

**Vorläufiger ZEA-Bericht Nr.47**

**Über die Reaktionsvorgänge bei der  
Polymerisation von Spaltdestilla-  
ten zu synthetischem Schmieröl**

**Verfasser: Dr. Marcus**

**Datum: 18.9.1942**



**Rhenania-Ossag Mineralölwerke Akt.-Ges.**

**Hamburg**

3996-30/301 et al

50

**Verlufiger ZKA-Bericht Nr.47**

**Über die Reaktionsvorgange bei der  
Polymerisation von Spaltdestilla-  
ten zu synthetischem Schmieröl**

**Verfasser: Dr. Marcus**

**Datum: 18.9.1942**

## Inhalt

Zur Aufklärung der sich bei der Polymerisation von Spaltdestillaten abspielenden Reaktionsvorgänge haben wir verschiedene Spaltdestillate in 2 Stufen polymerisiert und die Reinpolymerisate der beiden Stufen mit den entsprechenden Reinpolymerisaten einer Einstufenpolymerisation verglichen. Dabei ergab sich:

- 1) Der bei normaler Polymerisation bekannte viskositätssteigernde Einfluss einer Senkung der Polymerisationstemperatur kommt auch in einer mit fallender Temperatur stetig zunehmenden Viskosität der Reinpolymerisate der einzelnen Stufen zum Ausdruck.
- 2) Bei einer erneuten Polymerisation des in der ersten Stufe nicht umgesetzten Spaltdestillates wurde praktisch kein Schludge gebildet. Das Fehlen von Verbindungen, die zur Sludgebildung neigen, scheint mit dem niedrigen Konradsonstest der Polymerisate der zweiten Stufe im Zusammenhang zu stehen.
- 3) Stets beobachtet man einen wesentlichen Viskositätsunterschied zwischen den Reinpolymerisaten der ersten und der zweiten Stufe im Vergleich zu dem Reinpolymerisat einer einstufigen Polymerisation. Das Polymerisat der ersten Stufe kann in Abhängigkeit der chem. Struktur eines Spaltdestillates, dünner oder dickflüssiger sein. Bei der Mehrzahl der Spaltdestillate erhält man in der ersten Stufe zähflüssigere Öle, so dass man als Regel annehmen darf, dass zunächst die reaktionsfähigsten Komponenten sich zu langkettigen und damit hochviskosen Polymerisaten aufbauen und dass dann die weniger reaktionsfähigen Anteile folgen, die nur zu kürzeren Ketten und somit zu dünnviskoserem Ölen polymerisierbar sind. Die Polymerisation des Vorlaufes ergibt stets dünne Öle.
- 4) Die Konradsonbildner sind stark von der Struktur des Spaltdestillates abhängig und finden sich in der Regel in der ersten Stufe.
- 5) Der V.I. der ersten Stufe liegt stets etwas niedriger als bei einer Einstufenpolymerisation, den höchsten V.I. weist

stets die zweite Stufe auf.

6) Es ist möglich, den Sludge der ersten Stufe vollwertig zur Polymerisation der zweiten Stufe einzusetzen.

7) Durch Kontaktraffination wird die Polymerisationsfähigkeit des in der ersten Stufe nicht eingesetzten Spaltdestillates nicht beeinträchtigt.

8) Über die Endviskosität einer Aufmischung der stufenweise erhaltenen Reinpolymerisate im Vergleich zu einem Einstufen-Reinpolymerisat, ebenso über die erzielbare Viskositätshöhe nach der einen oder anderen Arbeitsweise können noch keine bindenden Aussagen gemacht werden. ~~XXXXXXXXXX~~

Diese Frage soll durch semitechnische und Betriebsversuche geklärt werden.

### A. Einleitung

Bekanntlich nimmt man allgemein an, dass bei der Polymerisation von Spaltdestillaten die langen Ketten durch das stufenweise Wachstum eines aktiven Moleküls (Mittelpunkt), das jedesmal mit einem neuen Monomer reagiert, gebildet werden. Dieser Vorgang läuft so lange weiter, bis die Kette aus dem einen oder anderen Grunde nicht mehr weiter wächst, bis also eine sogenannte "Entaktivierungsreaktion" eintritt. Es existiert also neben der "Mittelpunktsaktivierung" und dem "Wachstum" noch eine dritte Reaktion, die sogenannte "Entaktivierungsreaktion". Der Verlust der Aktivierungsenergien kann durch die verschiedensten Einflüsse eintreten. Desgleichen können Nebenaktivierungen wie Cyklisierung, Isomerisierung, zur Entaktivierung gerechnet werden, auf jeden Fall aber zur Beendigungsreaktion.

Die Kettenbildungsreaktion geht sehr schnell vor sich, so dass unmittelbar nach der Aktivierung eines Moleküls dieses zum Polymer wächst, dessen Kettenlänge dann durch das Verhältnis zwischen Wachstums- und Entaktivierungsgeschwindigkeit bestimmt wird.

Durch bestimmte Faktoren, wie Temperatur, aktivierende Zusätze (Salzsäure), Rührgeschwindigkeit, Aluminiumchloridmenge, kann man die Reaktionsvorgänge, wie wir in zahlreichen Arbeiten nachgewiesen haben, stark beeinflussen, d.h. die Wirkungsweise der einzelnen Reaktionsphasen gegeneinander abgrenzen und regulieren.

Zur Nachprüfung, inwieweit sich obige Theorie durch Experimente im grossen Rahmen kürzt bestätigen lässt und zur Klärung der Frage, wie sich die Gesamt-Polymerisationsreaktion aus Einzelreaktionen der strukturmässig verschiedenen und mehr oder weniger reaktionsaktiven Komponenten zusammensetzt, haben wir die Polymerisation - gemessen an der Bronsahl - bei verschiedenen Zwischenstufen unterbrochen und die dabei entstandenen Reaktionsprodukte mit dem Endprodukt der Polymerisation verglichen.

Als Ausgangsmaterial verwendeten wir Spaltdestillate verschiedener Betriebschargen, die sich bei der Polymerisation verschieden verhielten, um diese Unterschiede durch Zerlegung der Polymerisation in verschiedene Stufen wenn möglich aufzuklären. Die Untersuchungen führen wir zum Studium des Temperatureinflusses bei niedriger ( $25^{\circ}$ ) und bei hoher ( $95^{\circ}$ ) Polymerisationstemperatur durch.

Ausser dieser Zielsetzung sollten die nachfolgenden Untersuchungen Fingeweise dafür geben, welche Verbindungen der Spaltdestillate für die Bildung des Konradson-Kokses in erster Linie verantwortlich sind und welcher Erfolg bei einer evtl. Verraffination mit Aluminiumchlorid in dieser Richtung zu erwarten steht, die ja in ihrer prinzipiellen Wirkungsform einer unvollständigen bzw. unterbrochenen Polymerisation entspricht. Ferner sollte die Möglichkeit geprüft werden, ob und mit welcher Ausbeute und Qualität es möglich ist, in einem Arbeitsgange durch stufenweise Polymerisation Dicköle neben leichter viskosen Schmierölen herzustellen.

## B. Experimenteller Teil

### a) Ausgangsmaterialien

Die Analysen der zu den nachfolgenden Versuchen verwandten Spaltdestillate und die zu ihrer Herstellung verwendeten Ausgangsgatsche sind in Auszug in Zahlentafel I der Anlage 1 zusammengestellt.

### b) Arbeitsweise

Die Polymerisation nahmen wir in der bei hoher ( $95^{\circ}$ ) und bei tiefer Polymerisationstemperatur ( $25^{\circ}$ ) in der üblichen Weise mit Salzsäure als Aktivator vor. Als Hauptversuch wurde das Ausgangsmaterial zunächst bis zum Verschwinden der Bromzahl polymerisiert, in weiteren Versuchen wurde unter sonst gleichen Arbeitsbedingungen die Polymerisation bei einer bestimmten Bromzahl abgebrochen, der Sludge abgetrennt und das Reaktionsgemisch mit Kalk und Erde bei  $50$  bis  $80^{\circ}$  behandelt und filtriert. Dann wurde das nicht eingesetzte Spaltdestillat zuerst bei gewöhnlichem Druck, dann im Vakuum abdestilliert und der Rückstand kontaktraffiniert. Der abgetroppte Vorlauf wurde dann bis zum Verschwinden der Bromzahl polymerisiert und ebenfalls kontaktraffiniert. Man erhält so ein "Primär" und ein Vorlauföl, die mit dem Öl des Hauptversuches verglichen wurden.

C. Versuche

I. Spaltdestillat I (Januar-Spaltung 1942)

Begonnen wurden die Versuche bereits vor  $\frac{1}{2}$  Jahr mit einem damals (Januar 1942) im Betrieb angefallenen Spaltdestillat. Dasselbe stammte aus einem Mischgatsch (28% Spi., 72% l.Na.Öl, Ölgehalt 30 %), der bei 580° gespalten war (siehe Anlage 1). Bei Polymerisationstemperaturen von 95°, 60°, 40° und 25° erhielten wir dabei die in nachstehender Zahlentafel 2 zusammengefassten Resultate.

Zahlentafel 2

Vergleich zwischen normaler und abgebrochener Polymerisation des Spaltdestillates I bei verschiedenen Temperaturen.  
(angewandt: 700 gr Spaltdestillat)

Vers.-Nr.	1		2		3		4		c
	a	b	a	b	a	b	a	b	
	norm.   abgr.		norm.   abgr.		norm.   abgr.		norm.   abgr.		Vorlauf
Polym. Temp.	95°		60°		40°		25°		
Bromz. Min.	o/240	65/30	o/240	35/45	o/240	45/60	o/300	45/95	o/150
E/50	10,0	12,9	17,4	12,6	20	15,5	23,6	15	24
V.I.	113	110	112	108	112	104	113	105	121
C.K.T.	0,4						0,4		0,13
% AlCl <sub>3</sub>	2	2	4	4	4	4	4	4	4
% HCl	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8

Vergleicht man die bei normaler Polymerisation erhaltenen Ergebnisse mit denen des bei ungefähr gleicher Bromzahl abgebrochenen Versuchen, ergab sich:

1. Einfluss der Polymerisationstemperatur

Der bei normaler Polymerisation bekannte, viskositätssteigernde Einfluss durch Senkung der Polymerisationstemperatur kommt auch bei abgebrochener Polymerisation in einer mit fallender Temperatur stetig zunehmenden Viskosität der Reinpolymerisate zum Ausdruck. Bei der Polymerisation des Vorlaufes wurde praktisch kein Sludge gebildet, das heisst, die abgeschiedne Sludgemenge entsprach mengenmäßig dem zugesetzten Aluminiumchlorid. Das Fehlen von Verbin-

dungen, die zur Sludgebildung neigen, scheint mit dem niedrigen Konradsontest, auf den wir unter 4) noch hinweisen, im Zusammenhang zu stehen.

## 2) Viskositätsunterschiede der Reinpolymerisate

Vergleicht man die Viskositätsunterschiede der Reinpolymerisate miteinander, liegt die Viskosität der Öle bei normaler Polymerisation stets höher als die der abgebrochenen Polymerisationen. Die Viskosität des Vorlaufes (bei 25° polymerisiert) liegt in der gleichen Höhe wie die des normalen Polymerisates.

## 3) Viskositätsindex

Der V.I. der normalen Polymerisate liegt stets höher als der der abgebrochenen. Am höchsten liegt der V.I. des Vorlaufes.

## 4) Konradsontest

Die Konradsonteste liegen bei normaler und abgebrochener Polymerisation ungefähr gleich, am niedrigsten bei dem Vorlaufpolymerisat. Die zum Konradsontest führenden Verbindungen entstehen also zu Beginn der Polymerisation.

## II. Spaltdestillat II, III, und IV.

Ganz anders als Spaltdestillat I verhielten sich demgegenüber die Spaltdestillate II, III und IV. Diese Spaltdestillate stammten (gemäss Anlage 1) von einem Mischgatsch aus Spi.Öl, l.Ma.Öl, im Verhältnis 65:35, mit einem Ölgehalt von nur 15 %. (Spaltdestillat II wurde bei einer Spalttemperatur von 585° erhalten, während die Spalttemperatur bei Spaltdestillat III und IV 560° bzw. 590° betrug). Vergleicht man die Reinpolymerisate des Spaltdestillates II, die bei 25° und 98° gemäss Zahlentafel 3 erhalten wurden:

Zahlentafel 3

Vergleich der Polymerisation des Spaltdestillates II bei 25° und 95°  
Angewendet: 700 ER

Polymeris. Temp.!	95°			25°		
	normal!	abgr.!	Vorlauf!	normal!	abgr.!	Vorlauf!
Bromzahl/Min.	0,180	69/20	0,120	0,540	40/120	0,240
B 50	12,2	29,8	9,0	21,9	29,9	10,6
V.I.	110	90	115	110	94	112
GKT	0,2	0,36	0,05	0,25	0,39	0,05
% AlCl <sub>3</sub>	4	4	4	3	3	3
% HCl/std.	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8

ergibt sich bezüglich:

1) Einfluss der Polymerisationstemperatur

Der bereits bei Spaltdestillat I beobachtete viskositäts-  
erhöhende Einfluss bei Senkung der Polymerisationstempera-  
tur.

2) Viskositätsunterschied der Reinpolymerisate

Im Gegensatz zu Spaltdestillat I liegt jedoch die Viskosi-  
tät der Reinpolymerisate der abgebrochenen Polymerisation  
stets höher als die einer normalen Polymerisation. Die  
Viskosität der Vorlauföle ist bei allen Temperaturen am  
kleinsten und liegt - ebenfalls im Gegensatz zu den Er-  
gebnissen mit Spaltdestillat I - weit unter der einer nor-  
malen Polymerisation.

3) Viskositätsindex

Der V.I. dagegen stimmt mit den Beobachtungen für Spalt-  
destillat I überein, d.h. er liegt bei normaler Polymerisa-  
tion höher als bei abgebrochener, am höchsten bei den  
Vorlaufpolymerisaten.

4) Konradsontest

Die KCT. liegen bei der abgebrochenen Polymerisation stets  
höher als bei der Normalpolymerisation, beim Vorlauf  
stets am niedrigsten.

III. Spaltdestillat III und IV

Dieselben Beobachtungen, wie wir sie oben für Spaltdestillat II zusammengefasst haben, bestätigen sich für Spaltdestillat III und IV gemäss nachfolgender Zahlentafel 4 und 5:

Zahlentafel 4

Vergleich der Polymerisation des Spaltdestillates III bei 25° und 95°  
(bei 35° mit verschiedener HCl-Menge und AlCl<sub>3</sub>-Menge)  
Angewandt: 700 gr.

Polym.Temp.!	95°		!		25°		!		25°	
	normal	abgr.	Vorlauf	normal	abgr.	Vorlauf	normal	abgr.	Vorlauf	normal
Broms.Min.	0/180	44/20	0/30	10/338	47/60	0/90	10/420	64/90	0/50	
E 50	13,5	16,3	9,2	24,8	41,1	19,5	41,3	67,2	30,9	
V.I.	108	84	116	110	89	123	111	68	117	
OKT	0,2	0,3	0,06	0,2	0,2	0,06	0,36	0,46	0,12	
% AlCl <sub>3</sub>	4	4	4	4	4	4	6	6	6	
% HCl	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,1	0,1	0,1	

Zahlentafel 5

Vergleich der Polymerisation des Spaltdestillates IV bei 25° und 95°  
(bei 25° mit verschiedener HCl und AlCl<sub>3</sub>-Menge)  
Angewandt: 700 gr

Polym.Temp.!	95°		!		25°		!		25°	
	normal	abgr.	Vorlauf	normal	abgr.	Vorlauf	normal	abgr.	Vorlauf	normal
Broms./Min.	0,180	15/120	0,180	0,330	36/60	0,135	0,330	32/90	0,90	
E 50	13,3	37,8	10,1	28,5	38,3	20,3	43,7	45,7	23,7	
V.I.	108	75	126	116	98	120	110	101	124	
OKT	0,3	0,5	0,05	0,3	0,3	0,09	0,5	0,4	0,05	
% AlCl <sub>3</sub>	4	4	4	4	4	4	6	6	6	
% HCl	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,8	0,1	0,1	0,1	

Bei Spaltdestillat 3 und IV haben wir auch noch den Einfluss einer höheren Aluminiumchloridmenge auf den Polymerisationsablauf studiert und auf der ganzen Linie die frühere Beobachtung, dass bei niedriger Polymerisationstemperatur die Anwendung einer höheren AlCl<sub>3</sub>-Menge zu viskoseren Reinpolymerisaten führt, bestätigt gefunden.

Ohne damit schon heute eine Regel aufstellen zu wollen, scheint die höhere AlCl<sub>3</sub>-Menge auch zu höheren Konradsontesten der Reinpolymerisate zu führen, was auf eine energischere Polymerisation zurückzuführen wäre.

#### IV. Polymerisation des Vorlaufes mit Sludge

Anschliessend haben wir die Polymerisation des Vorlaufes anstelle von frischem  $\text{AlCl}_3$  mit dem bei der abgebrochenen Polymerisation angefallenen Sludge vorgenommen. Wir arbeiteten bei diesem Versuch so, dass wir nach Abbruch der Polymerisation bei einer Bromzahl von 54, den Kolben mit dem Reaktionsgemisch auf  $-30^\circ$  abkühlten, wobei sich der Sludge praktisch quantitativ absetzte. Das ~~sex~~quantitative Rohpolymerisat konnte gegossen werden. Der abgetoppte Vorlauf wurde dann mit dem Sludge-Rückstand bei  $25^\circ$  unter Zusatz von 0,8 %  $\text{HCl}$  polymerisiert. Die Reaktion setzte sofort ein, nach 3 Stunden war die Bromzahl auf 1,6 gefallen. Die anschliessende übliche Aufarbeitung gab nachfolgende Resultate:

Bromzahl	0/120
E 50	23,9
V.I.	115
OKT	0,05

Die Polymerisation mit Sludge entsprach also im grossen und ganzen den Resultaten mit frischem  $\text{AlCl}_3$ . Es ist damit sichergestellt, dass man durch Polymerisation in 2 Stufen mit derselben  $\text{AlCl}_3$ -Menge wie bei einer normalen Polymerisation, ein dickes und ein dünnviskoses Öl herstellen kann.

#### V. Einfluss einer Kontaktraffination auf die Polymerisierfähigkeit des Vorlaufes.

Bei den bisherigen Versuchen wurde - wie aus der Beschreibung der Arbeitsweise hervorgeht - so gearbeitet, dass nach Abbruch der Polymerisation das Reaktionsgemisch vom Sludge abgetrennt, mit Kalk und Bleicherde bei  $50 - 80^\circ$  behandelt, abfiltriert und anschliessend das nicht eingesetzte Spaltdestillat bis  $25^\circ$  zuerst bei gewöhnlichem Druck und anschliessend im Vakuum abgetoppt wurde.

Denkt man an eine technische Verwertung der Stufenpolymerisation im Betrieb, zwecks Gewinnung von Ölqualitäten verschiedener Viskosität, wäre es vorteilhaft so zu arbeiten, dass man die Polymerisation bei einer optimalen Bromzahlhöhe unterbricht, das Rohpolymerisat im Betrieb wie bisher üblich aufarbeitet und die bei der Kontaktraffination (A-Anlage) und beim

Konzentrieren (V-Anlage) anfallenden Vorläufe als Ausgangsmaterial für die Gewinnung dünnviskoser Öle (Vorlaufpolymerisation) wieder einsetzt. Die Vorlaufpolymerisation könnte dann mit dem bei der ersten Stufe erhaltenen Sludge - wie wir unter IV gezeigt haben - ohne weiteres durchgeführt werden.

Voraussetzung für eine solche Arbeitsweise ist, dass durch die Kontaktraffination und Konzentration in einer Eisenapparatur, die Polymerisationsfähigkeit der Vorläufe nicht beeinträchtigt wird. Wir haben deshalb bei den nachfolgenden Versuchen mit Spaltdestillat I und III als Ausgangsmaterial so gearbeitet, dass wir die Polymerisation bei einer Bromzahl von ca. 40 - 50 unterbrachen, vom Sludge abtrennten und das Gesamthropolymerisat in einer Eisenblase - wie im Labor üblich - einer Kontaktraffination und Konzentration unterwarfen.

Die Ergebnisse der Vorlaufpolymerisation (die Bromzahl des Vorlaufes wurde bei der beschriebenen Manipulation kaum geändert) sind in nachfolgender Zahlentafel 6 den Ergebnissen der Hauptpolymerisation gegenübergestellt:

Zahlentafel 6

Vergleich der Reinpolymerisate der Haupt- und Vorlaufpolymerisation des Spaltdestillates I und III bei 25° nach Kontaktraffination (angewandt: 700 gr Spaltdestillat)

Spaltdest.Nr.	I		III	
	Hauptpolym.	Vorlaufpolym.	Hauptpolym.	Vorlaufpolym.
Broms./Min.	47,5/20	0,9/60	38,4/20	1,9/75
d 20	0,887	0,858	0,878	0,856
E 50	12,6	5,8	12,0	5,3
E 75	4,4	2,6	4,4	2,5
E 100	2,3	1,7	2,4	1,7
n	3,5	3,5	3,4	3,5
η <sub>p</sub>	1,9	1,8	1,8	1,8
V.I.	93	114	105	108
CKT	0,4	0,02	0,4	0,02
% AlCl <sub>3</sub>	2	4	2	4
% HCl	0,8	0,8	0,8	0,8

(2)

Wie die Versuche zeigen, erhält man auch nach einer Kontaktraffination und Konzentration in einer Eisenapparatur aus den Vorläufen einer abgebrochenen Polymerisation recht gute, in der Qualität mit den früheren Beobachtungen übereinstimmende, dünnviskose Reinpolymerisate.

Die Frage, ob bei der stufenweisen Polymerisation die Summe der mengenmässig gewinnbaren Reinpolymerisate höher liegt als bei einer normal durchgeführten Polymerisation konnte durch die obigen Versuche nicht einwandfrei geklärt werden, weil eine quantitative Ausbeutebestimmung laboratoriumsmässig recht schwierig ist. Aus demselben Grunde muss auch die Frage, ob die Viskosität der Aufmischung einer stufenweisen Polymerisation höher liegt als bei einer normalen Polymerisation, noch offen bleiben. Wir beabsichtigen, diese wichtigen und interessanten Fragen baldigst durch semitechnische Versuche zu klären, und schlagen dasselbe für Betriebsversuche vor. Inzwischen werden wir bemüht sein, durch Polymerisation weiterer verschiedenartiger Spaltdestillate die Erkenntnisse auszubauen.

### Zusammenfassung

Die Polymerisation verschiedener Spaltdestillate in 2 Stufen ergab im Vergleich zu einer normalen Einstufenpolymerisation:

- 1) Der bei ~~ärmerer~~ Polymerisation bekannte viskositätssteigernde Einfluss einer Senkung der Polymerisationstemperatur kommt auch in einer mit fallender Temperatur stetig zunehmenden Viskosität der Reinpolymerisate der einzelnen Stufen zum Ausdruck.
- 2) Bei einer erneuten Polymerisation des in der ersten Stufe nicht ~~eingesetzten~~ Spaltdestillates wurde praktisch kein Sludge gebildet. Das Fehlen von Verbindungen, die zur Sludgebildung neigen, scheint mit dem niedrigen Konradsontest der Polymerisate der zweiten Stufe im Zusammenhang zu stehen.
- 3) Stets beobachtet man einen wesentlichen Viskositätsunterschied zwischen den Reinpolymerisaten der ersten und der zweiten Stufe im Vergleich zu dem Reinpolymerisat einer einstufigen Polymerisation. Das Polymerisat der ersten Stufe kann,

in Abhängigkeit der chem. Struktur eines Spaltdestillates, dünner oder dickflüssiger sein. Bei der Mehrzahl der Spaltdestillate erhält man in der ersten Stufe zähflüssigere Öle, so dass man als Regel annehmen darf, dass zunächst die reaktionsfähigsten Komponenten sich zu langkettigen und damit hochviskosen Polymerisaten aufbauen und dass dann die weniger reaktionsfähigen Anteile folgen, die nur zu kürzeren Ketten und somit zu dünnviskoseren Ölen polymerisierbar sind. Die Polymerisation des Vorlaufes ergibt stets dünne Öle.

4) Die Konradsonbildner sind stark von der Struktur des Spaltdestillates abhängig und finden sich in der Regel in der ersten Stufe .

5) Der V.I. der ersten Stufe liegt stets etwas niedriger als bei einer Einstufenpolymerisation, den höchsten V.I. weist stets die zweite Stufe auf.

6) Es ist möglich, den Sludge der ersten Stufe vollwertig zur Polymerisation der zweiten Stufe einzusetzen.

7) Durch Kontaktraffination wird die Polymerisationsfähigkeit des in der ersten Stufe nicht eingesetzten Spaltdestillates nicht beeinträchtigt.

8) Über die Endviskosität einer Aufmischung der stufenweise erhaltenen Reinpolymerisate im Vergleich zu einem Einstufen-Reinpolymerisat, ebenso über die erzielbare Viskositätshöhe nach der einen oder anderen Arbeitsweise können noch keine bindenden Aussagen gemacht werden. Diese Frage muss durch semitechnische Betriebsversuche geklärt werden.

Anlage 1Zahlentafel IAnalyse des Ausgangsmaterials

Spaltdestillat	I	II	III	IV
Gatsch	Spindelöl 28 %	Spindelöl 65 %	Spindel + 1.Na.Öl 65 %	
	1.Na.Öl 72 %	s.Na.Öl 35 %	s.Na.Öl 35 %	
Ölgehalt ca.	20 %	15 %	15 %	
Spalttemperatur	580°C	585°C	560°C	590°C
Spez.Gewicht	0,760	0,754	0,765	0,766
Br.Z.	108	114	107	112
Siedebeginn	37°C	40°C	58°C	
Siedeende	298°C	299°C	288°C	298°C