

~~1943~~

Herrn Direktor Dr. Hagemann

1350

Betrifft: Herstellung von hochviscosen Ölen.

Über diesen Sektor berichteten wir am 28. Mai und 22. Juni 1936. Die Gewinnung von synthetischen Brightstecks und die Darstellung von Rückstandsölen mit möglichst hoher Viskosität hängen aufs engste zusammen. Denn naturgemäß wird man mit einer umso besseren Ausbeute an Brightstecks z.B. von $V_{50} = 50$ E rechnen können, je zähflüssiger das durch Polymerisation oder Kondensation gewonnene Öl an sich ist. - Da synthetische Öle bereits bei etwa 320° sich aufzuspalten beginnen, hat eine normale Vakuumdestillation nur beschränkte Bedeutung für die Aufarbeitung; erst als uns eine Molekulardestillation zur Verfügung stand, konnten im Laboratorium brauchbare Ausbeutesahlen geschaffen werden. -

Will man n-Öle von maximaler Viskosität auf dem Wege der Polymerisation gewinnen, so muß man vor allen Dingen bei tiefen Temperaturen arbeiten. Vergleichsweise erhält man z.B. in der Ringselnsynthese bei 65° eine Viskosität $V_{50} = 13$, bei 40° $20 - 22$, dagegen bei $+15^{\circ}$ aus Gesamtbenzin 31 $20 - 36$ E. In dem Maße, wie die Synthesetemperatur gesenkt wird, muß die Dauer, etwa bis 24 Std. verlängert werden, wobei es sich empfiehlt, zum Schluß zur Erfassung der letzten Olefinanteile die Temperatur zu steigern. Ein weiteres Senken auf $+0^{\circ}$ oder gar -15° erhöht die Fähigkeit nicht mehr weiter, hat sogar bei längeren Reihensynthesen den Nachteil, daß die Polymerisationsvorgänge zum Erliegen kommen.

Wesentlich ist fernerhin ein kräftiger $AlCl_3$ -Einsatz und, was nicht überschauen werden darf, die Verminderung eines Überschusses an Kontaktöl. z.B. in einer Reihe mit 3% Zusatz an frischem $AlCl_3$, Temperatur $15^{\circ}C$, sank in der 5. Synthese, wo das Kontaktöl bereits auf 43% des jeweiligen Benzineinsatzes angestiegen war, die V_{50} von 34° auf 17° ; andererseits, will man die Viskosität auf sagen wir 26 E dauernd halten, so darf die Kontaktölmenge 10% des Benzineinsatzes nicht überschreiten, sonst werden bei $15^{\circ}C$ die zugesetzten 2% $AlCl_3$ zu stark verdünnt. Mit anderen Worten: Je höher die gewünschte Fähigkeit des Öles im Dauerbetrieb liegen soll, umso mehr Kontaktöl fällt an, das ausgeschaltet und für sich verarbeitet werden muß.

Eine extrem hohe V_{50} wird erhalten, wenn man von niedrigsiedenden Benzineanteilen, also kurzen Kohlenstoffketten ausgeht. Man muß hier also eine schlechtere Polhöhe in Kauf nehmen; vergleichsweise ergab die Einzelsynthese bei $+15^{\circ}C$:

Aus Gesamtbenzin ein n-Öl von $V_{50} = 31 - 36^{\circ}$ und VPH = 1,66
" dem tiefsied. Drittel " $36 - 44^{\circ}$ " " 1,88

Anscheinend fördert auch die Reinigung der Ausgangskohlenwasserstoffe mit Ionasil und Natronkalk die Bildung besonders hochviscöser n-Öle.

Was nun die Mengenbeziehung zwischen der Viskosität des n-Öles und der Ausbeute an gewinnbaren Brightstock betrifft, so ist wohl zwischen Crackbenzin und Kreislaufbenzin zu unterscheiden.

1) Crackbensintyp:

Hier liegt ein umfangreicheres Zahlenmaterial vor, das etwa folgendes Bild gibt:

n-Öl V_{50}	enthält BrightstocK $V_{50} = 50^{\circ}E$
5,9 ^o	ca. 15 %
6,7	24
9,1	34
13,7	40
16,0	33
16,6	46
16,9	47
24,0	58
25,2	66
27,8	70
29,5	75
32,8	84
35,2	74

Charakter des Ausgangsmaterials und Synthesebedingungen sind hier außer Acht gelassen. Anscheinend handelt es sich um eine Beziehung, deren kurvenmäßige Hinsinnigkeit noch nachgewiesen werden müßte. Bisher herrscht der Eindruck vor, daß die Zusammensetzung zumindest der Öle, die aus Benzinen verschiedener Siedegrenzen hergestellt wurden, gewissen Schwankungen unterliegt.

2) Kreislaufbensintyp.

Aus einigen Versuchsreihen ist uns lediglich das über Eisen hergestellte Benzin vertraut geworden. Der Kobalttyp müßte noch untersucht werden. Anscheinend liegen die Ansichten für eine gute BrightstocKausbeute ungünstiger als auf Basis Crackbenzin. Denn erstens geht bei einem Ofengang mit der Alterung des Kontaktes die V_{50} des unter normalen Synthesebedingungen erhaltenen n-Öles stark zurück, s.B.:

Ofen 14a, 3.	Füllung Fe	in 140 Tagen	von 14 auf 6 ^o E
" 10, 11.	" Co	" 200 "	" 25 " 10 ^o E

Zweitens enthält ein auch bei tiefen Temperaturen hergestelltes n-Öl viel weniger BrightstocK als ein Öl von gleicher Viscosität, das aus Crackbenzin polymerisiert wurde:

Öl 13 ^o	aus jüngeren Ofenprodukten	ergab 27 % 50er BrightstocK
" 10 ^o	" älteren "	" 15 % "

Wieweit diese Zahlen verallgemeinert werden können, läßt sich schwer sagen. Jedenfalls erscheint es recht fraglich, ob es gelingt, im Dauerbetrieb aus Kreislaufbenzin ein so hochviscoses n-Öl herzustellen, das bei der Destillation 50 % BrightstocK von $V_{50} = 50^{\circ}E$ liefert.

Claw