

nicht aber zur Entlastung Abschnitt VI. In während der
Sumpfen: AUFARBEITEN DER OBEREN SCHICHTEN
Wasser aufgefunden worden. Aus diesem Grunde wurden
folgende Löst man ein Polymerisat, das aus Spaltbenzin
und $AlCl_3$ gewonnen ist, stehen, dann setzt sich eine
Bodenschicht ab. Dieser "Schlamm" enthält nahezu alles
 $AlCl_3$ und wird für die Herstellung synthetischer Öle
nicht benutzt. Die Kopfschicht ist stark dunkel und
enthält stets sehr geringe $AlCl_3$ -Mengen, wahrscheinlich
in der Form organischer Zusammenstellungen. Da der Schlamm
bei der Zersetzung und Aufarbeitung sehr dunkle Öle
weniger guter Beschaffenheit hervorbringt, ist es wichtig,
den Schlamm so vollständig wie irgend möglich aus der
oberen Schicht zu entfernen. Zur Entfernung der Schlamm-
rückstände wurde die Oberschicht oft mit 4 % Ferran
bei $110^\circ C$ behandelt, darauf filtriert und mit Dampf
auf die gewünschte Viskosität destilliert. Zur Entfernung
der Schlammrückstände ist diese Behandlung ausreichend,

nicht, aber zur Entfernung des Chlors, da während der
Dampfdestillation merkliche HCl-Mengen im Kondensations-
wasser aufgefunden wurden. Aus diesem Grunde wurden

folgende Verfahren versucht:

1) Waschen mit Wasser. Ergab ernstliche Emulgierung.

2) Durchführen durch NH_3 . Gute Ergebnisse.

3) Durchführen durch feuchte Luft. Keinerlei Verbesse-
rung an Wirkung erreicht. Da die Farbe aber immer noch

4) Waschen mit gekühlter verdünnter H_2SO_4 .

Führte zu Emulgierung. mit 4 % Montana behandelt.

5) Waschen mit NaOH-Lösung, 30 %. Sehr gute

Ergebnisse.

Bei den Versuchen mit NaOH stellte sich
heraus, daß Konzentrationen unter 20 Gew. % oft schwierige
Emulgierungen ergaben, die schwer abzuschcheiden waren.

Aber bei Lösungen von 25 und 30 % wurde ausnahmslos gute

Abscheidung erzielt. In Balikpapan wurde dies Verfahren

ursprünglich auch verwandt, und das daraus entstehende

Konzentrat wurde einer Nachbehandlung mit 4 % Montana

unterzogen, um die Farbe zu verbessern. Beim Arbeiten im großen Ausmaß war die erzielte Farbe jedoch nicht gut, da sich auf 4 bis 6 Union belief, um dies abzustellen, war es notwendig, Spaltbenzin von nicht zu geringwertiger Beschaffenheit zu verwenden. Durch Ersetzen der kaustischen Lösung durch eine Sodaauslösung wurde sowohl im Laboratorium als auch in der Versuchsanlage eine Verbesserung um 1 Punkt erreicht. Da die Farbe aber immer noch nicht den damals in London gewünschten 2 Union entsprach, wurde die obere Schicht zuerst mit 4 % Montana behandelt, dann gefiltert und einer Sodaauslösungsbehandlung unterzogen, mit Dampf konzentriert und schließlich auch noch das Konzentrat mit einer Nachbehandlung mit Montana bearbeitet. Auf diese Weise wurden 10° E-Öle mit einer Farbe von 2,5 erzielt. Gegen dieses Verfahren sprach, dass trotz der kräftigen kaustischen Lösung oder der Sodaauslösung (zu neutraler Reaktion) geringe HCl-Mengen frei wurden, und zwar in der darauf folgenden Dampfdestillation,

und daß diese das Metall der Kondensatoren in der
während der analytischen

Versuchsanlage ernstlich in Mitleidenschaft zogen.
eines 10°-Gelen, das in Salzsäure

Weiter sprach gegen die kaustische Lösung ^{und} die Sodabehand-
lung, daß die erzielten Konzentrate oft eine unerwünschte

bläuliche Fluoreszenz aufwiesen. Die kaustische Behandlung
ersten Fraktionen (20 % des ursprünglichen)

wurde daher in Amsterdam im allgemeinen aufgegeben.
Bromwert von 6 anzuheben. Das 10°-Gelen

Die obere Schicht wurde nur mit 4 % Terrana bei 110° C
"allen" Verfahren polycyclisiert

behandelt, gefiltert und mit Dampf konzentriert und das
Kondensat auf. Es wurde jetzt

Konzentrat mit 1/2 % Terrana behandelt, um alle Feuchtig-
keitsspuren zu entfernen. In Amsterdam wurden anstelle

von Terrana ferner versucht: Floridin, getrocknetes
Urethane der hohen molekularen

Floridin und ungelöschter gebrannter Kalk; die Mengen
ke stellte sich sowohl in Reaktion

des zuletzt erwähnten Stoffes wurde gewechselt, ebenso
dann jedoch heraus, daß die

die Temperatur und Behandlungsdauer. In keinem Falle
des Chlorkentfernung weder die

jedoch ließ sich ein Konzentrat mit besserem Farbwert
Bromwert der ersten Fraktionen

als bei der Terrana-Behandlung erzielen, so daß soweit als
Dampfdestillation angefallen waren

diese Untersuchung in Frage kommt das Verfahren nicht
verbessert wurde.

1222 6523, d.h. 12 3552 mit 4 % Terrana

hatte auch während der analytischen Dampfdestillation fließ
eines 10°E-Öles, das in Balikpapan hergestellt wurde, *)
wurde in Amsterdam beobachtet, daß das Kondensations-
wasser eine positive Chlorreaktion aufwies, während die
ersten Fraktionen (20 % des ursprünglichen Öles) einen
Bromwert von 6 aufwiesen. Das 10°E-Öl wurde nach dem
"alten" Verfahren polymerisiert und wies einen guten
Flammpunkt auf. Es wurde jetzt angenommen, daß die
Anwesenheit von Chlorspuren in synthetischen Öl für die
Zersetzung verantwortlich sein könnte und deswegen die
Ursache der hohen anfänglichen Flüchtigkeit bildete.

Es stellte sich sowohl in Amsterdam als auch in Balikpapan
jedoch heraus, daß die Nachbehandlung zum Zwecke
der Chlorentfernung weder die Flüchtigkeit noch den
Bromwert der ersten Fraktionen, die in der analytischen
Dampfdestillation angefallen waren, veränderte. Weiterhin

*) TMC 6623, d.h. TL 3659 mit 5 % Terrena behandelt.

hatte auch die Entfernung von Aschespuren keinen Einfluß auf die Anfangsflüchtigkeit. Es stellte sich heraus, daß die ungesättigten Kopffractionen in der Dampfdestillation auf die Verkrackung zurückzuführen wären; denn bei der Destillation synthetischer Öle in hohem Vakuum wurde ein gesättigtes Destillat erzielt, 0,24 bis auf 0,050 schwankte. In Balikpapan wurden die Arbeiten regelmäßig überprüft durch Ausführen einer Dampfdestillation bis zu 350°C bei den erzielten synthetischen Ölen; wobei das abgespaltene HCl in einen Cl-Gehalt des ursprünglichen Öles umgewandelt wurde. Natürlich ergaben die Zahlen Minimalwerte für den Cl-Gehalt, da der Rückstand über 350°C immerhin noch Chlor enthalten kann. Es wurde klar, daß der Hundertsatz an Cl, der auf diese Art und Weise gefunden wurde für die verschiedenen Erzeugnisse, in weiterem Maße schwankte, und es konnte nicht entschieden werden, welcher Einfluß hier am Werk war. So wurde bei verschiedenen 10° E-Ölen, die nach dem Verfahren zur

Erzielung eines Farbwertes 2 (Union) aufgearbeitet wurden, und die darin bestanden, die oberen Schichten mit 6 % aktiver Bleicherden (Fuller) zu behandeln, Filtrierung, Sodabehandlung, Konzentrieren mit darauf folgender Nachbehandlung mit 2 bis 4 % Fullererden gefunden, daß der Cl-Gehalt von 0,024 bis auf 0,058 schwankte (diese Feststellung wurde getroffen durch Dampfdestillation bis zu 350° C). Wir nehmen an, daß wir aus einer Versuchsreihe in Balikpapan den Schluß ziehen können, daß die vollständige Polymerisation zu einem niedrigen Cl-Gehalt bei dem anfallenden Öl Veranlassung gibt. Wahrscheinlich sind aber noch andere Einflüsse vorhanden. Wenn auch die Frage der Bildung hoher Chlorbestandteile im synthetischen Öl und der Beeinflussung der Polymerisation zur Gewinnung eines vollkommen chlorfreien Enderzeugnisses bis jetzt noch nicht gelöst ist, so ist es doch sehr wichtig, daß Balikpapan in der Lage war, ein Verfahren zur Aufarbeitung der Grundstoffe

anzugehen, das praktisch zu einem chlorfreien Enderzeugnis führt. Dieses Verfahren besteht darin, die oberen Schichten mit einer kanatischen Lösung zu behandeln, die kaustische Lösung abzuscheiden und die oberen Schichten mit Dampf zu konzentrieren unter gleichzeitiger Hinzusetzung von 4 % Fullererden, bis zu einer Höchsttemperatur von 250°C . In diesem Verfahren wird das organisch gebundene ClO_2 abgespalten als HCl , und zwar unter dem Einfluß der Fullererden. Eine Konzentration bei Temperaturen, die höher als 250°C liegen, würde eine Zersetzung des Gases unter dem Einfluß der Fullererde verursachen, so daß das Erzeugnis erst gefiltert werden muß, bevor es weiter auf die Viskosität eines Luftfahrtoeles konzentriert wird. Die letzte Konzentration wird in Balikpapan unter Vakuum vorgenommen, wobei überhitzter Dampf zugesetzt wird. Die so erhaltenen Konzentrate enthalten Hundertsätze an Chlorbereich bis zu 0,002 %, die praktisch nicht berücksichtigt zu werden brauchen. Diese Werte wurden

in Amsterdam durch Ausführung einer Dampfdestillation

mit Temperaturen, die bis auf 400°C anstiegen, gefunden.

Es blieb hierbei praktisch kein Rückstand zurück, so daß

die erhaltenen Ergebnisse den tatsächlichen Cl-Gehalt

annähernd erreichten.

In Amsterdam wurden einige ältere synthetische

Oele aus Balikpapan und Amsterdam, die immer noch Cl

enthielten, Cl-frei gemacht durch eine Dampfbehandlung

bei 250°C unter Hinzufügen von 4 % Terrana. Durch Ersatz

der halben Menge Terrana durch ungelöschten Kalk wurden

ebenfalls chlorfreie Erzeugnisse erzielt, wobei das letztere

Verfahren auch noch den Vorteil wies, daß der Kalk

das abgespaltene HCl absorbierte, so daß das Kondensations-

wasser der Dampfbehandlung praktisch kein HCl enthielt.

Schließlich ist zu erwähnen, daß das von Balikpapan

angegebene Verfahren zur Aufarbeitung sich auch als

anwendbar für die Herstellung chlorfreier synthetischer

Bright Stocks erwies.