

Oberhausen-Holtent, den 23. Juni 1938

38/6 12

001926

B

Herrn Dr. Hagemann.

Betr.: Gewinnung eines stabilen Öles durch Verwendung hoher  
Temperaturen in der Synthese.

Durch Nachbehandlung unserer technisch gewonnenen, synthetischen Öle mittels  $AlCl_3$  bei Temperaturen von etwa 160 bis 200° C ergeben sich Öle, die in ihrer thermischen Stabilität, Sauerstoffbeständigkeit, in der Lage des Flammpunktes u. dgl. eine Verbesserung erfahren haben.

Sobald dieser Weg erkannt war, erhob sich die Frage, ob es nicht möglich sei, direkt in der Synthese derartige, stabilisierte Öle zu erhalten (vgl. mein an Herrn Dr. Tramm gerichtetes Schreiben vom 8. Juli 37). Die auf beifolgenden Anlagen 1 und 2 aufgeführten Syntheseversuche zeigen, dass dieses Ziel erreicht werden kann. Wie im Bericht v. 9.2.38. ausgeführt, sinkt mit steigender Synthesetemperatur einmal die Viscosität der erhaltenen Rückstandsöle, sowie das Verhältnis dieser Produkte zu den anfallenden Öldestillaten und ebenfalls die Gesamtausbeute; andererseits steigt, genau wie durch eine nachfolgende, getrennte  $AlCl_3$ -Nachbehandlung, die thermische Stabilität und ebenso auch der Flammpunkt. Das gleiche gilt für die Beständigkeit gegen Sauerstoff: Je nach dem Einsatz an  $AlCl_3$  gelingt es, Öle herzustellen, die, bei 140° gemessen, ihre Induktionszeit von 10 - 20 Min. auf 1 - 2 Std. zu verlängern imstande sind.

Auf beiden Wegen, direkte Gewinnung in der Synthese und gesonderte Nachbehandlung, sind gewisse Verluste in Kauf zu nehmen, die, hervorgerufen durch Krackung, etwa die gleiche Größenordnung haben. Exakte Vergleichsversuche sind angesetzt.

Eine derartige bis etwa 180° durchgeführte Synthese ist wahrscheinlich der sicherste Weg, zu dünnen Rückstandsölen zu kommen. Er bietet den Vorteil, daß das gebildete Kontaktöl weitgehend bis auf asphaltähnliche, geringe Rückstände ausgenutzt wird. Diese Ausnutzung könnte durch Anwendung eines 3 oder 4 fach gestaffelten Gegenstromes weiter getrieben werden.

In beiden Fällen handelt es sich um ein Verbesserungsverfahren, das sich auf das Engste an die bisherige Herstellungsweise anschließt

001927

ja als Fortführung der Polymerisation und Kondensation mit dem gleichen Katalysator aufzufassen ist. Neue Stoffe werden nicht eingeführt. Der allerdings überraschende und neue Effekt wird lediglich durch die Anwendung einer höheren Arbeitstemperatur erreicht.

*Claw*

Anlagen

Dir. Herrn Dr. Tramm

• • • Dr. Kalk

Versuchsprotokoll v. 27.12.37.

001928

Synthesen mit Krockbensin bei verschiedenen Temperaturen.

Ausgangsmaterial : bis 175° destilliert, Olefingehalt 88 %.

Katalysator : 5 % AlCl<sub>3</sub>

	60°	70°	117°	150°	180°
<b>Versuchsnummer</b>	2203/1	2199/8	2199/5	2199/9	2199/6
<b>Einsatz Bensin = 100%</b>	1500 g	1000 g	1000 g	1000 g	1000 g
<b>Apparat</b>	Rfl. Küh- ler	Autoklav	Autoklav	Autoklav	Autoklav
<b>Synthese</b>	11Std.60°	5Std.70°	5Std.117°	5Std.150°	5Std.180°
<b>Produkte der Synthese</b>					
a) Schmieröl 200° D.	56,0 %	53,1 %	56,5 %	46,5 %	41,5 %
b) Vakuumdestillate	9,0 %	11,9 %	16,6 %	22,0 %	20,2 %
Verhältnis a : b	6,2	4,5	3,4	2,1	2,05
c) neues Kontaktöl	13,6 %	18,5 %	10,6 %	7,0 %	12,4 %
Summe a+b+c	78,6 %	83,5 %	83,7 %	75,5 %	74,1 %
d) Restbensin	19,0 %	11,0 %	12,3 %	19,7 %	20,2 %
<b>Schmieröl = a)</b>					
V <sub>50</sub> Flammpkt.	18,3	16,8	14,0	11,7	11,3
V <sub>100</sub> Flammpkt.	237	256	255	245	240
V <sub>200</sub> Flammpkt.	1,79	1,80	1,84	1,80	1,81
therm. Blockzahl 325°	51 %	84 %	91 %	97 %	90 %
" Flammpkt. sinkt 95°C	95°C	20	24	2	12
Rausbottom	?	0,08	0,07	0,08	0,07

001929

Versuchsprotokoll v. 6.10.37. Nr.2118

Synthese im Autoklav.

1500 g Krackbenzin mit 75 % Ungesättigten wurden mit 2,3 %  $AlCl_3$  innerhalb 7 Std. bis  $180^\circ C$  aufgeheizt. Der Druck stieg hierbei, als nach 6 Std.  $180^\circ$  erreicht waren, auf 5,5 atü und nahm bei dieser Temperatur stetig bis 6,8 atü zu. (Kracken!)

Die Aufarbeitung ergab:

neugebildetes Kontaktöl (plastisch)	3,7 %
Restbenzin	28,5 %
Destillationsverluste	0,4 %
Öldestillate (a)	17,9 %
Rückstandsöl bei $275^\circ$ (b)	49,5 %
Verhältnis b : a	2,8

Rückstandsöl

$V_{50}$	12,8
Flammpkt.	$255^\circ$
$V$ PolhShe	1,8
Thermische Stabilität $325^\circ$ $V_{50}$ sinkt auf	91 %
" " Flpkt. sinkt um	$25^\circ C$