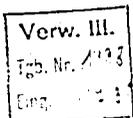


den 6. Juli 1938.



VERTRAULICH !

001011

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

Vorläufiger Bericht über die Nachbehandlung des synthetischen
Öles mit-Granosil.

I. Einleitung.

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 verschiedenster Viskosität nachträglich mit $AlCl_3$ heiss nachbehandelt. Durch diese Fortführung der Polymerisation verbessern sich ausser den obigen Faktoren Polhöhe und Flammpunkt, auch die Sedimentzahl kann je nach den gewählten Bedingungen durch einen kräftigen Eingriff in die Substanz mehr oder weniger von 100 bis etwa 5 gesenkt werden. Die Methode hat also eine sehr umfangreiche Wirkungsbreite, bringt aber grosse Verluste mit sich, sodass auch andere Mittel gesucht werden mussten.

Als ein solches Mittel erwies sich bei der Prüfung zahlreicher Substanzen das Granosil.

Der nachfolgende Bericht bringt eine Zusammenstellung 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 Granosil, 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 330°C) erfolgte dient uns neuerdings der Sauerstofftest 140° als Massstab. Diese Methode entwickelten wir aus der Messung der Erwärmung, die auftritt, wenn man ein Öl mit conc. Schwefelsäure 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 besonderen Bericht werden wir demnächst die Einzelheiten dieses Testes darlegen.

Die Prüfung erfolgt in der Weise, dass die Erwärmung beobachtet wird, die auftritt, wenn man das 140° heisse Öl mit 15 l/h heissem Sauerstoff behandelt. Es ergeben sich dann charakteristische Temperaturkurven, deren Form ~~aus dem beigefügten~~ Kurvenblatt 1) zu ersehen ist. Während unsere Betriebsöle mit dem Sauerstoff stark reagieren und sich in der Aufwärmung übersteigern, sind einige typische Mineralöle gegen O_2 reaktionsträger; die Temperaturerhöhung erfolgt hier langsam und in etwa gleichmässiger. Wie Anlage 2) erkennen lässt, verlangsamt sich, sogar, im 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 fallend auf $2,5^{\circ}\text{C}$. Es ist uns in den letzten Tagen durch eine Sonderbehandlung mittels AlCl_3 und Luft gelungen, den stündlichen Anstieg auf $0,4^{\circ}\text{C}$ zu verringern.

II. Versuche mit verschiedenen Substanzen.

Die auf ihre Eignung untersuchten Substanzen verschiedenartigster Stoffklasse sind, nach dem Sauerstofftest geordnet, auf Anlage 3) zusammengestellt. In der zunächst festgehaltenen Annahme, dass der Einfluss des Luftsauerstoffs während der Nachbehandlung sorgfältig ferngehalten werden müsse, wurde das Reaktionsgefäss stets unter Stickstoffschutz gestellt. Nach den neuesten Beobachtungen bedarf es dieses Schutzes nicht; vielmehr gibt anscheinend der Sauerstoff unter gewissen Bedingungen sogar eine zusätzliche Wirkung. Überraschenderweise sind ausgesprochene Polymerisationskatalysatoren wie der Ipatieffkontakt ganz wirkungslos.-

Interesse verdient lediglich die sonst im Betriebe zur Aufhellung der Öle verwandte Gruppe der Bleichherden: Tonsil, Terrana und Granosil. Diese auf Anlage 3) zuletzt aufgeführten Substanzen sind imstande, 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 Filmdruckfestigkeit von 270 auf 180 kg/cm².

Die günstigsten Zusätze Terrana und Tonsil sind auf Anlage 4) mit den wirkungslosen Stoffen, Silicagel und Floridin, noch einmal analytisch verglichen. Der Vergleich zeigt den Einfluss auf Jodzahl, O₂ Test und Blochzahl, wenn ein bestimmtes Öl von $\nu_{50} = 8^{\circ}\text{S}$ mit 10 % der obigen 4 Substanzen 4 Std. lang auf ~~235~~⁵⁰° erhitzt wurde. Die Jodzahl sinkt von etwa 100 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. t. Menge, Dauer.

Die weiteren Versuche bezweckten, die Wirkung des gemörberten 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, dem AlCl₃ angenäherte Wirkungen 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. Den Ablauf der Temperaturkurven zeigt das Diagramm Anlage 6); man erkennt, dass die Beziehung zur Granosilmenge in dieser

081014

Versuchsreihe Nr. 2343 nicht streng linear ist. Auch andere Messgrößen erfahren in dieser Reihe eine Verbesserung: Gemäss Anlage 7) steigt die bei 330° an 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 Erwärmung des Öles 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 im Ganzen verbessert. Wir kommen auf diese Frage in der Auswertung des Betriebsversuches Nr. 7, als Zeitkurve, später zurück. - Die im Versuch 2349 (Anlage 5) gewählte Temperaturstaffelung brachte keinen Sondereffekt. -

Auch ein 2oer Flugöl lässt sich auf 95 min. Induktionszeit bringen, wenn man es 7 Std. lang bei 235° mit 10% Granosil unter Rühren erhitzt. (-letzte Zeile Anlage 5).

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

Öltemperatur	Anteil Gew. %	V ₅₀	Flpkt.
bis 100°	14,8 %	1,01°E	47°
100 - 180°	48,8 %	1,06 - 1,34	81 - 141°
180 - 230°	29,8 %	1,52 - 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 % Granosil bei etwa 240°C treten Veränderungen und Verbesserungen ein: Unter Schwarzfärbung des Granosils bilden sich, überwiegend in den ersten Stunden dünne Crackprodukte, die grossenteils 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 länger Laufzeit in einem Qualitätsbereich der RB ganz ausgezeichnet bewährte.

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

Im Gegensatz zum $AlCl_3$ wird ~~hier~~ die OH -Gruppe 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 worden ~~Stoffe wie der bekannte Ipa-~~
tiefkontakt, F_2O_5 , Salzsäure und $AlCl_3$ in geringer Dosierung. Unter den bisher angewandten Bedingungen brachte keiner dieser Zuschläge einen Fortschritt in der Wirkung des Granosils. Bei dem $AlCl_3$ störte offenbar der bis zu 10% ansteigende Gehalt an, aus der Bleicherde schwer zu entfernender, Feuchtigkeit.

2) Trocknung (Anl. 8) Nach den hier aufgeführten ersten Tastversuchen schien der Wassergehalt ohne Einfluss zu sein. Wahrscheinlich spielt aber doch dieser Faktor eine gewisse Rolle; denn steigert ~~man die Trocknung bis zum Glühen, so erhält man Ole von hervor-~~
~~ragender Sauerstoffbeständigkeit. Ein solches Öl erwärmt sich im~~
 O_2 Test 140° innerhalb 180 Minuten um nur $3,3^\circ C$. 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 aussichtsvoll, diese Verunreinigung mittels Salzsäureextraktion aus der Bleicherde zu entfernen. Im ersten Versuch 2339/5 blieb die Verbesserung deswegen aus, weil durch die heisse Behandlung die Oberfläche des Silikates eine schädliche Veränderung erfahren hatte. Bei Verwendung von kalter Säure tritt eine gute Wirkung auf, die noch ~~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 aufgebessertes 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) Bedeutungslosigkeit des Stickstoffschutzes (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 dartut, ergibt die Granosilbehandlung mit und ohne N₂-Schutz gleiche Verluste und gleiche Aufbesserung des Oles.

Die weiter hier aufgeführte Reihe 2329 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 O₂-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 halbertechnischen Schmierölanlage. In Anlehnung an die Ergebnisse des Laboratoriums wurden eine Reihe von Nachbehandlungen im grösseren Masstab durchgeführt, die im Ganzen die Erkenntnisse der Kleinversuche bestätigen. Auch hier beginnt die gute Wirkung bei etwa 210°. Im Anfang entsteht das meiste Öldestillat; mit der Dauer nimmt der Effekt zu. Als Beispiel geben wir einige Daten des Versuches N 7, in dem ein 8 er 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 85%. Die übergewandenen dünnen Öldestillate zeigen eine Kettwinkelzahl von 32,5%.

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

Durchschnitt

Trikresylphosphat wieder aufge bessert werden:

<u>Dauer der Granosilbehandlung</u>	<u>Fildruckfestigkeit</u>
1/2 Std.	360 kg/cm ²
10 "	210 "
15 "	150 "
20 "	120 "

<u>N 7 20 Std. Fertigöl</u>	<u>Fildruckfestigkeit</u>
ohne Trikresylphosphat	120 kg/cm ²
+ 0,05 % "	250 "
+ 0,01 % "	300 "
+ 0,02 % "	400 "

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

9) Einfluss des Sauerstoffs. Bekanntlich ist die Alterung des Öles in erster Linie auf den an sich schädlichen Einfluss des Sauerstoffs zurückzuführen. Es entstehen hierbei neben O₂ und H₂O Säuren und verseifbare Bestandteile, d.h. gebrauchte und schlechte Öle haben hohe Neutralisations- und Verseifungszahlen. Es ist ebenso bekannt, dass im geringen Umfange derartige schlechte Zahlen durch eine ein- oder mehrmalige Behandlung mit Tonsil unter normalen Bedingungen (60 - 120°C) in geringem Umfang gedrückt werden können. Wir haben nun in unseren Versuchen Frischöl mit Luft oder Sauerstoff oxydiert = künstlich gealtert und finden hierbei folgendes: Der an sich erhebliche Anstieg der NZ und VZ ist bei 160°C wesentlich steiler als bei 140°C; die Werte bleiben bei gleichzeitiger Anwesenheit von Granosil beträchtlich tiefer. Nach einer solchen künstlichen Alterung verschlechtert sich der O₂-Test 140°C merklich, da die nun im Öl vorhandenen O₂-Verbindungen als Sauerstoffüberträger wirken. Dieser Rückgang des Testes gilt sowohl für ein normales technisches Öl wie für ein durch Granosil nachbehandeltes Produkt. Bei beiden Typen wirkt die Aufnahme von Sauerstoff, wenn auch großteils verschieden, so

doch grundsätzlich schädlich. Beide sauerstoffverseuchte Öltypen können überfräschenderweise wieder auf einen guten Test gebracht werden, wenn man sie mit Granosil bei 240° , also bei hoher Temperatur unter gleichzeitiger Krackung, längere Zeit nachbehandelt. Das Kurvenblatt Anl. 10 zeigt die Verschiebungen für das Öl N 7.-

Aus diesen Beobachtungen ziehen wir folgende Schlüsse:

- 1) Auch ein Öl mit hoher NZ und VZ eignet sich zur Nachbehandlung,
- 2) Anscheinend handelt es sich bei der Granosilnachbehandlung nicht um eine Strukturveränderung, etwa Isomerisation, sondern um eine Raffinationsmassnahme,
- 3) Vielleicht bildet ein durch die Zusammensetzung des synthetischen Benzins bedingtes, von vorneherein vorhandener Sauerstoffgehalt den Anlass zu der niedrigen chemischen Stabilität unserer techn. Öle,
- 4) Es erscheint aussichtsvoll, bewusst das Öl, vor der Granosil-einwirkung oder gleichzeitig mit ihr, der Einwirkung des Sauerstoffs auszusetzen. Selektiv werden dann vielleicht die instabilen O_2 haltigen Verbindungen zerstört, wertvolle, beständige Stoffe dieser Art erhalten. (vgl. letzte Zeile Anl. 8). Dieses Öl zeichnete sich durch eine gute Filmdruckfestigkeit aus = 330. (Übrigens nehmen synthetische Öle, die mit $AlCl_3 +$ Luft nachbehandelt werden, ganz das Aussehen der Mineralöle an.

V. Ausblick.

In den letzten Versuchen gelang es, durch ein drittes Mittel, nämlich durch den Einbau von Schwefel in Gegenwart eines Vulkanisationsbeschleunigers wie Hexamethylentetramin, unser technisches Öl zu verbessern. Damit haben sich in heute schon gesicherten Umrissen drei Gruppen der Nachbehandlung heraus, die kurz wie folgt charakterisiert werden können:

I. $AlCl_3$: Die Öle haben einen verbesserten Flammpunkt, eventuell eine niedrigere Polhöhe, grosse Sauerstoffbeständigkeit ohne Induktionszeit, eine Blockzahl zwischen 85 und 94%, eine bis 5 sinkende-Jodzahl.

II. Granosil: Hier werden der Flammpunkt wenig, die Polhöhe gar nicht geändert, die Sauerstoffbeständigkeit erreicht die guten Werte von I, ohne dass die Induktionszeit ganz verschwindet,

die Bleichzahl liegt bei 70 - 80%, die Jodzahl bei 35 - 50.

III. Schwefel: Durch diese Massnahme wird nur noch der O₂ Test gehoben, aber beträchtlich mehr als durch die Zugabe von Faktis; thermische Beständigkeit und Jodzahl erfahren keine Veränderung.-

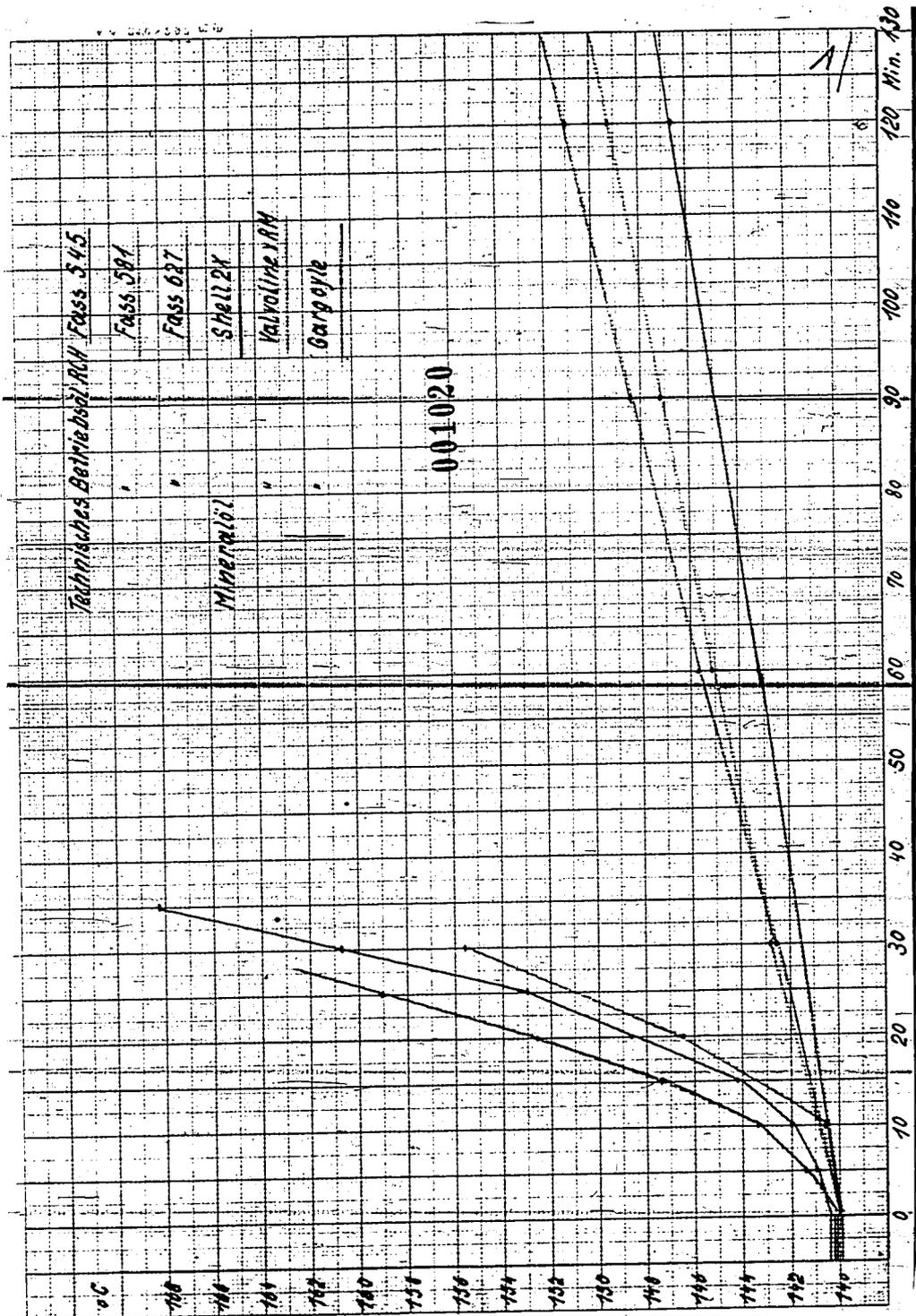
Eine beachtliche Skala ergibt die Einstufung nach der Temperatur der Behandlung:

- a) über 320°C ohne Katalysator Krackung unter Verschlechterung des restlichen Oles,
- b) 240°C + Granosil = 15% Krackprodukte; mässige Verbesserung des Oles,
- c) 180°C + AlCl₃ = 25% Krackprodukte, Verbesserung und stärkerer Angriff,
- ~~d) 140°C + Schwefel: keine Krackung mehr. Inhibitorenwirkung.~~

klar

Anlagen.

Durchschrift



001021

Oxydationsbeständigkeit einiger Mineralöle.

Die Anfangstemperatur im Testapparat betrug 140° C.

	Shell 2 X	Valvoline	Gargoyle
t stieg in der 1. Std.	3,4° C.	5,-° C	5,8° C
2. "	3,3	4,2	5,3
3. "	3,1	3,3	4,9
4. "	2,7	2,9	4,6
5. "	2,5	2,4	5,4
Öl war zum Schluss	undurchsichtig, grün fluoreszier.	durchsichtig, braun	schwarz

001022

Verschiedene Substanzen.

Stets erfolgte die Nachbehandlung im Stickstoffstrom.

Versuchs- Nummer	Ausgangs- St	Substanz	Behandlung	Ölan- fall	O ₂ -Test- halt
2339/1	F 545	10 % Bauxit	5 Std. 235°	100	Min. 5
2326/14	"	5 % Floridin	1 " 240	99,3	7
2339/4	"	10 % Ipatieffk.	5 " 235	100	10
2345/1	F 581	10 % Ipatieff mit Kieselgur	2 " 290	95,8	10
2339/2	F 545	10 % Kaolin	5 " 235	100	10
2336/1	"	5 % P ₂ O ₅ +3,3% Rüß	4 " 235	100	10
2339/3	"	10 % Al(OH) ₃	5 " 235	100	10
2345/4	F 581	5 % "	2 " 290	99,7	12
2334/4	F 545	10 % Silicagel	4 " 235	100	14
2336/3	"	10 % Ipatieffk.	6 " 235	98	14
2345/2	F 581	10 % " mit Granosil	2 " 290	97	15
2334/2	F 545	10 % Floridin	4 " 235	93	18
2336/5	"	10 % A - Kohle	4 " 235	98,1	18
2326/6	"	5 % Magsil	1 " 235	99	20
2326/16	"	5 % Ipatieffk.	1 " 235	99,8	25
2345/3	F 581	10 % Kaolin	2 " 290	99,4	26
2339/6	F 545	10 % Phonolith + H ₂ SO ₄	6 " 235	99,7	27
2347	F 581	5 % Anilin	3 " 180	100	27

Forts. Anl. 3

Durchschrift

001023

Versuchs- Nummer	Angangs- Bl	Substanz	Behandlung	Ölan- fall %	O ₂ Test halt
2326/13	F 545	5 % Tonsil	1 Std. 240	93,5	Ein. 40
2334/3	"	10 % Terrana 3 Sor- -ten	4 " 235	84	40
2326/9	"	5 % Terrana Special	1" 235	96	40
2326/8	"	5 % " Superior	1 Std. 235	94	40
2326/7	"	5 % Terrana Extra	1 " 235	93	45
2334/1	"	10 % Tonsil	4 " 235	84	50
2326/1	F 627	5 % Granosil	3/4 " 235	97,9	57 ^{x)}

x) Blockzahl 330⁰ = 73 %

Durchsicht

001024

Analysenwerte von verschieden nachbehandelten Ölen.

Das Öl F 545 wurde mit verschiedenen Stoffen in Mengen von 10 % 4 Std. lang bei 235° C unter Rühren nachbehandelt.

	Silicagel	Floridin	Ferrana	Tonsil
Anfall 8 er Öl —	100 %	93 %	84 %	84 %
V ₅₀	7,9°	8,3°	8,2°	7,85
Flammpkt.	221°	235°	237°	235°
Jodzahl	102	94	47	44
O ₂ Test 140°	14	18	40	50
Blockzahl 3 Std. 330°				
Blocktemperatur	373 → 396°	374°	374°	374°
V ₅₀ sinkt auf	61 %	66 %	74 %	77 %
Flammpkt. sinkt um	103° C	87°	31°	51°

Durchsicht

Granosilversuch I. Teil.

001025

betr. Temperatur, Menge, Zeitdauer.

Alle Versuche erfolgten unter Stickstoffschutz, nach Mörserung des feuchten Granosils.

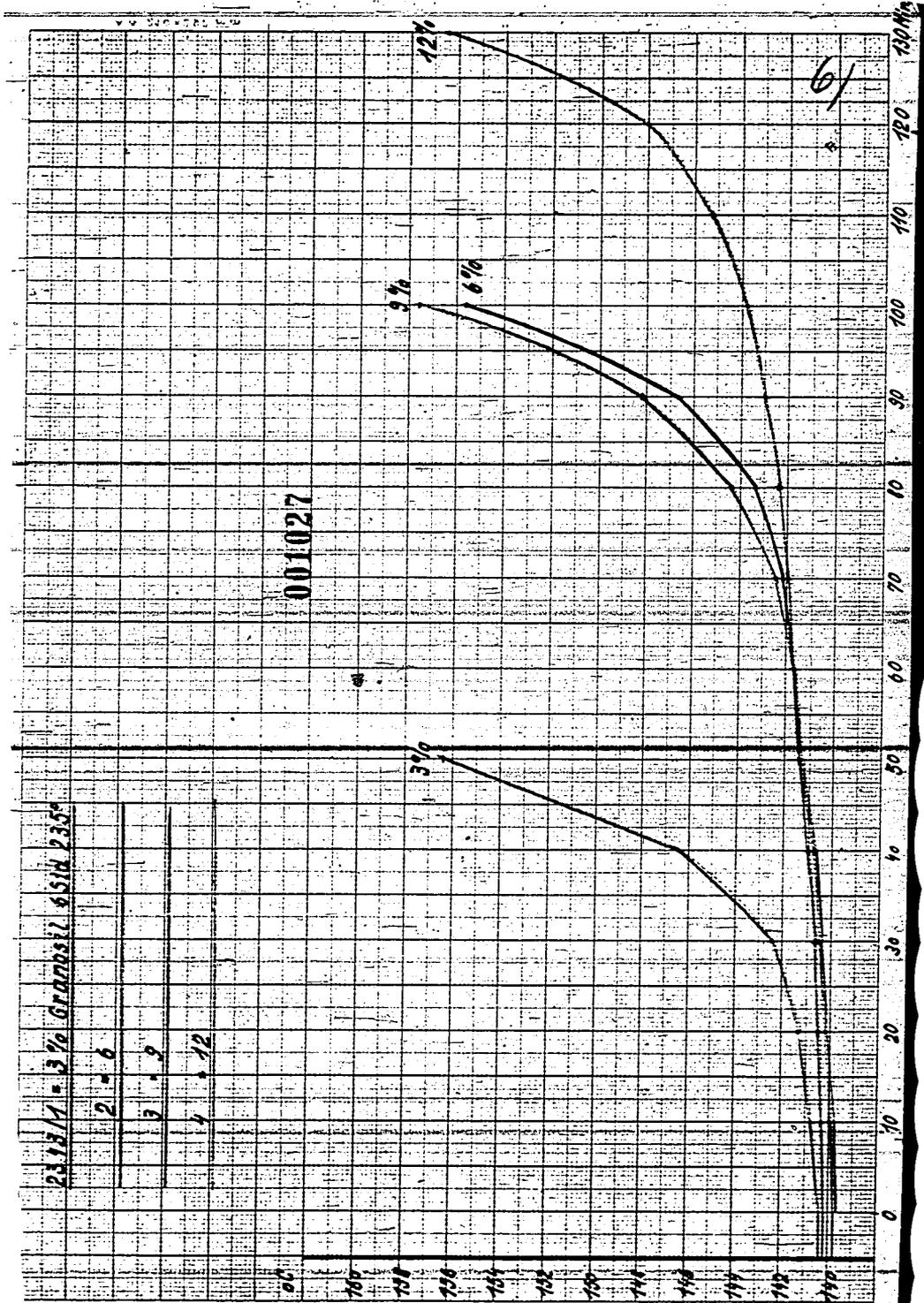
Faktor	Vers.Nr.	Ausg. 81 V50	Behandlung Menge Dauer	t	Ölanfall %	O ₂ Test 140° Min.
Temperatur	2326/2	8	5% 2 Std.	160°	100	5
	3	"	5% 2 "	180	99	10
	4	"	5% 2 "	200	98	30
	5	"	5% 1 "	275	90	45
	2338/6	"	10% 6 "	220	87,7	50
	2	"	10% 6 "	240	83,5	100
	3	"	10% 6 "	260	80,2	130
	4	"	10% 6 "	275	77,5	115
	Granosil- Menge	2343/1	"	3% 6 "	235	94,2
2		"	6% 6 "	235	86,7	85
3		"	9% 6 "	235	85,8	80
4		"	12% 6 "	235	81,8	115
2336/8		"	20% 5 "	235	83,2	70

Forts. Anl. 5

001026

Faktor	Vers.Nr.	Ausg.öl V ₅₀	Behandlung Menge	Dauer	t	Ölanfall %	O ₂ Test 140° Min.
Zeitdauer	2332/2	8	10%	3 Std.	235	85,7	85
	2331/4	"	10%	3 "	235	83,7	50
	6	"	10%	4 "	235	82,-	35
	7	"	10%	5 "	235	82,3	120
	10	"	10%	10 "	235	82,4	180
-	2349/1	"	5%	7 " gestaffelt 180° bis 240°		92,5	25
	2	"	10%	7 " dgl.		86,-	135 x)
Flugöl	2342/1	20°	10%	7 "	235°	75,-	95

x) Jodzahl = 63,6



2.3.12.1 - 3% GRANDS 11 6514 2336

2 - 6

3 - 9

4 - 12

61

001028

Behandlung mit verschiedenen Granosilmengen.

Das techn. Öl Fass 545 $V_{50} = 8^{\circ} E$ wurde mit verschiedenen Granosilmengen 6 Std. bei $235^{\circ} C$ unter Stickstoffschutz gerührt.

Vers. Nr. 2343

	3 %	6 %	9 %	12 %
Öleinsatz	900 g	900 g	900 g	900 g
Gewichtsverlust	0,8 %	1,8 %	2,7 %	2,9 %
Vak. Destillat	5,- %	11,5 %	10,8 %	15,1 %
" Verlust	0,- %	0,- %	0,7 %	0,2 %
" Rstdsöl $225^{\circ} Fl.$	94,2 %	86,7 %	85,8 %	81,8 %
" V_{50}	$16,8^{\circ} E$	$7,4^{\circ}$	$6,9^{\circ}$	$7,5^{\circ}$
Flpkt.	$225^{\circ} C$	228°	224°	232°
O ₂ Test hält	35 Min.	85 Min.	80 Min.	115 Min.
Blockzahl $330^{\circ} V_{50}$	78 %	80 %	78 %	77 %
Jodzahl	84	65	51	43
Öl erwärmt sich mit conc. H ₂ SO ₄	$9,1^{\circ} C$	6,7	6,0	?

—Durchschrift—

Granosilversuche II. Teil.

001029

Zusätze, Trocknung, Reinigung, Luft.

Faktor	Vers.Nr.	Ausg.öl V ₅₀	Nachbehandlung Granosil	Std. t	Ölan- fall%	O ₂ fest Min.
Zusätze	2326/17	8	5% + 5% Ipatieffk.	1 235	-	28
Zusätze zum Granosil	2336/2	"	10% + 5% P ₂ O ₅	6 200	91,5	11
	2326/10	"	5% + 2% "	1 240	96,5	48 x)
	2326/15	"	10% + denernd HCl	1 240	89,-	35
	2336/4	"	10% + 0,2% AlCl ₃	4 200	88,-	20
	2326/11	"	5% + 0,1% "	1 240	96,-	40
	2326/12	"	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	85,6	50
Reinigung	2339/5	"	10% 10 x heiss mit HCl extrahiert	6 235	87,9	65
Staffelung	2338/5	"	15% = 3 X 5% N ₂	6 240	82,4	68
	2338/7	K1455 bereits Gran.- behand.	10% "	6 235	90,9	115

Forts. Anl. 8

Durchschrift

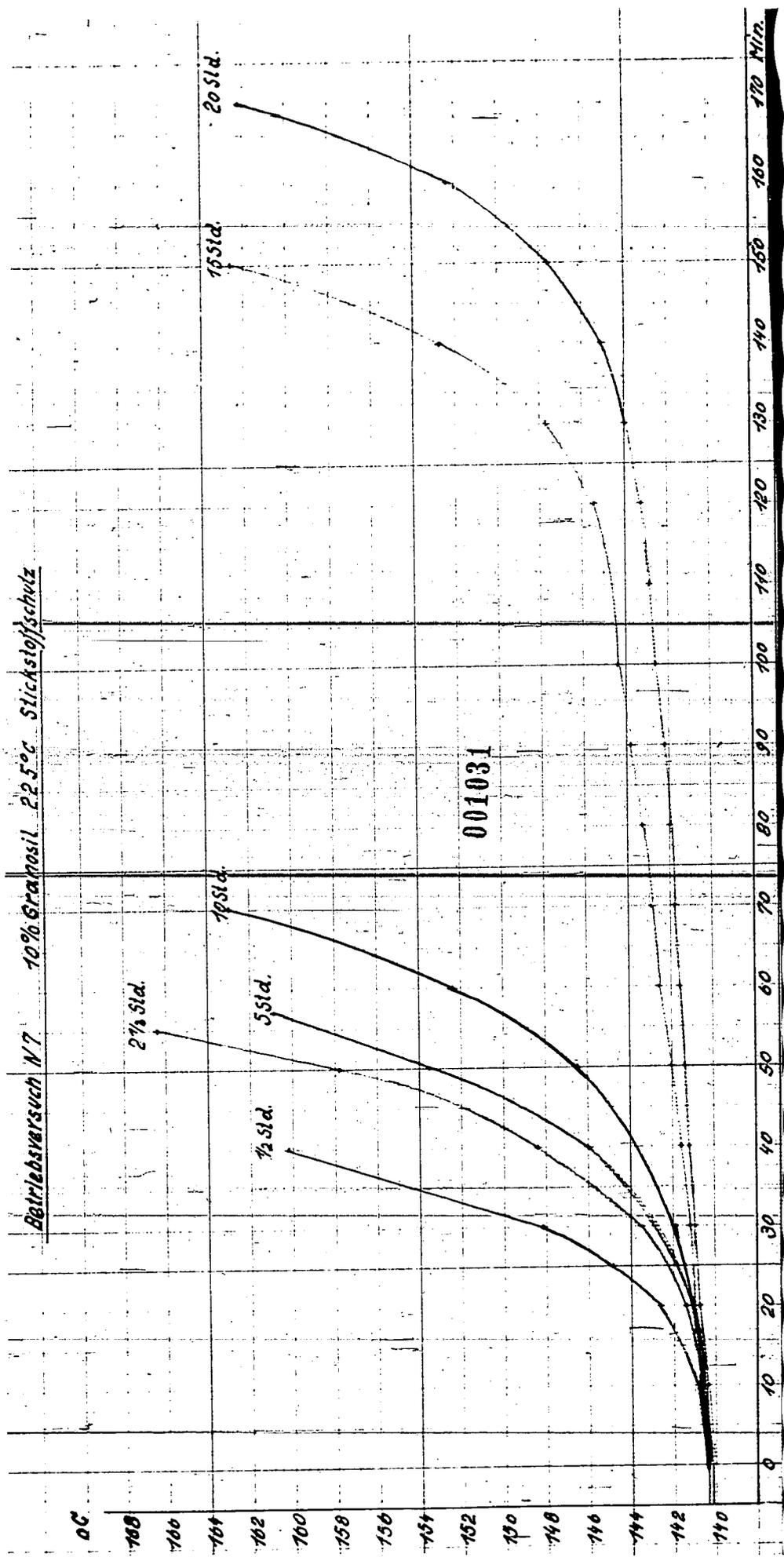
001030

Faktor	Vers.Nr.	Ausg.öl V ₅₀	Nachbehandlung Granosil	Std. t	Ölanfall %	O ₂ Test 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 N₂ jede Stunde eine Probe entnommen	42 235	83	15
	2	"		142 235	78	35
	3	"		242 235	59	300
	4	"		342 235	83	300
	5	"		442 235	76	190
	6	"		542 235	58	300
Luft	2348/1	"	10 % gleichzeitig Luft	7 235	82,2	115

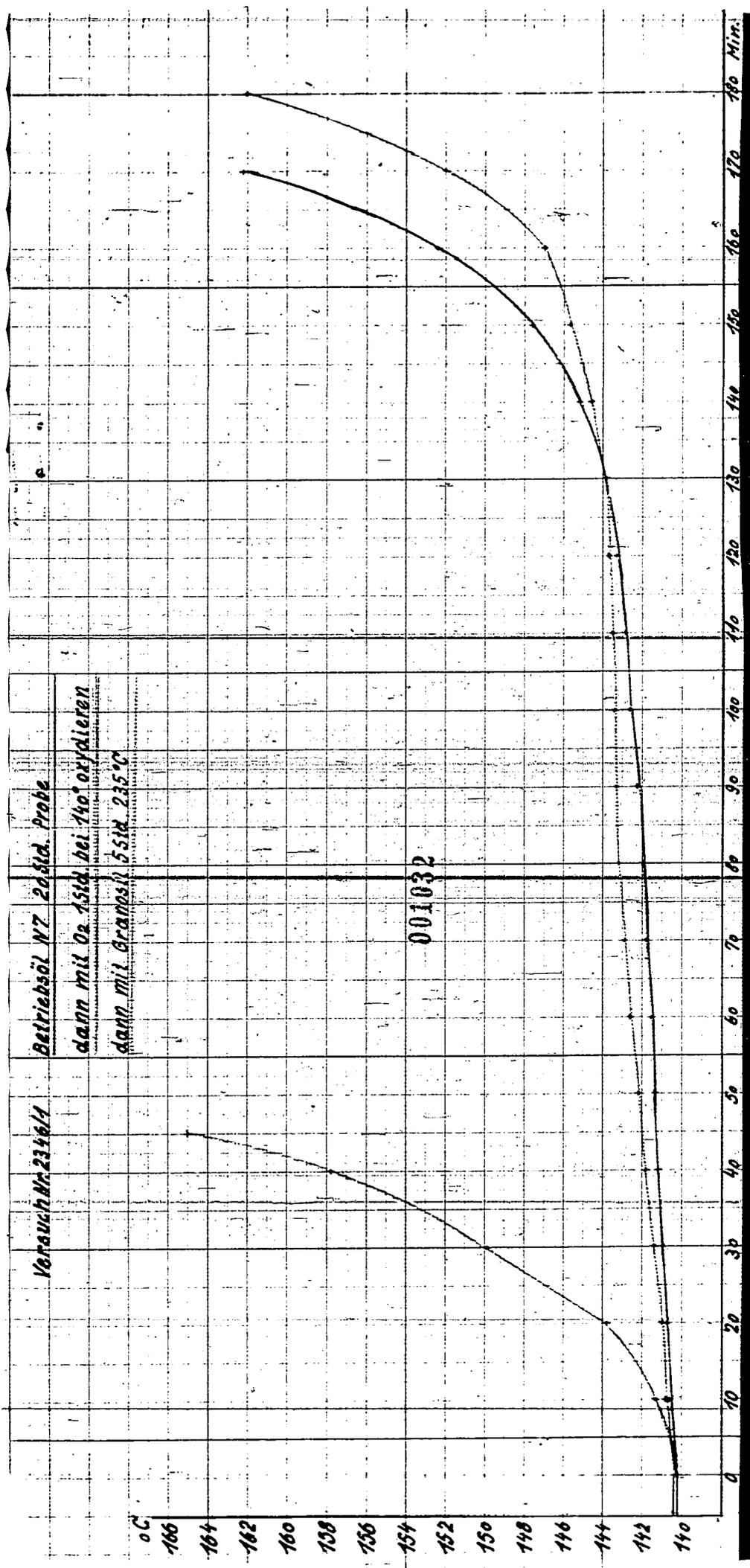
x) Blocktest 330° = 75 %

Durchschrift

Betriebsversuch N7 10% Granosil 22.5°C Stickstoffschmelz



001031



Versuch Nr. 2346/1

Betriebsöl N7 20Std. Probe

dann mit Oz. Asid. bei 140° oxydieren

dann mit Gramosil 551d. 235°C

001032