

37/10/8

000698 B
Oberhausen-Holten, den 18. Oktober 1937.

001984

Sinnzusammenfassung

Herrn Prof. Martin,
Herrn Dr. Siekmann,

in Hannover.

Betr.: Über die Verbesserung der synthetischen Öle in
bezug auf ihre thermische Beständigkeit.

I. Zusammenfassung

Das Schmieröl, wie es im technischen Betrieb aus
Crackbenzin mittels $AlCl_3$ als Ergebnis gewisser Polymeri-
sationen und Kondensationen gewonnen wird, steht gegen
Mineralöle wie Örtling in thermischer Stabilität erheb-
lich nach. Vergleichswerte sind aus dem eingehenden Be-
richt von 17. April 1937 und 4. September 1937 zu ent-
nehmen. Es erhebt sich die Aufgabe, unser Öl, wenn
es für Flugmotoren Verwendung finden soll, diesen Kampf
zu nehmen, ohne dass gleichzeitig etwa andere gute Eigen-
schaften des synthetischen Öles beeinträchtigt werden.
Angesichts von der Vorstellung, dass nur ein Teil der Öl-
produktion zu einem Sonderzweck in einer besonderen Eigen-
schaft aufgebessert werden soll, haben wir unsere Versuche
des normalen Öl zu Grunde gelegt, das auf Grund unserer
heutigen betrieblichen Erfahrungen als technisches
Produkt in der Versuchsanlage erfüllt.

Die schließlichen Versuche, durch Sinter in der
Kälte, Umsetzungen mit und ohne Katalysatoren in der War-
me, Reinigung der Katalysatoren oder durch Nacharbeiten
bei der Synthese eine höhere Wärmebeständigkeit des End-
produktes zu erreichen, führten zu keinem Erfolg. Wir
werden diese Versuche noch einmal am Ende des nächsten
Jahrs schildern. (Anl. Nr. 10).

II. Gewinnung eines thermisch verbesserten Flugöls

Der Erfolg wurde durch Fortschritten auf frühere Versuche erreicht. Im Jahr 35 behandelten wir Schmieröle oder Fraktionen bei 20° bis höchstens 60°C noch einmal mit $AlCl_3$, um gemischte Zusammenhänge zu klären. Auch bei dem Arbeiten, die Mitte 36 zur Verbesserung des air ministry-Testes (ähnliche Beständigkeit) durchgeführt wurden, kam $AlCl_3$ im Temperaturgebiet von 25-110°C zur Anwendung; es traten Kontaktbildung, Veränderung einiger Konstanten und eine geringe Verminderung der Oxidationsneigung ein. (Versuch Nr. 1007).

Wir behandelten das weitere Öl im Jahr 36 bei 70° mit $AlCl_3$, um "den restlich olefinischen Charakter des Öls zu beseitigen und das Gefüge des Polymerisates zu stabilisieren" (Vers.Nr. 1735).

Von diesen Beobachtungen ausgehend, erreichten wir ganzlich durch Nachbehandlung des Öls mit $AlCl_3$, in der Hinsicht einen wesentlichen Fortschritt in der thermischen Kontaktstabilität des Öls. Zum Beispiel erhält man gute Ergebnisse, wenn man das Öl mit 1 % $AlCl_3$ 4 Std. lang bei 100°C wärmt. Der Ablauf der Umsetzung ist aus Anlage 1 zu ersehen. Hier wurden in der Glasapparatur durch mehrere Kleinversuche 25 kg eines verbesserten Flugöls gewonnen. Unter der angedeuteten Einwirkung des Katalysators werden Kontaktöl, Gas und tiefer siedende ölige Öle gebildet, die Viskosität und Fließpunkt erheblich herabgesetzt; nach weiterer Destillation bleibt mit etwa 86 % Ausbeute ein Flugöl an, dessen Eigenschaften eine Erklärung erfahren hat. Die Reckmethode zeigt, dass die simultane Kontaktstabilitätssteigerung von 20° auf 100° eintritt und 10°² erhalten wurde. Diese Verbesserung ist also nicht als eine einfache Fortsetzung der Kondensation, sondern als eine Kombination von Umsetzung und Nebenreaktionen, die mit Verlusten an hochviskosen Umsetzungen bzw. Katalysator in ölige Öle verbunden ist.

Dass das nachbehandelte Öl in seinen sonstigen Konstanten nicht gelitten hat, zeigen die Analysenergebnisse der A.L.S. Die Verdampfungstabelle und der air ministry-Test fallen sogar, d.h.illigen günstiger. Die Dichte hat etwas zugenommen, die

Druckfestigkeit des Ölfilmes ist vielleicht etwas besser, jedenfalls nicht schlechter geworden. Das Öl zeigt eine kräftig grüne Fluoreszenz, die das synthetische Material Mineralöl wie Grünring äußerlich ähnlich macht. Die unter Atmosphärendruck abdestillierbaren Benzolartigen Spektstücke übrigens sind bläulich gefärbt und gleichen Petrolen. Die Vakuumdestillate können als leichte Schmieröle Verwendung finden.

Zur Vorbereitung von Motorversuchen wurden derartige Öle auch in geschlossenen eisernen Apparaten mit 1-2 % techn. AlCl₃ in 20- und 300 kg - Maßstab mit Erfolg hergestellt. Wie weit die Verwendung eines Autoklaven die Ausbeute beeinflusst, läßt sich noch nicht übersehen.

Somit erfolgte in den vorangegangenen Laboratoriumsversuchen die Nachbehandlung in offenen Gefäßen, an Hochdruckbehälter. Aus den zahlreichen Versuchen sind auf der Anl. 3 die mit gutem Ergebnis zusammengetragen. Zunächst galten, bei der Hochmethode 315°C, mit der Steigerung der Ansprüche später 325°C als Prüftemperatur für die Festigkeit.

III. Einfluss der Behandlungstemperatur.

Eine gute Wirkung wird etwa ab 140°C erreicht und bleibt bis 240°C. Mit der Nachbehandlungstemperatur nimmt die Reaktionsgeschwindigkeit derart zu, dass der gewünschte Effekt bei 240°C bereits in wenigen Minuten erreicht werden kann. (Anl. 3, Abschnitt I, besonders Nr. 2042). Wie Anl. 4 zeigt, geht bei sonst gleichen Bedingungen - 2,5 % AlCl₃ + 200 - mit der Temperatur die thermische Aufbesserung, aber auch gleichzeitig der Verlust durch Gase und niedrig siedende Spektstücke herauf.

In dieser Reihe war die Einwirkungsdauer verhältnismäßig kurz. Wählt man die Reaktionszeit dagegen sehr lang, so ergibt sich s.B. (Vers. 2050) folgendes Bild: 15 Std., 2,5 % AlCl₃ bei

	140°	160°	180°
Ölausbeute	84,0%	72,3%	67,1%
Festigkeit bei 315°C, 750 "	93 %	94 %	94 %

Durchschrift

d.h. bei den gewählten Bedingungen ergibt die Anwendung von 140°C bereits einen gewissen Erfolg steigert man die Temperatur, so nehmen die Verluste beträchtlich zu, während die erreichte Stabilität des Öles trotz erhöhter Verluste sich nicht entsprechend weiter aufbessern lässt.

IV. Einfluss der Zeit.

Eine ähnliche gegenläufige Bewegung zwischen theoretischer Aufbesserung einerseits und Ausbeute andererseits wie unter Umständen bei dem Faktor "Temperatur" beobachten wir bei der "Zeit". Die Anl. 5 ergibt das Zahlenbild für die Bedingungen 2 % $AlCl_3$, 170°C, 1 oder 2 Std. wird zu kurz, erst nach 5 Std. ist eine gute Stabilität (92 % bei 140°C) erreicht. Mit der Maßnahme wird das neu gebildete Kontaktöl wieder aufgenommen, sodass zum Schluss eine harte, asphaltähnliche, ausgebrannte Masse zurückbleibt.

V. Sonstige Faktoren.

Wichtig ist für das Fortschreiten der Reaktionen, bei der geringen Menge des immer sicher vorhandenen Kontaktes, eine kräftige Durchwirbelung der ganzen Masse. Was für Temperatur und Zeitdauer gilt, gilt auch für die Menge des zugeetzten $AlCl_3$. Ein Übernehmen des Kontaktes ist daher auch bei verhältnismäßig tiefen Temperaturen zu vermeiden, da er der Wirtschaftlichkeit weicher läuft. Wie Anl. 5, II zeigt, sind 5 % $AlCl_3$ auch bei 160°C trotz gut erreichter Stabilität nicht anlagig, da sie erhebliche Verluste mit sich bringen.

Der Anbau des Verfahrens hat also zum Ziel, durch Nachbehandlung bei einer geeigneten Temperatur und mit dem geringsten Aufwand an Kontaktmenge und Reaktionsdauer d.h. mit den kleinsten Verlusten die größte Aufbesserung der Wärmebeständigkeit zu erzielen. Es bleibt der weiteren Entwicklung der Versuche vorbehalten, festzustellen, wo diese günstigsten Bedingungen in ihrer Gesamtheit liegen, ob überhaupt Spitzen vorliegen, die den synthetischen Öl gleich-

die Eigenschaften wie Oxidring geben oder ob ein mittlerer Grad thermische/Aufbesserung nicht überschritten werden kann.

Wie wir oben schon ausführten, kann anstelle des chemisch reinen $AlCl_3$ auch das technische, einseitige Salz gewonnen werden, während reines $FeCl_3$ vollkommen wirksam ist. Um die eigene Apparatur vor der Einwirkung der freisetzenden Salzsäure zu schützen, wäre ein Einsatz von Al-Grün zu überlegen. Jedenfalls leidet die thermische Aufbesserung des Öles durch diese Zugabe nicht. (Versuch Nr. 2097)--.

Nach den bisherigen Beobachtungen kann als Kontakt auch die gebrauchte Halverbindung ("Kontaktöl") dienen, wahrscheinlich sogar ohne jeden Einsatz von kleinen Mengen $AlCl_3$ (vgl. Nr. 2096, 2097, 2061). Hierdurch werden wohl keine Stoffe eingeschleppt, die der Stabilität des Flugöles schaden. Denn wenn man Kontaktöl für sich mit Wasser versetzt, die obere Schicht mit $AlCl_3$ behandelt, so resultiert ein thermisch ganz besonders gutes Öl (Nr. 2066). Die Entwicklung ist auch hier nicht abgeschlossen.

Zur Zeit vermehren wir, das $AlCl_3$ nicht fertig zuzusetzen, sondern es während der Nachbehandlung aus Metall und Salzsäure zu bilden. Die Ergebnisse sind erfolgversprechend. Das Metall, das nur in Grünform, nicht als Staub angewandt werden darf, wird durch Zusätze wie $HgCl_2$ oder Cu_2Cl_2 nicht aktiviert (Nr. 2091). Die wesentlichste Voraussetzung für die Salzbildung ist eine kräftige Durchwirbelung, auch ein Einsatz von etwas Kontaktöl empfiehlt sich, ist aber ausschließlich nicht notwendig. (Nr. 2077, 2060).

Wie hochviscoses Öl ($v_{50} = 20^{\circ}E$ und darüber), so lässt sich in gleicher Weise dünnes Rohöl von $6^{\circ}E$ mit Erfolg thermisch aufbessern. (Nr. 2068, 2070). Auch Halbabwände wie die obere Schicht sollen der Nachbehandlung unterworfen werden. Die weitere Entwicklung muss zeigen, an welcher Stelle diese Umsetzung mit $AlCl_3$ am wirtschaftlichsten ist.

Übrigens können auch Mineralöle durch eine derartige Nachbehandlung thermisch verbessert werden. Starnve oder Shell schwer (gefettet), mit 1% $AlCl_3$, 4 Std. auf 100° erhitzt, spaltet Gase, Destillat und Kontaktöl ab und enthält sich in seiner Viskositätsfähigkeit. Oxidring wird ebenfalls angegriffen und behält seine guten thermischen Eigenschaften

tem (Nr. 2069), eine weitere Verbesserung tritt aber nicht ein.

II. Bewertung der Stabilität.

Die thermische Stabilität wurde zunächst ausschließlich nach der Hochmethode gemessen. Diese Methode will nicht indirekt aus anderen Zahlengrößen, wie Gewinnen z. B., Schlüsse ziehen, sondern direkt durch Erhitzen im Hoch feststellen, wie sich das Öl bei Temperaturen ab 300° verhält, d. h. wann und in welcher Umfang der Zerfall des Öles einsetzt. Die Spitzen unserer verbesserten Öle be-
trifften nach 3 stündigen Erhitzen auf 322°C um 90-95 % ihre ursprüngliche Viscosität (Anl. 3, II). Die Genauigkeit der von der DVL angegebenen Methode müsste verbessert werden. Wir stehen z. B. mit dieser Behörde in Gedanken-
tausch.-

Unabhängig von der noch nicht genau fixierten Al-Apparatur haben wir vergleichsweise eine größere Menge Öl im Ruhrholten aus Glas mittels Gasflamme auf genau 325° er-
hitzt und stündlich eine Probe auf Viscosität und Flammpunkt untersucht. (vgl. Anl. 6) und Kurvenblatt 7). Erwinning als Vergleichsbasis wird also unter den gewählten Bedin-
gungen schon angegriffen. Nach 6 Std. ist die Viscosität auf 66,5 % des Anfangswertes, der Flammpunkt um ca. 25°
gesunken. In kurzen Abstand folgt das nachbehandelte
MNH-1 der Anl. 1 und 2, in weitem das unbehandelte Aus-
gangsmaterial aus unserer techn. Versuchsanlage.

In einer ganz ähnlichen Bewertung der erzielten Fort-
schritte kommt man, wenn bei 340° die Menge der innerhalb
9 Std. abgespaltenen Destillate, sowie die Konstanten des
Nachtstandölles bestimmt werden (Anl. 8 und Kurvenblatt 9).
Auch hier liegen nachbehandeltes Öl und Erwinning näher zu-
sammen. Denn erstere gibt, verglichen mit Erwinning, die
doppelte Menge Destillat, dagegen das unbehandelte die
7 fache Menge ab.

Nach beiden Versuchsreihen erreicht also das thermisch
aufgebeuerte Öl bis jetzt das Erwinning nicht, kommt ihm

aber ziemlich nahe.-

Für die Bewertung wesentlich war die Feststellung, dass die thermische Stabilität als stoffliche Eigenschaft eines bestimmten Öles unabhängig von der Viscosität ist. Wir bestimmten bei 4 Ölproben von etwa 12°E die Grenzbeständigkeit, erhöhten durch Abdestillieren V_{50} auf etwa 17°E und fanden praktisch die gleichen thermischen Werte (Nr. 2054).-

Interessant für die Angriffsrichtung des $AlCl_3$ ist folgender Versuch: Destilliert man ein unbehandeltes Rohöl bis zu bestimmten Temperaturpunkten ab und bestimmt die Viscosität der so entstandenen Rückstandsöle, so liegt diese höher, als wenn das gleiche Rohöl vorher eine Nachbehandlung mit $AlCl_3$ erfahren hat: (Nr. 2107):

	Destillation bis 194°	241°	275°
V_{50} unbehandeltes Rohöl	8,9	19,5	35,-
" nachbehandeltes "	8,5	16,4	30,2

d.h. es werden offenbar die hochviscosen, schwersten Anteile der Ölsubstanz angegriffen, sodass die Viscosität im ganzen sinkt. Nach den neuesten Analysenwerten scheinen auch andere Konstanten wie wir min., Conradson, Verdampfbarkeit in günstigen Sinne beeinflusst zu werden. Demnach kann man die $AlCl_3$ -Nachbehandlung ein auch für andere Öle ein nennenswertes Mittel zur Verbesserung und obersten Qualität.

VII. Sonstige Versuche zur thermischen Verwitterung.

Wie wir zu Anfang des Berichtes ausführten, ist an anderen Mitteln und Wegen, die Grenzbeständigkeitsgrenzen zu heben, der Erfolg versagt geblieben. Wir beschränken uns daher darauf, diese Versuche auf Anl. 10 nur kurz anzuführen. Die mannigfachen Institute in der Mitte und in der Nähe meines Gruppe I - V können wohl als abgeschlossen gelten. Bisher sind auf dem Gebiet der Extraktion (VI) erst wenig Versuche angestellt. Auch das Gebiet der Synthese (X) muss, beginnend von der Verwitterung des Quack-

Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten

400705

001991

- 3 -

bennins und seiner Aufteilung in Siedestreifen, noch abgegriffen werden. Ergänzend ist noch zu bemerken, dass durch längeres Erhitzen ohne Zusätze bzw. durch mehr oder weniger weitgehendes Hydrieren unser Öl thermisch nicht verbessert werden konnte.

Plaw

Anlagen.

Gewinnung von 23 kg stabilen Öl.

In Einzelversuchen wurde techn. RHM Öl Pass 265 mit 1 Gew.% $AlCl_3$ (geliefert von der Fa. Morak) 4 Std. lang bei 180° am Rückflusskühler gerührt.

Ausgangsöl hatte $V_{50} = 23,2^\circ E$
Flpkt = $234^\circ C$

Fr. 2061

Gesamter Öleinsatz	22,80 kg	=	100 Gew.%
Gewichtsverlust - Gasbildung			1,7 %
neu gebildete Kontaktschicht			2,4 %
" " Aussehen	fest, glasig		
Öl vor der Destillation V_{50}	$12,5^\circ E$		
" " Flampkt	$142^\circ C$		
<u>Atmosphärische Destillation</u> <u>in Hg-Strecke</u>			
Destillat bis $250^\circ C$ (Öl)	o		
<u>Vakuumdestillation 2-3 mm Hg</u>			
Destillat bis $250^\circ C$ (Öl)			9,9 %
Verlust - Gase			0,3 %
Ölrückstand bei $250^\circ C$ (Öl)			89,7 %
" " V_{50}	$22,5^\circ E$		$21,0^\circ E$
" " Flampkt	$237^\circ C$		$251^\circ C$
<u>Untersuchung im Block.</u>			
Temperatur Block und Öl 3 Std.	III $350/385^\circ$		II $350/385^\circ$
nachher V_{50}	$20,5^\circ E$		$20,5^\circ E$
Rückgang " auf	93 %		93 %
Nachher Flampkt	$247^\circ C$		$273^\circ C$
Rückgang " um	$10^\circ C$		$26^\circ C$

700707

Analyse des stabilen Öles (23 kg)

001993

Kartothek Nr. 1149.

Nr. 2063

n^{20}_D	1,4797	
Dichte 20°C	0,863	
V_0	985,-- ^{°E}	
V_{20}	144,5 ^{°E}	
V_{100F}	43,-- ^{°E}	
V_{50} ✓	21,65 ^{°E}	
V_{210F}	3,28 ^{°E}	
Visc. Polhöhe	1,89	
Viscositäts-Index	98,3	
Stockpunkt	- 25 ^{°C}	
Flammpunkt	+ 261 ^{°C}	
Verdampfbarkeit	6,6 %	
Asche	0,0 %	
Neutralisationszahl	0,0	
Verseifungszahl	0,067	
Ramsbottom	0,144	
Conradson-test	0,248	
Emulgierbarkeit	negativ	
Cl Gehalt lt. Verbrennung	262 mg/kg	
<u>Air min. fest.</u>		
Gew. Verlust	7,2 %	
Visc. 100°C	102,8 ^{°E} entspr. + 139 %	
Ramsbottom	0,76 " + 426 %	
Teerzahl	0,866	
<u>Lurgi-Vak. destillation</u>		
Destillat bis 350°C	58,3 Gew. %	$V_{50} = 2,71^{\circ E}$
Rückstand bei 350°C	36,-- "	$V_{50} = 95^{\circ E}$
Verlust	5,7 "	
	<u>100 Gew. %</u>	

Nachbehandlung.

Zusammenstellung der statistischen Versuche.

I. Öltemperatur etwa 315°C

Nachbehandlung % Katalysator	t	Std.	Aus- beute %	therm. Wert. in Klack		G. %	Versuch Nr.
				t Öl °C	vorher %		
2 % AlCl ₃ } 2 % Tonsil }	140	8	93,4	315	23,7	90	2046/3
2,5 % AlCl ₃	"	15	84,8	315	22,-	93	" 2050/1
1 " "	160	2	-	316	20,-	93	" 2050/1
2,5 " "	"	15	72,3	315	19,4	94	" 2050/2
3 " "	"	2	-	313	23,3	95	" 2050/3
5 " "	"	72	67,2	316	18,1	94	" 2051/1
5 " "	"	2	56,8	314	16,4	94	" 2051/2
2,5 " "	180	15	67,1	315	19,-	94	" 2050/3
7,7 % Kant. (II) } 1 % AlCl ₃ }	"	3	90,4	315	17,-	90	" 2050/3
5 % AlCl ₃	200	2	-	315	10,8	93	" 2051/2
2,5 % "	210	1 Std.	73,6	315	12,8	95	" 2050/1
2,5 " "	220	10 Min.	77,9	315	12,7	95	" 2050/2
2,5 " "	240	2 Min.	73,3	314	12,7	95	" 2050/3

II. Übertemperatur etwa 325°

Nachbehandlung % Katalysator	t	Std.	Aus- beute %	Therm. Entwert. in Hoch		Zu- satz %	Verfahren- No.
				t Öl %	V ₅₀ vorher		
1 % AlCl ₃	160	5	82,2	325	22,-	91	269 No 31/1,5
5 " "	"	1	73,7	332	12,6	92	" No 31/2
5 " "	"	2	76,9	332	22,9	90	" No 31/3
5 " "	"	3	81,3	332	13,2	93	" No 31/4
5 " "	"	4	85,1	328	14,1	93	" No 31/5 2,3
1 " "	170	5	86,9	325	22,8	94	" No 31/6
2 " "	"	5	83,8	325	22,7	92	" No 31/7
2 " "	"	10	78,2	325	20,6	92	" No 31/8
2,5 " "	"	1	83,5	328	23,6	93	" No 31/9
1 " "	180	4	85,7	325	21,65	93	" No 31/10
2 " "	"	4	-	325	19,7	97	" No 31/11 2,4
5 " "	"	2	-	325	18,9	91	" No 31/12
7,7 % Kont. Öl) 1 % AlCl ₃) ögl.	"	2	80,8	327	14,6	93	269 No 31/13
"	"	4	76,-	328	14,2	94	" No 31/14
"	"	4	76,7	325	20,8	93	" No 31/15
2,5 % AlCl ₃	200	1	74,1	327	16,6	97	" No 31/16
9,2 % Kont. Öl	"	4	81,7	325	19,4	92	" No 31/17

001996

Nachbehandlung, Einfluss der Temperatur.

Das techn. RCH Öl Fass 263 wurde in Mengen von 1,3 kg bei verschiedenen Temperaturen mit 2,5 % AlCl₃ 1 Stunde lang gerührt.

Nr. 2041

	150°C	170°C	200°C
Gewichtsverlust = Gase	0,5 %	0,6 %	1,9 %
neu gebildete Kontakt- schicht	5,- %	5,2 %	4,9 %
Öl vor Destillation V ₅₀	20,9°E	11,4°	4,8°
" " Flpkt	171°C	134°	96°
<u>Vakuumdestillation</u>			
Destillat bis 250° (Öl)	2,6 %	10,5 %	18,3 %
Verlust = Gase	0,- %	0,2 %	0,8 %
ungebleichtes Öl (bis)	(250°) 91,9 %	(250°) 83,5 %	(280°) 72,1 %
" " V ₅₀	27,3°E	23,6°E	16,6°E
" " Flpkt	258°C	260°	262°
<u>Untersuchung im Block</u>			
Temperatur Block und Öl	III 360/326°	III 360/328°	III 360/327°
nachher V ₅₀	23,7°	21,9°	16,1°
Rückgang " auf	<u>87 %</u>	<u>93 %</u>	<u>97 %</u>
nachher Flaumpkt	249°C	238°	253°
Rückgang " um	9°C	22°	9°

Nachbehandlung: Einfluss der Zeit.

Das techn. RCH Öl Fass 263 wurde in Mengen von 1,3 kg verschieden lange mit 2 % $AlCl_3$ bei 170° gerührt. Aufheizzeit betrug 30 Min.

Nr. 2059

	1 Std.	2 Std.	3 Std.	10 Std
Gewichtsverlust = Gase	0,1 %	1,0 %	2,2 %	2,4 %
neugebildete Kontaktschicht	5,2 %	4,8 %	3,4 %	3,0 %
" " Aussehen	flüssig	dickflüssig	zäh	fest
Öl vor Destillation V_{50}	15,0°E	10,6°E	11,4°E ?	6,0°E
" " Flpkt	132°C	113°C	110°C	91°C
<u>Atmosphärische Destillation</u>				
Destillat bis 250° (Öl)	0, - %	0,4 %	1,2 %	2,1 %
Verluste = Gase	0, - %	0, - %	0,1 %	0,1 %
<u>Vakuumdestillation</u>				
Destillat bis 225° (Öl)	4,7 %	8,4 %	9,1 %	13,8 %
Verlust = Gase	0,1 %	0,5 %	0,2 %	0,4 %
ungebleichtes Öl 225°	89,9 %	84,9 %	83,8 %	78,2 %
" " V_{50}	22,3°E	22,7°E	22,7°E	20,6°E
" " Flpkt	254°C	256°C	259°C	267°C
<u>Untersuchung im Block</u>				
Temperatur Block und Öl	II 373/325°	III 360/325°	III 356/325°	IV 370/325°
nachher V_{50}	17,1°	19,3°	20,9°	18,9°
Rückgang " auf	77 %	85 %	92 %	92 %
nachher Flammpkt	196°C	230°	250°	267°
Rückgang " um	58°C	26°	9°	± 0°

Erhitzen von Ölen im Rührkolben auf 325°C.

Veränderung von Viscosität und Flammpunkt mit der Zeit.

Je 1900 g Öl wurden im Glaskolben mit Rührwerk und Rückflussekühler mittels Gasflamme auf konstant 325°C erhitzt. Ein N₂-Strom hielt die Luft fern. Jede Stunde wurde eine Ölprobe entnommen und untersucht. Die Zahlen sind das Mittel von 2 Versuchen.

	RCH unbehandelt Pass 203	RCH nachbehandelt Nr. 2063	Grünring
<u>Viscosität V₅₀</u>			
anfangs	<u>23,2° = 100 %</u>	<u>21,65 = 100 %</u>	<u>23,6 = 100 %</u>
nach 1 Std.	18,4 = 79	20,8 = 96	23,15 = 98
2	15,9 = 69	20,- = 92	22,5 = 95,5
3	15,5 = 67	19,- = 88	22,3 = 94,5
4	13,6 = 59	18,3 = 85	22,1 = 93,5
5	13,2 = 57	18,- = 83	21,5 = 91,-
6	12,5 = 54	17,5 = 81	20,4 = 86,5
<u>Flammpunkt</u>			
anfangs	<u>254°</u>	<u>261°</u>	<u>284°</u>
nach 1 Std.	204 = - 50°C	243 = - 18°C	276 = - 8°C
2	169 = - 85	239 = - 22	274 = - 10
3	165 = - 89	227 = - 34	272 = - 12
4	156 = - 98	217 = - 44	270 = - 14
5	161 = - 93	212 = - 49	268 = - 16
6	158 = - 96	207 = - 54	255 = - 29

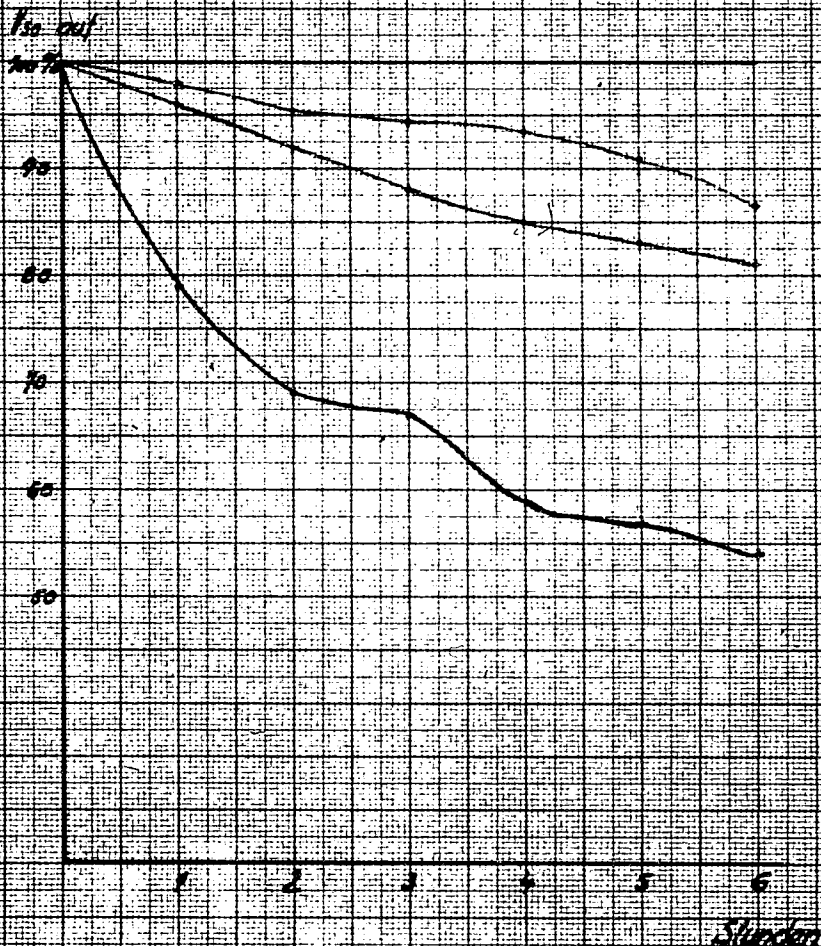
vgl. Kurvenblatt.

100/100 /
Erhitzen verschiedener Öle auf 325 °C

- / / Rohöl unbehandelt
- / / Rohöl nachbehandelt
- / / Grünnung

091999

Die Viscosität ν_{50} betrug:



Erhitzen von Öl in Rührkolben auf 340°
Bestimmung der Spaltprodukte.

Dauererhitzung von je 1900 g Öl in einem bestimmten Rührkolben aus Glas mit Gasflamme. Absteigender Kühler führt die Dämpfe in N₂-Strom durch a) eingekühlte Vorlage b) A-Kohle Furn.
Die Zahlen sind das Mittel aus 2 Versuchen.

	RÖH unbehan- delt Fass 263	RÖH nachbehand- delt Nr. 2063	Grüßring
<u>cm³ Destillat</u>			
nach 1 Std.	22 cm ³	5 cm ³	2 cm ³
2	38	9	3
3	56	14	6
4	70	19	10
5	96	24	13
6	111	30	15
7	127	38	19
8	145	47	22
9	169	54	24
<u>Spaltprodukte</u>			
Destillat Gew%	6,7%	2,7%	1,4%
in A-Kohle "	1,-	0,7	0,6
Gase "	1,-	0,5	0,2
Rückstandsöl Gew%	<u>91,3</u>	<u>96,8</u>	<u>98,2</u>
	100,-%	100,-%	100,-%
Rückstandsöl V ₅₀	9,6°E	13,6°E	17,0°E
" Flkt. 165°C		197°	234°

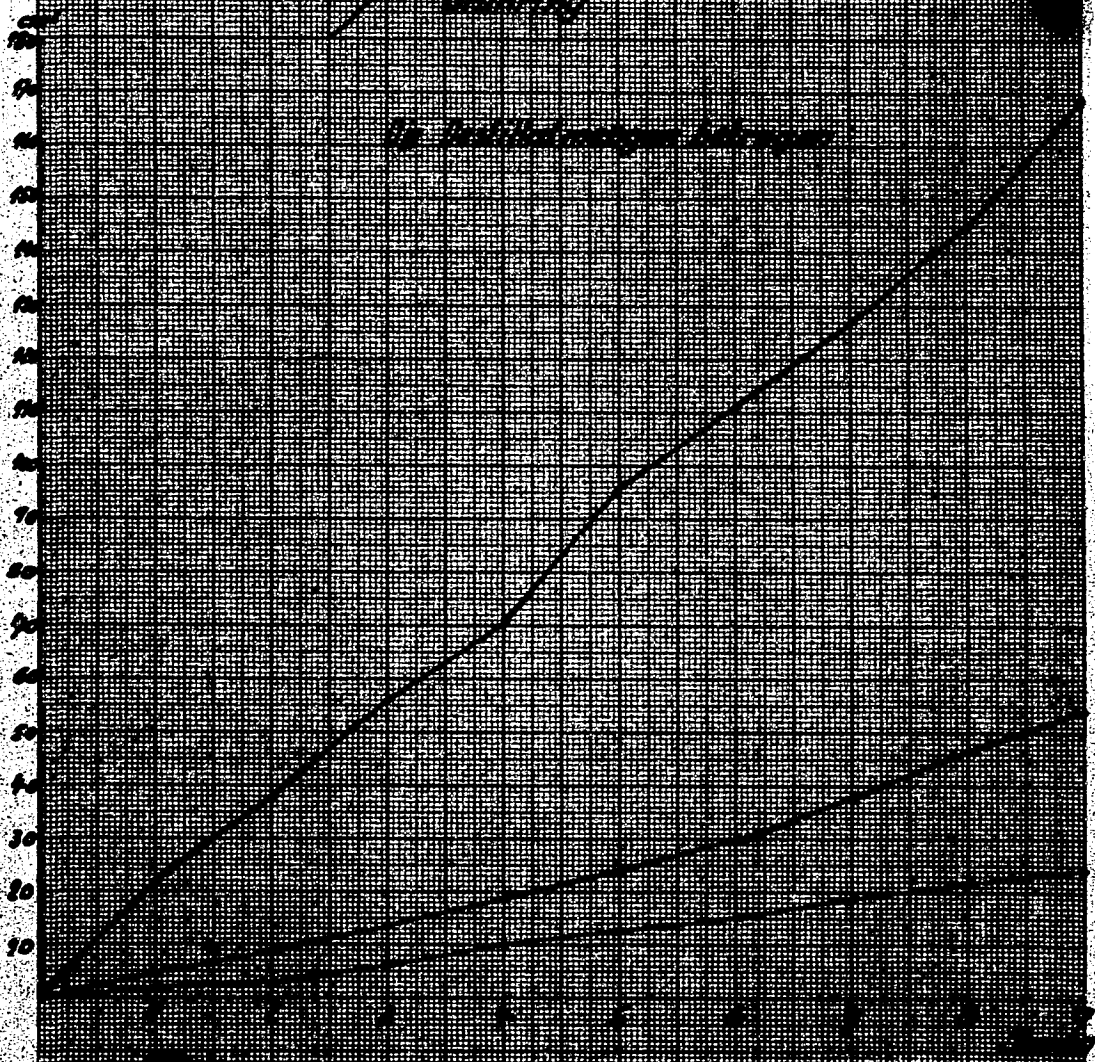
vgl. Kurvenblatt

2013
1970

Ergebnisse des Vergleichs

- / / /
- / / /
- / / /

Die Zeitdauer des



Versuche zur thermischen Verbesserung
des Öls.

Gruppe	Anzahl Versuche	Art der Versuche
I Zusätze zum kalten Öl	3	0,05 bis 0,5 % Stärke
	2	0,1 bis 0,2 % Phenol
	6	0,05 bis 0,5 % Opamel
	5	0,5 bis 2 % Hartparaffin
	9	0,1 bis 6 % Paraffin
	3	0,05 bis 0,5 % Triäthylphosphat
	1	10 Std. mit NH_3 behandeln
	1	5 % Ca Pulver einsetzen
II Erhitzen mit Metallen	12	mit Eisenkontakt (und H_2) verschieden lange obere Schicht oder Öl auf 200-340° erhitzen
	10	mit Ca Pulver (und H_2) auf 200-325°
	2	norm. oder aktiviertes Mg 200°
	3	norm. oder aktiv. Al 120-200°
	1	5 % Zn 3 Std. 200°
III Erhitzen mit Katalysatoren ausser AlCl_3	3	5 % FeCl_3 4 Std. 180 bis 240°
	1	5 % KNO_3 2 Std. 170°
	1	5 % NiCl_2 4 Std. 180°
	4	mit Cyanverbindung. 230 bis 300°
	2	P_2O_5 + NaOH bei 60 bis 120°
IV Umsetzungen in Gegenwart von AlCl_3	3	mit Benzol 50 bis 70° Viskosität steigt
	2	mit Gasöl 70 bis 80°C

700717
002003 (Seite 2)

Gruppe	Anzahl Versuche	Art der Versuche
V Einbau von Schwefel	1	5 in CS_2 gelöst 2 Std. 40° , destilliert (H_2S) ⁷
VI Extraktion	1 1	Bismut 1:1 viermal kalt Chloroz 1:1 viermal kalt
VII Raffination	2 1 2	nach Verflüchtung mit 95 %iger Schwefelsäure zweimal mit 5% Benzol 60° 2 bis 3% Benzol 140 bis 170°
VIII Zugabe stabiler Fremdele	2 3	5 und 10 % Stenave 5 und 10 % Götterring
IX Verschiedenartiges Aufarbeiten der ungleichten oberen Schicht	1	destillieren unmittelbar
	1	nach Wasser, Soda Herstellung
	1	nach Benzol Herstellung
	5	in Gegenwart von Kupfer ohne Ca , Zn , $akt. Ca$, $akt. Hg$.
X Führung der Synthese	2	Entfernung des ersten, hochmolekularen Polymerisates durch Destillation
	5	in Gegenwart von Benzol, schlechtes Ausbeute
	1	in Gegenwart von Benzol
	1	in Gegenwart von Hg
	1	Quarzbenzin aus Naphthalin 140- 160° destilliert in Pythagorasrohr gewonnen