

Schmieröle aus Kogasin und Teerdestillationsprodukte

(II. Mitteilung).

1. Naphthalinraffination.
2. Verbesserung des Schmieröles durch Mitverwendung von Schwerbenzin.
 - a) Schmieröl aus Schwarkogasin, Naphthalin und Schwerbenzin.
 - b) Schmieröl aus Schwarkogasin und Schwerbenzin. Beseitigung des Chlors in den Fertigerprodukten.
3. Verwendung des Vorlaufes der Schmierölsynthese.
4. Wiederverwendung der Doppelverbindung.
5. Unterschied in der Wirkungsweise des Aluminiumchlorids und Aluminiums.
6. Einfluss des Chlorierungsverlaufes und des Chlorgehaltes auf die Eigenschaften des entstehenden Schmieröles.
7. Zusammenfassung.

Die in dem Bericht Nr. 55 vom 3.11.37 niedergelegten Arbeiten hatten zu einem Verfahren geführt, nach welchem Schwarkogasin mit Naphthalin zu Autoölen mittelguter Qualität verarbeitet werden kann. Diese Schmieröle,

sowie

sowie die Herstellungsart bedürfen einer weiteren Verbesserung hinsichtlich der Farbeufhellung, der Vorkokungsleistung, der Entchlörung der Produkte und der Aufarbeitung der Erzeugnisse, worin sich die Problemstellung des vorliegenden Arbeitsschwerpunktes zeigt.

1.) Naphthalinraffination.

Die im Versuch für die dunkle Farbe der aus Naphthalin aus Schieferstein erhaltenen Schmieröle sind in den Verunreinigungen des Rohnaphthalins zu suchen, da mit Reinnaphthalin sehr helle Schmieröle erhalten werden konnten. Eine Verwendung von Reinnaphthalin ist jedoch infolge des hohen Preises (20,00 RM) unmöglich. Auch eine Raffination des Rohnaphthalins mit Schwefelsäure und Natronlauge würde den Preis des Naphthalins so stark erhöhen, dass die Wirtschaftlichkeit der Schmierölsynthese in Frage gestellt wäre. Als billiges Raffinationsmittel kommt die bei der Schmierherstellung abfallende Doppelverbindung in Frage, wenn sie bereits soweit verbraucht ist, dass sie zur Kondensation noch geeignet ist, dass das Rohnaphthalin 2 Stunden mit der Doppelverbindung auf 100 ° erhitzt wird. Durch Zusatz einer entsprechenden Menge Schwerbenzin werden die ausgetriebenen Schmutzstoffe und die Doppelverbindung selbst ausgefällt, die Flüssigkeit mit 2% Bleicherde behandelt

und des Naphthalin - Schwerbenzin - Gemisch destilliert, das ohne weitere Behandlung oder Trennung zur Schmieröl-Synthese weiter verwendet wird, als Rückstand verbleibt ein etwas dunkles Schmieröl mit grüner Fluoreszenz. Das raffinierte Naphthalin ist schneeweiß und als Reinnaphthalin anzusehen. Diese Art der Reinigung des Naphthalins erfordert keine wesentlichen Aufwendungen, da die Refinationsmittel bei der Schmieröl - Herstellung selbst abfällt, und ausserdem ein Teil der in der verarbeiteten Doppelverbindung gelösten Stoffe, die sonst verloren gehen würden, wiedergewonnen werden.

Weitere Versuche zeigten, dass auch die Vorbehandlung des Rohnaphthalins mit Schwerbenzin allein mit oder ohne Anwesenheit von Bleierde zu brauchbaren Schmierölen führt, so wenigstens in manchen Fällen eine gemeinsame Destillation von Schwerbenzin mit Naphthalin.

2) Verbesserung der Schmieröle durch Mitverwendung von Schwerbenzin.

In dem vorhergehenden Bericht war gezeigt worden, dass die unverhältnismässige Verkohlungsneigung der Schmieröle ursächlich in Zusammenhang steht mit dem Grade der Unge-
 sättigtheit (Jodzahl), dass also die Alterung, Verdickung und Verkohung der Öle auf einer Nachpolymerisation dieser ungesättigten Bestandteile beruhen muss. Durch Hydrierung

konnte

Komite - dieser Theorie entsprechend - deshalb die Alterungs-
 Neigung und Verkokungssahl der Schmieröle stark herabgedrückt
 werden. Da jedoch durch eine solche Hydrierung die Kosten
 des Verfahrens wesentlich erhöht wurden, haben wir nach einem
 Weg gesucht, die Bildung von verkokenden Stoffen überhaupt
 von vornherein zu verhindern. Dies wurde dadurch erreicht,
 dass vor oder während der Kondensation von Chlorschwergogasin
 mit Naphthalin Schwurbenzin eingeführt wurde, mit der Absicht,
 die Reaktion zu mildern und gleichzeitig diejenigen ungesät-
 tigten Stoffe, die das Verkoken verursachen und unter
 sich selbst nicht weiter reagieren, mit den Olefinen des Schwer-
 benzins zu einigermassen gesättigten, reaktionstragen Stoffen
 zu verbinden. Die Menge des ²⁵geführten Schwurbenzins beträgt
 100 % der chlorierten Menge Naphthalin-Schwergogasin. Die
 Menge der reaktionsfähigen Anteile des Schwurbenzins beträgt
 also nur 10 % der in Naphthalin und Schwergogasin enthaltenen
 Reaktionsanteile. 10 - 15 % des angewandten Schwurbenzins
 werden in Schmieröl umgewandelt, um diesen Betrag erhöht sich
 die Ausbeute an Schmieröl bezogen auf Schwergogasin und
 Naphthalin. Die übrigen 85 - 90 % des Schwurbenzins gehen
 außer Acht aus dem Prozess hervor und können - in einer ange-
 nehmer riechenden Form als das reine Schwurbenzin - als
 Leuchtöl in den Handel gebracht werden.

Die Anwendung von Schwurbenzin hat noch weitere
 Vorteile von hiesigstechnischer Art: Bei der vorhin beschrie-
 benen Raffination von Naphthalin wird in jedem Falle Schwer-
 benzin

leicht in Gas überbracht werden und verlief wesentlich ruhiger und gleichmäßiger als bei Anwesenheit von Schwerbenzin. Die Chlorwasserstoff-Abgabe war nach 5 Stunden bereits vollständig beendet. Bei dem Erhitzen hätte sich der Aluminiumchloridteil an Boden abgesetzt. Nach der Refination mit 2% Bleicherde war die Farbe des Schmieröls noch heller als die, der nur aus Kogesen hergestellten Öle, Ausbeute und Schmieröl waren - wie erwartet - besser als ohne Anwendung von Schwerbenzin, allerdings war auch die Viskosität erheblich niedriger. Der größte Vorteil dieses Verfahrens bestand jedoch in der Senkung des Conradtestes, von 1.798 auf 0.291, damit ist das Schmieröl in Bezug auf seine Eigenschaften den natürlichen besten Schmierölen gleichzusetzen. Die Ausbeute konnte wie bekannt, durch Wiederverwendung der Doppelverbindung noch erhöht werden.

In der folgenden Tafel I sind einige nach dem beschriebenen Verfahren hergestellte Öle zusammengestellt:

Tafel I

Tafel 1 Einige synthetische Autoöle aus Naphthalin,
Schwerbenzin und Schwerekogasin.

(Katalysator: Aluminium.)

Ausgangsstoff.	Ausbeute		Dichte b: 20 °	Viskos. E ° 50°	Pol- höhe	Conrads. test.
	Schmieröl % +	Vorlauf % -				
Vers. 126 1,5 Cl Kogasin-Naphth. Schwerbenzin mit raffin. Doppelv.	68.4	54.6	0.9083	8.08	1.96	0.291
Versuch 134 wie oben.	60.4	59.3	0.9140	6.2	1.96	0.3119
Vers. 133 1,5 Cl Kogasin-Naphthal. Schwerbenzin Raff. durch Destill. mit Schwerbenzin	56.0	61.3	0.9027	5.44	1.92	0.2507
Vers. 132 b 1,5 Cl-Kog.-Naphth. Schwerbenz. mit Bleicherde raff.	65.0	55.8	0.9267	23.86	1.98	0.560

+ bezogen auf Schwerekogasin und Naphthalin.
o " " Gesamtinsatz.

Polhöhe und Verkokungszahl dieser synthetischen Auto-
öle geben den besten Erdölproduktionen nichts nach.

b) Schmieröl aus Schwerekogasin und Schwerbenzin.

Die guten Ergebnisse, die durch Verwendung von Schwer-
benzin bei der Kondensation von Schwerekogasin mit Naphthalin
erzielt wurden, geben Veranlassung, die Anwendung von Schwer-
benzin

benzin bei der Kondensation von chloriertem Schwerkogasin unter sich zu untersuchen.

Da da it gerechnet werden musste, dass durch die Verwendung des Schwerbenzins, die an und für sich schon niedrige Viskosität des aus Dichlorschwerkogasin erhaltenen Schmieröle, noch weiter herabgesetzt werden würde, wurde für diese Versuchsreihe das 2.5 Cl.- Schwerkogasin verwandt.

<u>Versuch Nr. 126</u>	
Ausgangsmaterial	: Schwerkogasin und Schwerbenzin.
Katalysator	: aktiviertes Aluminium.
Schmieröl	: 63.7 % bezogen auf Schwerkogasin.
Vorlauf	: 49.9 % bezogen auf Schwerkogasin und Schwerbenzin.
Im Teer verbleiben	: 17.9 %
Dichte	: 0.9545
Viskosität in σ E	: 2.39 bei 50 °, 1.35 % bei 100 °
Refraktion	: 1.4742
Polhöhe	: 1.42
Conradsonstest	: 0.1013

Dieselben Eigenschaftsänderungen, die bei der Anwendung von Schwerbenzin bei der Kondensation von Chlorokogasin mit Hauptalin beobachtet wurden, machen sich auch hier bemerkbar. Die Ausbute war beinahe 40 % über als ohne Schwerbenzin, der Verlust durch den gebildeten $AlCl_3$ Teer entsprechend niedriger. Die Viskosität war um über die Hälfte gesunken, daher erreichte die Polhöhe den unwahrscheinlich niedrigen Wert von 1.4 σ . Auch der Conradsonstest lag erheblich tiefer.

Die

Die niedrige Viskosität des Oeles kann ausgeglichen werden durch Vermischen mit einem Oel, das auf dieselbe Weise nur unter Verwendung der Doppelverbindung hergestellt wird, ein solches Oel wurde im folgenden Versuch erhalten:

Versuch Nr. 129

Ausgangsmaterial	: Schwefelkocasin und Schwefelbenzin
Vorlauf	: 76.1 %
Katalysator	: Doppelverbindung aus Versuch 128
Schmieröl	: 66.1 %
Aus d. Teer herausgelöst	: 6.2 %
Dichte	: 0.9043
Refraktion	: 1.437
Viskosität	: in ° E bei 50 ° 16.82, bei 100° 2.71
Polhöhe	: 2.03
Conradsontest	: 0.8696

Das Oel hat eine verhältnismässig dunkle Farbe und höheren Verkokungsrückstand, was auf ungelungene Kondensation zurückzuführen ist, ein Gemisch mit dem oben erwähnten Oel würde es jedoch immer noch ein recht brauchbares Autoölmittel der Viskosität von etwa 10 ° E bei 50 °, eine Polhöhe von etwa 1.8 und einen Conradsontest von 0.5 % darstellen.

Obwohl mit diesen Ergebnissen die Frage der Herstellung von Schmieröl aus hochsiedendem Kocasin ohne Krackung und ohne Zusatz von Aromaten wesentlich günstiger beurteilt werden kann, ist vom Standpunkt der Wirtschaftlichkeit aus

die

die Mitverwendung von Naphthalin entschieden günstiger.

Die beiden Versuche hatten zwar viele Eigenschaftsverbesserungen gegenüber den Versuchen ohne Schwerbenzin gebracht, trotzdem wird in den einen Falle wegen der niedrigen Viskosität, in anderen Falle wegen des Conradsontestes und der Farbe eine praktische Anwendung nicht in Frage kommen. Ausserdem würde die Verwendung von höher chloriertem Kerosin die Wirtschaftlichkeit des Verfahrens verschlechtern.

3) Verwendung des Vorlaufes aus der Schmierölsynthese als Ersatz für Schwerbenzin.

In der folgenden Versuchsreihe sollte untersucht werden, ob und wie weit das als "Vorlauf" und "Mittellauf" bei der Schmierölsynthese abfallende, olefinarme und zwischen 150 und 220 ° (760 mm) und zwischen 100 und 200 ° (15 mm) siedende Öl an Stelle des Schwerbenzins als Verdünnungsmittel verwendet werden kann. Das hat den Vorteil, dass diese Produkte zur Verwendung als Leuchtöl oder anderen Zwecken nicht mehr aufgearbeitet d. h. entchloriert zu werden brauchen. Zu diesem Zwecke wurden 3 Versuche durchgeführt.

1.) mit der Fraktion bis 220 ° (760 mm), 2.) mit dem gesamten Vorlauf, 3.) mit der Fraktion von 100 ° (15 mm), unter Ergänzung der unter 100 ° (15 mm) siedenden Anteile des Vorlaufes durch Schwerbenzin. In diesen Versuchen wurde der Vorlauf auch zur Raffination vom Naphthalin benutzt.

Tafel II.

Tafel II Einfluss der Siederverwendung des Vorlaufes.

Ausgangsmaterial (Als Katalysator Al.)	Schmier. Vorl. Al in % in %	Dichte 20 °	Refrak. 20 °	Visk. E ⁹ b. 50 °	Pol- höhe	Conrad- test.
V. Nr. 128 1,5 Cl- Naphthalin Schwerbenz. Ver- gleichsversuch für Vers. 130, 140	68,5	54,1	0,9291	1,5366	27,4	2,10 0,512
V. Nr. 129 wie bei 128 aber der gesamt- te Vorlauf f. d. Schwerbenzin	57,6	62,0	0,9432	1,5372	26,6	2,20 0,4596
V. Nr. 142 w. b. 128 unter Verwendg. d. Fraktion 100 - 200 ° und Schwerbenz.	57,8	63,1	0,9416	1,5358	19,11	2,27 0,572
V. Nr. 122 bei 1,5 Cl-Naphth. Schwerbenz. Vorl. Vers. f. Vers. 121	65,0	55,3	0,9267	1,5288	23,86	1,98 0,560
V. Nr. 121 w. b. 122 mit Vorl. bis 220 ° (750) hochachtmal. mit Teer raffiniert.	52,0	60,2	0,9203	1,5286	18,79	1,95 0,4741

Aus der vorstehenden Tabelle ist zu entnehmen, dass durch Verwendung des Vor- und Mittellaufs ein - für die ver-
hältnismäßig hohe Viskosität - geringer Verkokungsrückstand
erreicht werden kann. Durch den Fortfall der Schwerbenzinole-
fine ist zunächst die Ausbeute an Schmieröl um einen entspre-
chenden Betrag von 11 % gesunken. Wie ebenfalls zu erwarten
war, ist die Viskosität der Schmieröle und die Polhöhe gestie-
gen, entsprechend der Verringerung der paraffinischen Komponen-
ten durch Wegfall der Schwerbenzinolefine.

Grundsätzlich sind also die "Abfallprodukte" Vor-
lauf und Mittellauf wieder zu verwenden, wobei die Menge dieser
+ Bezogen auf Schwerbenzin und Naphthalin.
o " " Gesamtmenge.

Stoffe

Stoffe durch den verlangten Qualitätsgrad der Schmieröle bestimmt werden.

Einfluss der Menge des zugesetzten Schwerbenzins.

Da die Verwendung grosser Mengen Verdünnungsmittel bei der technischen Durchführung des Verfahrens möglichst zu vermeiden ist, wurde in der folgenden Versuchsreihe untersucht, wie weit der Anteil des Schwerbenzins herabgesetzt werden kann, ohne dass die Qualität der Schmieröle darunter leidet. Es wurden 3 Versuche durchgeführt: mit 100 %, 75 % und 50 % Schwerbenzin, bezogen auf die Menge des angewandten Schwerekogasin und Naphthalin.

Tafel III Einfluss der Schwerbenzinnenge.

Ausgangs- material.	Schmier- öl in %	Vorlf. in %	Dichte 20 °	Refrakt. 20 °	Viokos. E° 50 °	Polh.	Contraß- sonstest
V. 138 T. D. CI-Ko- gasin Har- thal. Schw. benzin	68.5	54.1	0.9391	1.5366	27.4	2.10	0.512
V. 142 75 % Schw.- benz. sonst wie 138	62.0	50.7	0.9456	1.5345	27.9	2.03	0.803
V. 141 50 % Schw. Benz. sonst wie 138	52.9	44.0	0.9410	1.5380	37.1	2.21	0.8530
+ Bezogen auf Schwerekogasin und Naphthalin. o " " " Gesamterzeugung.							

Wie aus unseren bisherigen Versuchen zu schliessen war, hatte sich die Verwendung der Schwerbenzinnenge in der erwarteten Weise ausgewirkt (siehe Tafel III): Senkung der Ausbeute, Steigerung von Dichte, Refraktion, Polhöhe und Verkokungsrückstand. Aus den Versuchen kann entnommen werden, dass ein Zusatz

Zusatz von 75 % Schwerbenzin genügt, um ein Öl mit ausreichender Polhöhe und niedrigem Verkokungsrückstand herzustellen. Weiterhin ist anzunehmen, dass man den Schwerbenzinzusatz noch weiter herabsetzen kann, wenn man auf Grund der dadurch verursachten Viskositätssteigerung ein weniger chloriertes Schwerebenzin anwendet. Eine weitere Möglichkeit zur Herabminderung der Schwerbenzinnmenge besteht in dem teilweisen Ersatz durch den bei der Schmierölsynthese auffallenden Vorlauf.

4.) Wiederverwendung der Doppelverbindung.

Frühere Versuche hatten gezeigt, dass bei der Verwendung der bei der Synthese des Schmieröls entstehenden Aluminiumchlorid-doppelverbindung als Katalysator eine Erhöhung der Ausbeute und der Viskosität der Schmieröle erreicht werden konnte. Es trat die Frage auf, ob nicht die Synthese für die technische Durchführung einfacher gestaltet werden könnte, wenn die Doppelverbindung dauernd als Katalysator benutzt würde, derart dass nach jeder Kondensation stets etwa 30 % der Doppelverbindung abgezogen und durch frisches Aluminium ersetzt würde. In der folgenden Tafel IV sind zwei derartige Versuchsergebnisse in ihren Ergebnissen wiedergegeben und zwar gehören die ersten beiden Versuche 134 und 135 zusammen und die dem folgenden Versuche 140, 143 und 145 derart, dass Versuche 134 und 138 mit frischem Katalysator und die anderen Versuche mit der im vorhergehenden Versuch erhaltenen Doppelverbindung unter Zusatz von 30 % frischem Katalysator angesetzt wurden.

Tafel IV.

Tafel IV Wiederverwendung der Doppelverbindung.

Ausgangs- material	Katal.	Schmieröl in %	Vorlf. in %	Dichte	Refrak.	Viskos. NE ° 50° Höhe	Pol- Contad.- höhe	Conrad- Contad.- test
Vers. 134 1,5 Cl.- Kocasin Naphth. lin Schwerkogas. Al.		60.4	59.2	0.9040	1.5193	6.2	1.96	0.3119
Vers. 135 wie V. 134	Al. Dov.	71.9	56.2	0.9325	1.5312	11.34	2.15	0.434
Vers. 138 1,5 Cl. Koc. Naphth. lin Schw. Benzin	Al.	68.5	54.1	0.9391	1.5366	27.4	2.10	0.512
Vers. 140 wie 138	Al. Dov.	80.7	43.9	0.9421	1.5321	26.9	1.85	1.0824
Vers. 143 wie 138	"	74.8	47.8	0.9458	1.5342	35.3	2.25	1.035
Vers. 145 wie oben.	"	60.9	50.3	0.9444	1.5312	25.29	2.19	0.5925

Die Versuche zeigen, dass im allgemeinen Oele mit guter Ausbeute (bis zu 80 % bezogen auf Schweregasin und Naphthalin) und hinreichender Viskosität erhalten werden. Weiter ist jedoch daraus zu ersehen, dass bei der kontinuierlichen Wiederverwendung der Doppelverbindung nicht kontrollierbare Abweichungen in Bezug auf Verkokungsstand, sowie hinsichtlich der Farbe und der Aufarbeitung des Reaktionsgemisches auftreten. Der Grund hierfür ist darin zu suchen, dass auf die angegebene Weise immer verhältnismässig "verbrauchte" Teile der Doppelverbindung in die Reaktion eintreten, die erst bei hoher Temperatur an zu arbeiten fangen und dabei solche Stoffe abspalten, die für den hohen Ver-
kokungsstand

Verkokungsrickstand und Chlorgehalt verantwortlich zu machen sind. Im Gegensatz hierzu benötigt der frisch zugeführte Katalysator eine sehr viel tiefere Temperatur, so dass hierin von vornherein zwei Gegensätze liegen, die sich kaum ausgleichen lassen. Man wird deshalb praktisch so arbeiten, dass man die Doppelverbindung ein bis zweimal benutzt, - um die Ausbeute zu erhöhen verhältnismäßig hochviskose Produkte zu erzielen - und als Reaktionsgemisch jeweils mit frischem Katalysator nachkondensiert.

5.) Unterschied in der Wirkungsweise von Aluminium und Aluminiumchlorid

Eine Verwendung von Aluminiumchlorid als Katalysator, gestaltet die Reaktion noch gleichmässiger und liefert sehr helle Schmieröle, deren Viskosität aber etwas niedriger und deren Polhöhe höher ist, als bei der Verwendung von aktiviertem Aluminium. Auch der Conradsontest ist schlechter. Wahrscheinlich wirkt bei der Verwendung von Al₂Cl₃ das bei der Entstehung von AlCl₃ aus Al und HCl gebildete Wasserstoff zum Teil hydrierend auf das entstehende Schmieröl, wodurch der Conradsontest verbessert werden dürfte.

Tafel VI. Unterschied von Aluminium und Aluminiumchlorid.

Ausgangsstoff	Katal.	Schmieröl in %	Vorl. in %	Dichte in 20°	Refrak. in 20°	Viskos. °E 50°	Polhöhe	Conrads. test.
Vers. 138 1.5 Cl.-Koc. Naphtl. Schwer Benzol.	AlCl ₃	68.5	54.1	0.9291	1.5366	27.4	2.10	0.512
Vers. 143 wie 138	AlCl ₃	70.5	49.4	0.9418	1.5377	21.36	2.13	0.6842

6.) Einfluss des Chlorierungsverlaufes und des Chlorgehaltes auf die Eigenschaften des entstehenden Schmieröles.

Fast alle Versuche, aus Schwerkogasin, Naphthalin und Selenol in Schmieröle herzustellen wurden mit 1.5 Cl - Kogasin durchgeführt. Trotzdem also bei allen Versuchen das gleiche Ausgangsmaterial und z. B. bei der Verwendung von Al als Katalysator auch die gleichen Versuchsbedingungen gewählt wurden, waren die erhaltenen Schmieröle verschieden, da aber auch andererseits die in das Schwerkogasin eingeführte Chlormenge stets gleich war und stichtsaussig kontrolliert wurde, konnte die Verschiedenartigkeit der Öle nur aus dem verschiedenartigen Verlauf der Chlorierung des Schwerkogasins erklärt werden. Aus Versuchen, das Schwerkogasin im Dunkeln, d. h. ohne Einwirkung des Sonnenlichtes zu chlorieren, ging eindeutig hervor, dass ein Angriff des Chlormoleküls auf das Kogasin nur in Anwesenheit von ultraviolettem Licht möglich ist. Infolgedessen verliefen die ersten Chlorierungen, die im Sommer durchgeführt wurden, äusserst gleichmässig. Später bei schwachem Sonnenlicht liessen sich dagegen erst beträchtliche Chlorionengen im Kogasin auf, ohne dass eine Reaktion eintrat. Nachdem eine bestimmte Chlorkonzentration erreicht war, setzte die Chlorwasserstoffabgabe mit grosser Heftigkeit ein. Trotzdem genügend gerührt wurde, liess sich keine einheitliche Chlorierung erreichen, sondern es trat abwechselnd einmal Lösung und dann bei einer gewissen Konzentration die Reaktion ein. Es ist anzunehmen, dass in diesen ungleichmässig chlorierten Produkten teilweise höher chlorierte Di- oder Tri-Chlorkogene vorhanden sind. Eine Chlorierung im Dunkeln war selbst in der Wärme unmöglich.

Tafel VI Einfluss des Chlorierungsverlaufes. (Katalysator Al)

Ausgangsstoff	Schmier. Vorfl. in %	Dichte bei 20°	Refrak.	Viskos. bei 50°	Polhöhe	Conradsonstest
Versuch 126 1,5 Cl-Kogasin. Nachtal. - Sch. benzin. 5B	69.4	54.6	0.9083	1.5228	8.08	1.96 0.291
Versuch 134 wie oben.	61.4	59.3	0.9140	1.5193	6.2	1.96 0.3119
Versuch 132 wie oben.	65.0	55.8	0.9267	1.5288	23.86	1.98 0.560
Versuch 138 wie oben.	68.5	54.1	0.9391	1.5366	27.4	2.10 0.512

Die in der Tabelle aufgeführten Versuche zeigen den Unterschied der entstehenden Schmieröle bei gleichmässiger und bei ungleichmässig verlaufener Chlorierung. Bei gleichmässig verlaufener Chlorierung (Versuch 126 und 134) unter Einwirkung des Sonnenlichtes, entstehen Schmieröle von hoher Viskosität und niedriger Polhöhe und niedrigem Conradsonstest. Versuch 132 und 138 zeigen Schmieröle aus ungleichmässig chlorierten 1,5 Cl - Kogasin. Sie haben eine viel höhere Viskosität, sind daher aber in Bezug auf Polhöhe und Conradsonstest etwas schlechter. Trotz dem muss man die Versuche 132 und 138 als günstiger ansehen, da man bei gleicher Viskosität der Schmieröle weniger Chlor einzuführen braucht als bei Versuch 126 und 134 und dadurch die Wirtschaftlichkeit des Prozesses stark hebt wurde.

Um die Abhängigkeit der entstehenden Schmieröle von dem Chlorierungsgrad des Schwerekogasins festzulegen, werden Kondensationsversuche mit Chlorkogasin von verschiedenem Chlorgehalt (1, 1.1, 1.2, 1.3, 1.4, 1.5, Cl-Kogasin) Naphthalin und Schwerbenzin durchgeführt. Die Chlorierung des Schwerekogasins wurde so ausgeführt, dass in einer Portion durchlaufend chloriert und jedesmal beim Erreichen des gewünschten Chlorgehaltes eine Probe der gewünschten Chlorverbindung abgenommen wurde. Ausserdem wurde der Chlorgehalt von 1.2, 1.4, 1.5 Chlorkogasin nachher zur Kontrolle analytisch bestimmt.

Dichten der hergestellten Cl-Kogasine Chlorgehalt (analytisch
i. d. Kalorimeterbombe best

1.1 Cl-Kogasin	0.899	--
1.2 Cl "	0.937	--
1.3 Cl "	0.9174	17.36 % Cl
1.4 Cl "	0.9210	17.98 % Cl
1.5 Cl "	0.9260	18.75 % Cl

Die Chlorkogasins wurden wie bisher mit Naphthalin und Schwerbenzin umgesetzt. Als Katalysator für die Hauptkondensation wurde Aluminiumchlorid, für die Nachkondensation dagegen aktiviertes Aluminium benutzt.

Tafel VII Einfluss des Chlorierungsgrades.

(Katalysator Aluminiumchlorid)

Ausgangsmaterial	Schmier-Vorlf.	Dichte	Refrakt.	Visko.	Polh.	Odstes	C.	Stp.
Vers. 147 1.0 Cl-Kogasin Nachtl.-Schwerbz. 66.4	57.1	0.9357	1.5344	10.95	2.14	0.627		-26
Vers. 148 1.0 Cl-Kogasin Nachtl.-Schwerbz. 62.0	57.4	0.9339	1.5268	15.45	2.22	0.776		-29
Vers. 149 1.0 Cl-Kogasin Nachtl.-Schwerbz. 62.5	56.0	0.9433	1.5406	20.08	2.29	1.637		-26
Vers. 150 1.5 Cl-Kogasin Nachtl.-Schwerbz. 64.8	56.6	0.9424	1.5407	20.28	2.28	0.847		-26
Vers. 151 1.0 Cl-Kogasin Nachtl.-Schwerbz. 61.6	56.1	0.9443	1.5420	24.31	2.34	0.931		-21

Alle Schmieröle wiesen die gleiche hellgelbe Farbe auf. Ihre Eigenschaftenänderungen von 1.0 Cl-Kogasin bis 1.5 Cl-Kogasin vollzogen sich regelmäßig mit Ausnahme des Versuches 150, bei dem wahrscheinlich das neu hinzugefügte Chlor nur gelöst worden war. So stieg z.B. die Viskosität, bei der Einführung von 0.1 Cl mehr um 5 ° B, die Polhöhe um 0.06 - 0.08 und der Conradson - Test um ungefähr um 0.1. Die Ausbeute veränderte sich wenig, ihre Veränderungen werden hauptsächlich durch den Raffinationsverlust und die gebildete Doppelverbindung hervorgerufen. Für eine Verwendung als Autol waren die Schmieröle aus den Versuchen 147 und 148 als Winter- und Sommeröl geeignet, so dass als Ergebnis dieser Versuchsreihe resultiert, dass man durch geschickte Reaktionslenkung der Chlorierung die Menge des angewendeten Chlors weitgehend (von 1.5 auf 1.0 Mol Cl₂ auf das Mol Kogasin) herabsetzen kann.

Zusammenfassung.

- 1.) Es wurde ein Verfahren gefunden, nach welchem das Kolnaphthalin mit bei der Synthese anfallenden Produkten für die Schmierölsynthese ohne wesentlichen Kosten vorbereinigt werden kann.
- 2.) Die Eigenschaften des Kogasin - Naphthalin - Schmieröls konnte durch Mitverwendung von Schwerbenzin wesentlich verbessert und die Aufarbeitung des Reaktionsgemisches erheblich erleichtert werden. Die Schmierölausbeute kann somit auf etwa 70 %, bezogen auf das angewandte Kogasin + Naphthalin erhöht werden.
- 3.) Es wurde festgestellt, dass ein Teil der Nebenzeugnisse der Schmierölsynthese für diese wiederverwandt werden kann.
- 4.) Es wurde die optimale Menge des zu verwendeten Schwerbenzins festgelegt.
- 5.) Es wurde untersucht, wie weit durch Wiederverwendung des Katalysators die Ausbeute an Schmieröl erhöht werden kann.
- 6.) Der Unterschied in der Wirkungsweise von Aluminium und Aluminiumchlorid wurde untersucht.
- 7.) Der Einfluss des Chlorierungsverlaufes und des Chlorgehaltes auf die Eigenschaften des entstehenden Schmieröls wurde quantitativ verfolgt und die optimalen Bedingungen festgelegt.
Weitere Arbeiten auf diesem Gebiete sollen in Richtung der Entchlorierung der Fertigerprodukte angestellt werden.
An der Durchführung der anliegenden Arbeit war Herr Dr. Valz beteiligt.