

40/4/8

1380

2. April 1940.

B

002869

Herrn Professor Martin
Dr. Hagemann
Direktor Alberts
Dr. Goethel

Für Kenntnis des synthetischen Öls.
Untersuchung an nachbehandelten und unbehandelten Destillaten.

Bekanntlich enthalten unsere synthetischen Öle in den tief siedenden Anteilen für gewöhnlich kleine Mengen Paraffin. Destilliert man bei der Schmierölgewinnung die obere Schicht im Vakuum, so gehen diese Mengen mit den niedrig viscosen Destillaten über und bilden die Veranlassung, daß sich die Spindelöle mit einer Viscosität $\eta_{50} = 1,5$ bis 3° bei der Abkühlung unter 0°C vor der Erreichung des Stockpunktes vorzeitig trüben. 6°R -Destillate und der Rückstand dagegen bleiben klar.

Die nachfolgenden Versuche beantworten die Frage, wie sich die Verhältnisse ändern, wenn man die gesamte obere Schicht oder nur den im Vakuum bis 300° siedenden Anteil mit der betrieblich normalen Menge von $0,75\%$ Al Öl, vor der Aufteilung in Siedefractionen nachbehandelt.

1.) Nachbehandelte obere Schicht.

Teilt man eine im Betrieb gewonnene obere Schicht durch Nachdestillation von 20 zu 20°C in Siedestreifen auf, so erhält man die Zahlen der beigefügten Anlage 1. Bei 5 mm Hg und der gewählten Apparatur liegt das 2° ige Öl etwa bei 225 bis 245° gemessen in der Flüssigphase. Die Stockpunkte stellen sich bei fortsetzender Destillation nicht etwa an und nähern sich $\pm 0^{\circ}\text{C}$ wie man es in einer homologen Reihe mit zunehmendem Molekulargewicht erwarten sollte, sondern sie sinken vielmehr:

11381

002870

Für $V_{50} = 1,17$ beträgt der Stockpunkt -11°C , für $V_{50} = 1,45$ -32° . Die Trübung setzt im allgemeinen um -7°C ein; die Kurven für Trübungspunkt und Stockpunkt entfernen sich also immer mehr voneinander. Offenbar handelt es sich um nur sehr geringe Mengen Paraffin, denn es entsteht nur ein leicht grauer Schleier, und die in Kopie angegebenen Methoden zur Paraffinbestimmung sprechen überhaupt nicht an. Relativ am ausgeprägtesten ist dieser Schleier bei der Fraktion 240 bis 260° . Die hohen Stockpunkte bei Siedetemperaturen von ca. 300 bis 340° zeigen nach unserer Auffassung an, daß Frakturparaffine in der Fraktionierkolonne der Versuchsanlage mit übergegangen sind, d.h., daß der Schnitt der Fraktionierkolonne der Dubbs-Anlage nicht besonders scharf ist. Es könnte dies beispielsweise auf die verhältnismäßig großen Mengen Dampf, die u.ä. bei der Spaltung abgegeben werden, zurückzuführen sein. Bei höheren Fraktionen sinkt der Stockpunkt ab, d.h., diese Fraktionen enthalten praktisch keine eingeschleppten primären Bestandteile mehr, sondern bestehen aus reinen, tief siedenden Polymerisaten, wenn auch die Beobachtungen des Trübungspunktes die Möglichkeit offen lassen, daß auch hier noch zumindest Spuren Paraffine, die den Stockpunkt beeinflussen, nicht mehr vorhanden sind.

2.) Nachbehandlung der gesamten oberen Schicht.

Läßt man der Destillation eine Nachbehandlung mit 0,75 % Al Cl_3 vorausgehen, so ergibt sich lt. Anlage 2 folgendes Bild: Die leichte Nachbehandlung hat die Siedekurve - vgl. Kurvenblatt Anl. - sowie die Viscosität der einzelnen Fraktionen nicht geändert. Was das 2°ige Cl betrifft, so bleiben Flammpunkt und Stockpunkt unverändert, der Trübungspunkt steigt interpoliert von -3° auf -4°C . Die Fraktionen haben alle eine deutlich blasse Fluoreszenz angenommen. Auch ist der Grad der Trübung der gleiche geblieben, wieder liegt das Maximum bei 240 bis 260° . Bei einigen Fraktionen steigt der Trübungspunkt auf $\pm 0^{\circ}\text{C}$.

Die Dielektrizitätskonstante übrige wird durch Nachbehandlung nicht beeinflusst (Anl.4).

3.) Nachbehandlung nur eines Teiles der oberen Schicht.

Behandelt man die im Vakuum zwischen 160° und 195° übergehenden niedrigviscosen Destillatöle mit 0,75 % AlO_3 , so ergibt sich das Zahlenbild der Anl.5. Hiernach wirkt AlO_3 nachpolymerisierend, denn die Viskosität des Anteils >260° ist beträchtlich gestiegen. Ein direkter Vergleich der einzelnen Fraktionen ist nicht möglich, da bekanntlich die Siedelage niedrigviscöser Öle sich nach einer tieferen Temperatur hier verschiebt, wenn der Krighstock vorher abgetrennt wurde. Im allgemeinen kann man die Tendenz feststellen, daß Flammpunkt und Stockpunkt höher liegen, also ersterer verbessert, letzterer verschlechtert wird. Auch die Trübung setzt früher ein, sogar bei +3°C, und ist deutlich stärker als bei der unbehandelten oder insgesamt nachbehandelten oberen Schicht. Die stärkste Trübung zeigen die Fraktionen 240 bis 260° und 260 bis 280°.

Für das Destillat $V_{20} = 2^\circ$ interpolieren wir etwa folgende Zahlen:

	un- behandelt	ganz nachbehand.	Destillat nachbehand.
Flammpunkt	187°	185°	195°
Stockpunkt	-36°	-42°	-40°
Trübungspunkt	-9°	-6°	-1°
Trübung	schwach	schwach	stärker

Zusammenfassung.

Durch mäßige Nachbehandlung der oberen Schicht (0,75% AlO_3) treten für die dünnen Destillatöle in Bezug auf Siedelage, Flammpunkt, Stockpunkt sowie Trübung durch

Paraffingehalt keine Veränderungen ein. Nur der Trübungspunkt verschiebt sich in eine höhere Temperaturlage. Er steigt über $\pm 0^{\circ}\text{C}$, wenn nur der im Vakuum bis 300° destillierende Anteil der oberen Schicht mit der gleichen Menge AlCl_3 nachbehandelt wurde. Die Tendenz, daß der Flammpunkt steigt (= besser wird) und ebenso der Stockpunkt steigt (= sich verschlechtert) nimmt bei der Behandlung mit großen Mengen AlCl_3 nach früheren Versuchen zu. Es scheiden sich sogar grobe Flocken ab, die nach Verdünnung leicht abfiltriert werden können.

Heim *Clar*

5 Anlagen.

002873

Aufteilung einer unbehandelten oberen Schicht durch Destillation.

Eine unbehandelte obere Schicht des Betriebes wurde bei 170° im offenen Gefäß entchlort, dann im Vakuum bei 3 mm Hg durch Destillieren aufgeteilt. Einsatz im Vakuum = 92,2 % der Ausgangsmenge.

Temp.d. Flüssig- keit	ber.Ste- dekt.d. Destill. b.Atm.Dr.	% des Vak. Ein- satzes	V ₅₀ °F	Fipkt. °	Stoek- punkt °	Trübungs- punkt °
bis 160°	bis 295°	21,1	-	-	-	-
160 - 180°	295 - 320	3,-	1,17	112	- 11°	- 7
180 - 200°	320 - 346	2,-	1,24	135	- 10	- 7
200 - 220°	346 - 368	2,-	1,45	155	- 21	-12 schwach
220 - 240°	368 - 398	2,8	1,78	180	- 35	-11
240 - 260°	391 - 416	3,9	2,39	202	- 39	- 5
260 - 280°	416 - 440	5,5	3,45	220	- 52	- 7
280 - 295°	440 - 458	3,6	4,64	237	- 53	- 7
Rstd. 295°	-	55,7	21,1	293	- 25	keine Trübung
Verlust	-	0,4	-	-	-	-
	-	100 %	-	-	-	-

11380
2873A

Aufteilung einer nachbehandelten oberen Schicht durch
Destillation.

Eine unbehandelte obere Schicht des Betriebes wurde zunächst mit 0,75 % $AlCl_3$ bei 170° im offenen Gefäß nachbehandelt, bei gleicher Temperatur entchlort und dann im Vakuum bei 3 mm Hg durch Destillation aufgeteilt. Einsatz Vak. = 91,- % der Ausgangsmenge. Die Fraktionen haben eine deutlich blaue Fluoreszenz angenommen.

Siede- Temp. (Flüss.)	% des Vak. Eins.	V ₅₀ °C	Flpkt. °C	Stoek- punkt °C	Trübung- punkt °C
bis 160°	21,2	-	-	-	-
160 - 180	3,3	1,15	115	- 10	- 8
180 - 200	2,4	1,26	136	- 12	- 8
200 - 220	2,3	1,50	159	- 22	-13
220 - 240	2,7	1,88	185	- 40	- 5
240 - 260	4,-	2,49	206	- 50	± 0
260 - 280	4,9	3,57	235	- 47	± 0
280 - 300	5,7	4,76	245	- 52	- 10
Rstd. 300°	53,-	22,1	302	- 32	Keine Trübung
Verlust	0,5	-	-	-	-
	100 %				

Anl. 3

Vakuumsiedekurve (3 mm Hg.) der unbehandelten
und nachbehandelten oberen Schicht.

002873

Gew. %

100

90

80

70

60

50

40

30

20

10

○ unbehandelt.

△ nachbehandelt.

160 180 200 220 240 260 280 300 °C

A 4 210 X 207 mm

Dielektrizitätskonstante

Messung in Dielektrikum bei 25°C.

Dielektrikum	unbehandelt	behandelt
bis 100°	-	2,00
100 - 120	2,04	2,04
120 - 200	2,06	2,10
200 - 220	2,12	2,12
220 - 240	2,13	2,12
240 - 260	2,14	2,14
260 - 280	2,15	2,15
280 - 300	2,16	2,15
Rest. 300°	2,15	2,16

11388

Anlage 1 zum Bericht vom 2.4.32.

002876

Nachbehandlung der Vakuum-Destillate 160 bis 235° und Auf-
teilung durch Destillation.

Es bei 3 mm Hg zwischen 160° und 235° abdestillierte Anteil einer unbehandelten oberen Schicht = 21, - % der Ausgangsmenge wurde mit 0,75 % $AlCl_3$ bei 170° nachbehandelt, antarktisiert und dann durch Destillation aufgeteilt.

Stiele- Temp. (Vakuum.)	% d. Vak. Ein- satz	V_{20}^0	$V_{akt.}^0$	Stiele- punkt 0	Erstschmelz- punkt 0
bis 140°	0,9 (-) ^x	1,11	93	-16	-10 Krist.
140 - 160	9,5 (-)	1,18	122	-7	+2 "
160 - 180	6,3 (12,8)	1,29	149	-9	+1 "
180 - 200	0,7 (9,1)	1,47	163	-20	-9 teils
200 - 220	0,6 (8,6)	1,75	182	-30	-7 "
220 - 240	12,2 (12,8)	2,14	206	-40	+2 "
240 - 260	16,8 (15,1)	2,93	223	-41	+3 "
260 - 280	12,8 (24,2)	4,28	248	-42	-5 "
280 - 290	4,1	6,05	265	-42	+2 "
Restl. 290°	12,1 (35,7)	14,6	284	-32	keine Erstsch.
	100 %				

x) Die eingeklammerten Zahlen bedeuten den Fraktionsteil
vorr. der Nachbehandlung.