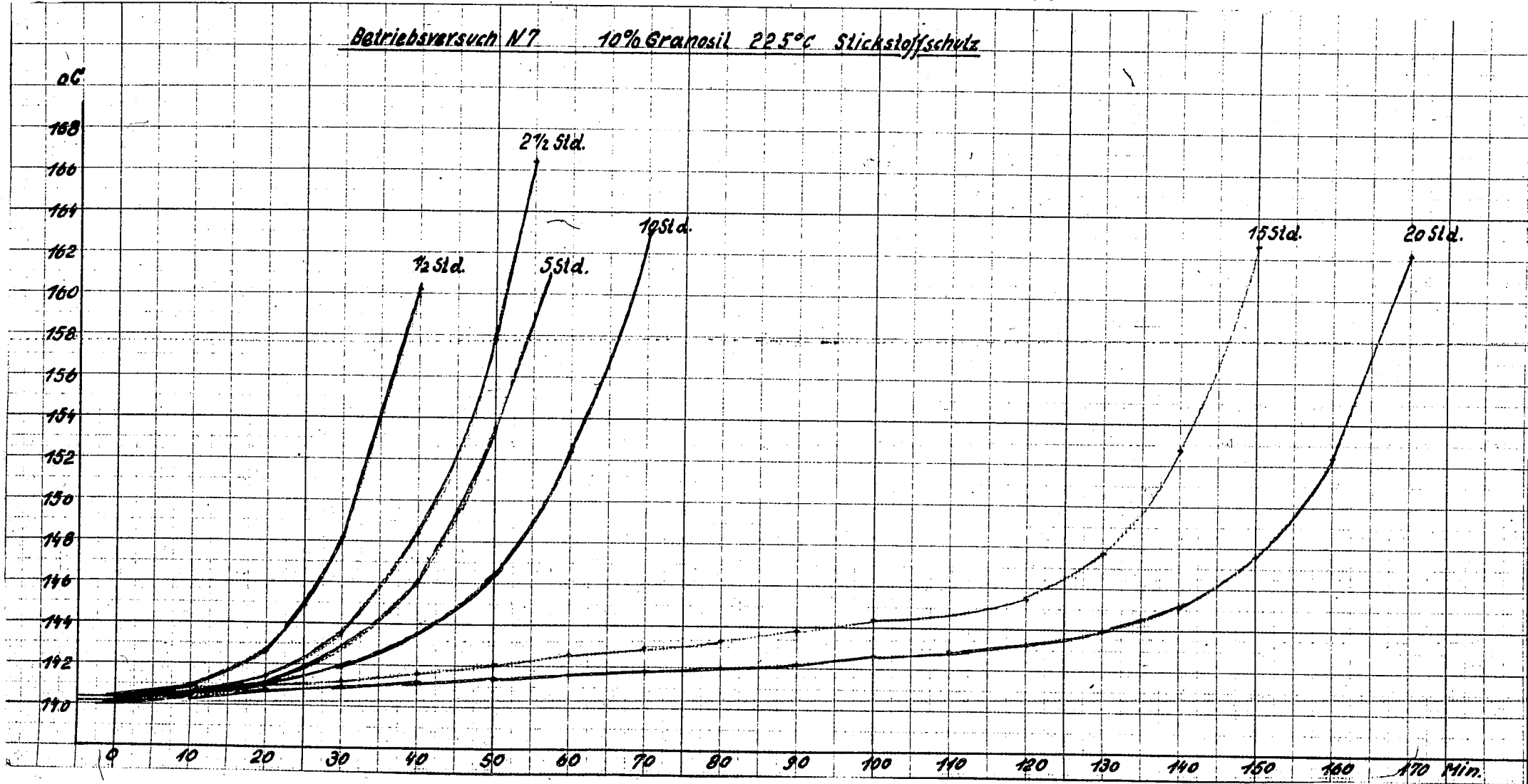
001923

Faktor	Vers.Nr.	Ausg. 81 V ₅₀	Nachbehandlung Granosil	Std. t	Olan- fall %	O ₂ Fest Min.
ohne N ₂	2338/2	8	10 % mit N ₂ Schutz	6 240	83,5	100
	2338/1	"	10 % ohne " "	6 240	85,5	100
	2329/1	"	10 % ohne N ₂ jede Stunde ² eine Probe entnommen	2 235	83	15
	2	"		1 1/2 235	78	35
	3	"		2 1/2 235	59	<u>300</u>
	4	"		3 1/2 235	83	<u>300</u>
	5	"		4 1/2 235	76	190
	6	"		5 1/2 235	58	<u>300</u>
Luft	2348/1	"	10 % gleichzeitig Luft	7 235	82,2	115

x) Blocktest 330° = 75 %

001924

Betriebsversuch N 7 10% Gramasil 225°C Stickstoffschutz



001925

Versuch Nr. 2346/1

Betriebsöl N7 20Std. Probe

dann mit O₂ 1Std. bei 140° oxydieren

dann mit Granosil 5Std. 235°C

