

Ruhrchemie Aktiengesellschaft  
Oberhausen-Holten

Holten, den 14.12.39

Cl/Fk.

Verw.  
Teb. Nr. 3498 ✓  
Eing. 14.12.39

3448 - 30/501 - 67

Herrn Professor Martin  
Herrn Dr. Hagemann  
Herrn Direktor Alberts  
Herrn Dr. Göthel

000030  
000480  
000030

Erhöhung der Lagerfestigkeit von nachbehandelten  
Ölen durch Zugabe von -Naphthylamin.

Bekanntlich geht die Sauerstoffbeständigkeit unserer Öle, die mit Al Cl 3 in der Hitze nachbehandelt wurden, mehr oder weniger schnell zurück, wenn sie in Glasflaschen am Tageslicht Wochen oder Monate lang gelagert werden.

Andererseits wiesen wir in unseren früheren Berichten auf die stabilisierende Wirkung des -Naphthylamins hin.

Im nachfolgenden Bericht wird das Verhalten eines solchen nachbehandelten Öles auf eine besonders lange Zeit hin - fünfviertel Jahre - verfolgt. Gleichzeitig wird der Einfluss diskutiert, den eine Zugabe von Luft bei der Nachbehandlung auf die Eigenschaften des Öles ausübt.

I. Nachbehandlung eines Öles mit und ohne Luftzugabe.

Laut Anlage 1 wurde bereits Anfang Juli 1938 ein in der technischen Apparatur des Hauptlaboratoriums hergestelltes Rückstandsöl V50 = 8° auf zweierlei Weise stabilisiert:

1) durch Erhitzen mit 2% Al Cl<sub>3</sub> 4 Std. 180° bzw.

2) 3% Al Cl<sub>3</sub> 4 Std. 180° unter gleichzeitigem Durchleiten von 10 l Luft je kg und Std.

Wie die Zahlen der Anl. 1 beweisen, stimmen überraschenderweise die Analysenwerte der beiden Öle, so z.B. die NZ, VZ, Ramsbottom und thermischen Werte weitgehend überein. Diese Feststellung ist sehr bemerkenswert. Sie zeigt, dass nicht jede Einwirkung von Sauerstoff grundsätzlich die Alterung des Öles zur Folge haben muss. Ist Al Cl 3

000981

zugegen und fehlen die Metalle, so werden offenbar die schädlichen Produkte, die durch die Reaktion des Sauerstoffes in Öl entstehen, zerstört bzw. an ihrer Bildung gehindert.

### II. Lagerung der beiden Öle.

Gemäss Anlage 2 bleibt die gute Alterungsbeständigkeit, bewertet nach dem üblichen "O<sub>2</sub> Test 140°", bei längerer Lagerung in Glasflaschen am Licht nicht bestehen. Bis Januar 1939, also innerhalb eines halben Jahres, war der Rückgang der beiden Öle erheblich. Vgl. auch Kurvenblätter Anl. 3 und 4. Das mit Luft behandelte Öl erwies sich hierbei als etwas empfindlicher. Während dieser Zeit stieg übrigens die Verseifungszahl bei 2383/4 (ohne Luft) auf 0,15  
bei 2383/3 (mit Luft) auf 0,20.

### III. Verhalten der mit Inhibitor versetzten Öle.

Um die so zurückgegangenen Lagerproben wieder alterungsfest zu machen, wurden am 21. Januar 39 je 0,3% -Naphthylamin zugesetzt. In der Tat stieg der O<sub>2</sub> Test 140° nunmehr wieder auf einen guten Wert an. Während der weiteren Lagerung bis zum Herbst 39 gingen gewisse Veränderungen der Öle vor sich, die als eine langsam verlaufende Reinigung der Ölsubstanz aufgefasst werden müssen. Aus der tiefroten, dann violettgefärbten Flüssigkeit schieden sich allmählich wachsende Kristallaggregate an der Glaswandung ab; auf dem Boden sammelte sich ein feiner, grauer Schlamm. Gleichzeitig wurde der O<sub>2</sub> Test 140° immer besser:

Öl ohne Luft :	27. Januar 1939	180 Min. * 14,6°
	1. April 1939	180 " + 9,9°
	1. November 1939	180 " + 4,4°

Angesichts der kleinen Restmengen wurden am 1. November die beiden Ölproben vereinigt. Ihre gemeinsame Untersuchung ist aus Anlage 5 ersichtlich. Sie zeigt, dass die unansehnliche violettrote Färbung des Öles durch Bleichen in der Hitze zu braunrot verbessert werden kann, ohne dass die hohe Stabilität des Öles darunter leidet.

-3-

Cl/Fk.

Zusammenfassung.

Al Cl3 nachbehandelte Öle können, wenn sie bei der Lagerung zurückgegangen sind, durch - Naphthylamin wieder stabilisiert werden. Es entstehen Öle mit hoher Lagerfestigkeit. Ausscheidungen weisen auf Reinigungsvorgänge hin. Gemäss H. Meyer, Konstitutionsermittlung organischer Verbindungen S 433 wird das obige Amin zur Trennung von Aldehyden und Ketonen benutzt.

---



Anlagen.

Anlage 1

AlCl<sub>3</sub> - Nachbehandlung für sich oder in Gegenwart von Luft.

Ausgangsmaterial bildete ein unbehandeltes, in der techn. Anlage des Hauptlaboratoriums hergestelltes Rückstandsöl,  $V_{50} = 8^{\circ}$ .  
"Grenztemperatur" =  $113^{\circ}$  d.h. mit  $O_2$  gealtert, stieg die Temperatur ab  $113^{\circ}$  in 3 Stunden um  $20^{\circ}C$ . /  $O_2$  Test  $140^{\circ} = 31$ .Min. +  $20^{\circ}C$ .  
Nachbehandlung erfolgte mit oder ohne gleichzeitige Luftzugabe 4 Std. bei  $180^{\circ}$ . Versuche aus Anfang Juli 1938.

	2383/4 AlCl <sub>3</sub>	2383/3 AlCl <sub>3</sub> + Luft
<u>Nachbehandlung</u>		
AlCl <sub>3</sub>	2 %	3 %
Luft	-	1 Ltr. Luft/h u. 100g Cl
Rühren	4 Std. $180^{\circ}$	4 Std. $180^{\circ}$
<u>Vak. Destillation</u>		
Destillat bis $220^{\circ}Fl.$	15,8 %	13,8 %
Rückstandsöl $220^{\circ}$	77,8 %	73,3 %
<u>Analyse</u>		
d-20	0,856	0,854
$V_{50}$	7,8	9,1
v Pöhlhöhe	1,9	2,0
Flpkt.	225	230
NZ	0,01	0,01
VZ	0,04	0,08
Jodzahl	14	22
Ramsbottom	0,14	0,18
Grenztemperatur	$143^{\circ}C$	$143^{\circ}C$
3 Std. 15 Ltr. $O_2/h$	NZ = 0,10 / VZ = 0,70	NZ = 0,12 / VZ = 0,83
$140^{\circ}$ konstant		
Therm. Stabilität $330^{\circ}$	$V_{50} = 86^{\circ}$	$V_{50} = 79^{\circ}$
	Flpkt. fällt $38^{\circ}$	Flpkt. fällt $50^{\circ}$
Kupfer Test $120^{\circ}C$	0	0

000984

Anlage 2

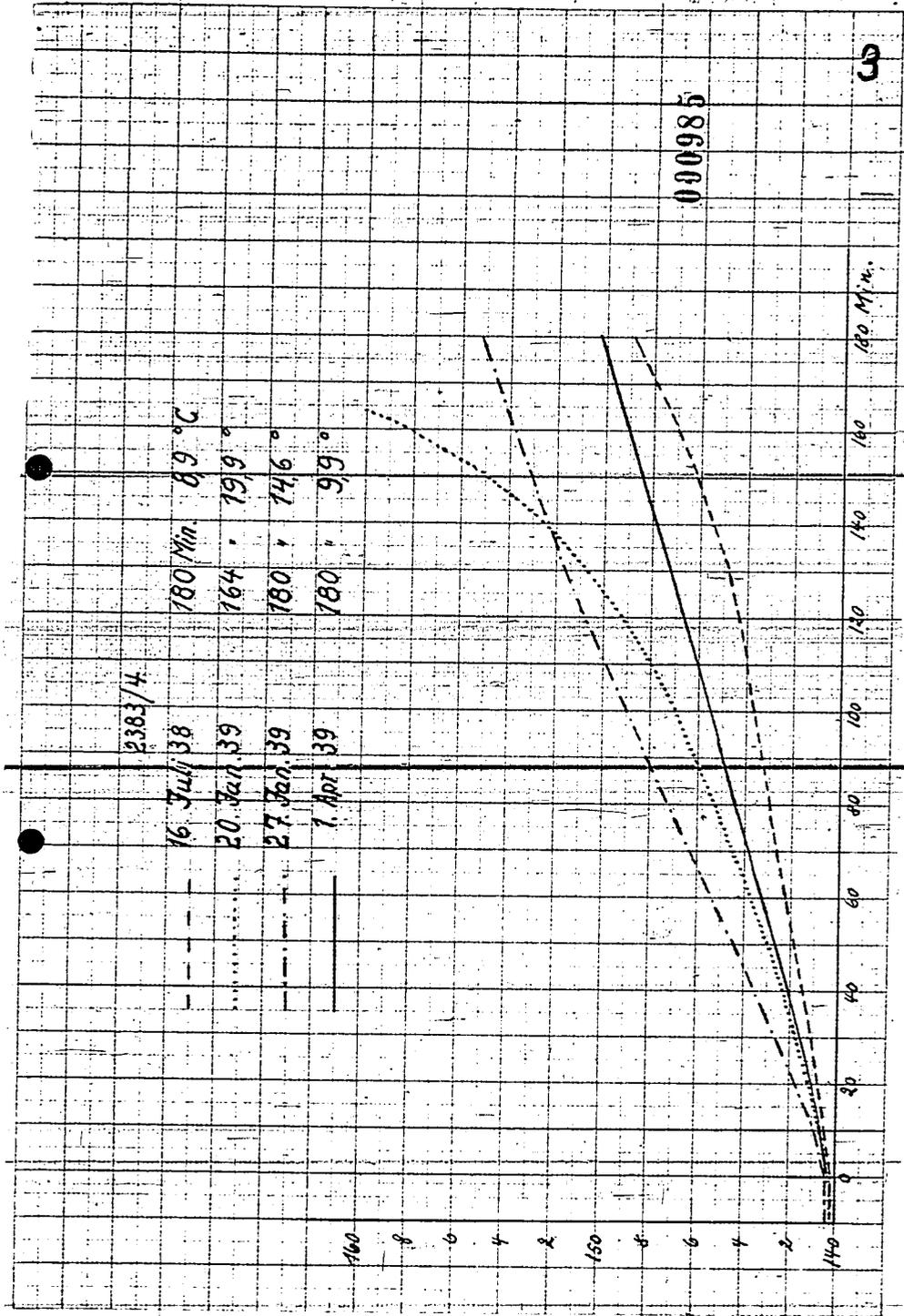
Veränderung des O<sub>2</sub> Testes 140° beim Lagern. Zugabe eines Inhibitors.

Methode: 150 g Öl werden auf 140° erhitzt und mit 15 l O<sub>2</sub>/h gealtert. Beobachtet wird der Ablauf der Temperaturerhöhung etwa bis 160°C.

Die Ölproben wurden am Tageslicht, in Glasflaschen, gelagert.

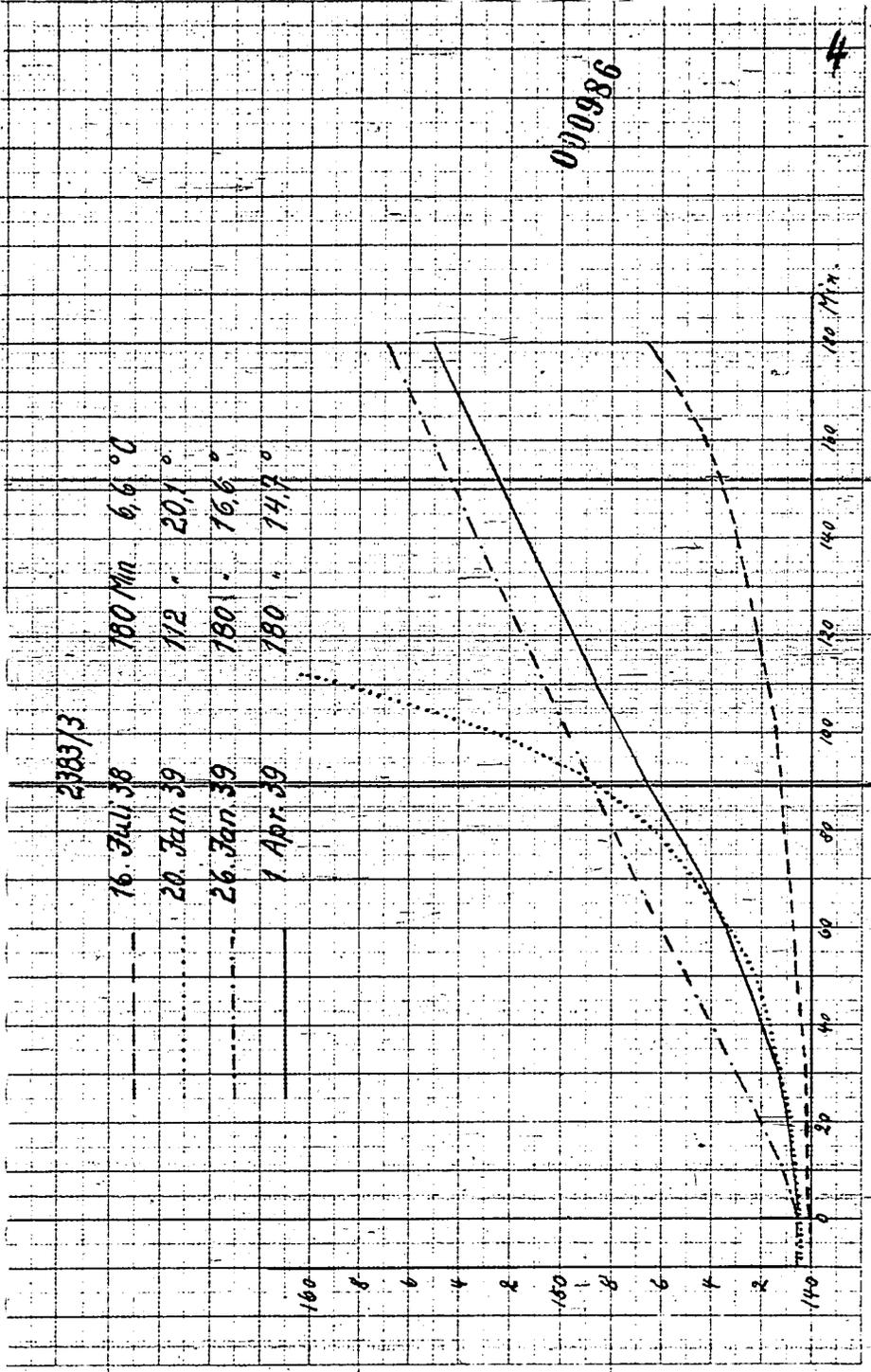
Öl 2383/4 AlCl <sub>3</sub>			Öl 2383/3 AlCl <sub>3</sub> + Luft		
Datum	O <sub>2</sub> Test	Ind. Z.	Datum	O <sub>2</sub> Test	Ind. Z.
			10. Juli 38	180 M. + 2,7° NZ = 0,09 VZ = 0,70	180 M.
16. Juli 38	180 M. + 8,9° NZ = 0,10 VZ = 0,73	180 M.	16. Juli 38	180 M. + 6,6° NZ = 0,42 VZ = 1,10	180 M.
20. Jan. 39	164 M. + 19,9°	110 M.	20. Jan. 39	112 M. + 20,1°	60 M.
Die beiden zurückgegangenen Öle wurden am 21. Januar 1939 mit <u>0,3 %</u> <u>-Naphthylamin</u> versetzt und weiter gelagert.					
27. Jan. 39	180 M. + 14,6°	-	26. Jan. 39	180 M. + 16,6°	180 M.
1. Apr. 39	180 M. + 9,9°	180 M.	1. Apr. 39	180 M. + 14,7°	180 M.

Die Untersuchung der vereinigten Öle am 1. November 1939 ergab noch bessere Werte. (vgl. Anl. 5).



000985

3



000987.

Ruhrchemie Aktiengesellschaft  
Oberhausen-Holten

Anlage 5

Filtrieren und Bleichen der 5/4 Jahr gelagerten Öle.

Angesichts der zur Verfügung stehenden kleinen Restmengen wurden die beiden Öle am 1. November 1939 vereinigt und alsdann wie folgt verarbeitet:

2842

	1 nicht filtrieren	2 filtrieren	3 bei 100° bleichen	4 bei 180° bleichen
Öleinsatz	150 g	350 g	350 g	350 g
Behandlung	Keine. Bodensatz war dabei	filtrieren	mit 10% Tonsil 10 Min. bei 100° bleichen.	mit 10% Tonsil 10 Min. bei 180° bleichen.
Farbe des Öles	violettrot	violettrot	braunrot gute Farbe	braunrot gute Farbe
O <sub>2</sub> -Test 140° 1. Nov.	180 M. + 3,9°	180 M. + 3,3°	180 M. + 3,3°	180 M. + 3,6°
" Ind. Zeit	180 M.	180 M.	180 M.	180 M.