

Oberhausen-Holten, den 3. Juni 1938

Kuhchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten
abt. HL Cl./Tm.

Herrn Professor Martin,

Herrn Dr. Hagemann,

Herrn Direktor Alberts,

Herrn Dr. Goethel,

je besonders.Betr.: Herstellung von Stossdämpferöl aus Krackbenzin.

Die hier beschriebenen Syntheseveruche beziehen sich auf die Darstellung von Stossdämpferöl mit folgenden drei Eigenschaften:

- 1) Es soll ein Rückstandsöl, nicht ein Destillat sein
- 2) Die Viscosität v_{50} beträgt etwa $6^{\circ} E$
- 3) Die Viscositätspolhöhe liegt bei 1,6 - 1,7

Die Gewinnung aus normalem Krackbenzin kann in 2 facher Weise durchgeführt werden: a) Ausgehend von einem nicht durch fraktionierte Destillation aufgefällten Krackbenzin entfernt man in einer kurzen Vorsynthese (erster Stoß) Ölanteile von schlechter Polhöhe und erhält so in der Hauptsynthese ein Produkt von der gewünschten niedrigen Viscositätspolhöhe oder b) man unterwirft eine hochsiedende Benzinfraktion in nicht unterbrochenem Ablauf der Polymerisation und Kondensation.

I. Darstellung aus Krackbenzin nach Entfernung der ersten Polymerisate.

Die Versuche dieser Gruppe sind auf den Anlagen 1 und 2 zusammengestellt. Sie kommen für die betriebliche Auswertung weniger in Frage, da dieser Weg patentrechtlich gesperrt ist. Setzt man das Benzin mit $AlCl_3$ bei niedrigen Temperaturen nur kurze Zeit, z.B. $1 \frac{1}{2}$ Std. um, so erhält man kleinere Mengen eines hochviscosen, nach seiner grossen Polhöhe als minderwertig zu charakterisierenden Rückstandsöles (Anl. 1). Man destilliert die entstandenen Polymerisate ab und synthetisiert das erhaltene, die anfänglichen Olegine grossenteils noch enthaltenden Restbenzine erneut mit $AlCl_3$, eventuell unter Zufügung von Kontaktöl, bei $55 - 60^{\circ}$ am Rückflusskühler. Selbst wenn man nur wenig $AlCl_3$ zur Hauptsynthese verwendet, fallen n-Öle an, deren Viscosität bei $20^{\circ} E$, also viel zu hoch liegt. Manche auf dem Markt befindliche Stossdämpferöle haben sehr tiefe Flammunkte, bis herunter auf etwa

95° C. Man könnte also die Abtrennung des Rückstandes im Vakuum bei Temperaturen vollziehen, die weit unter 200° liegen, und auf diese Weise die Viscosität des Rückstandöles drücken. Seine Polhöhe anderseits entspricht den gestellten Forderungen (1,63 - 1,65). Das Verfahren jedoch interessiert praktisch weniger, da, wie oben erwähnt, die Herstellungsweise patentrechtlich geschützt ist.

II. Darstellung aus einer höher siedenden Benzinfraction.

Bei normalem Krackbenzin ist in bezug auf die niedere Polhöhe des zu gewinnenden Öles die Entfernung der ersten Polymerisationsanteile der Abtrennung der tief siedenden Benzinanteile durch Destillation etwa gleichzusetzen.

Bei Anlage 3 bildete die hochsiedende Benzinfraction über 175° das Ausgangsmaterial für die Synthese. Da hohe Temperatur die Bildung dünner Öle begünstigt, wurde das $AlCl_3$ bei 50° zugesetzt und die Reaktion bei 90 - 95° vollzogen. Mit 37 % Ausbeute bilden sich n-Öle von

$$\begin{aligned} V_{50} &= 7,9 \\ V \text{ Polhöhe} &= 1,62 \\ \text{Flpkt.} &= 237^\circ \end{aligned}$$

Durch Einregulieren des Siedepunktes unter 200° lassen sich also die gewünschten Öle erzielen.

Geht man von der Fraktion 160 - 240° aus, so erfährt die Polhöhe eine kleine Verschiebung auf 1,7 zu. (Anl.4). Auch hier wurde der Katalysator bei 50° C zugesetzt - eine Massnahme, die bei hochsiedenden Benzin keine Schwierigkeit bereitet - und die Synthese bei etwa 95° vollzogen. Die gestaffelte Zugabe des $AlCl_3$ zur etwaigen Verbesserung der Wirkung erwies sich als unnötig, da allenfalls die Öldestillate mengenmässig etwas zunehmen (vgl. Versuch 1 und 2 Anl.4). Auch der Einsatz von Kontaktöl bietet keine Vorteile bzw. bringt keine grundsätzlichen Änderungen im Charakter des Öles mit sich: Vermischt man die mit reinem $AlCl_3$ hergestellten Öle der Versuche 1 und 2 sowie anderseits die Probe 3 und 4, bei denen auch Kontaktöl zur Anwendung kam, so ergibt sich folgendes Zahlenbild:

	<u>Öl 1 + 2</u> <u>nur AlCl₃</u>	<u>Öl 3 + 4</u> <u>Kontaktöl + AlCl₃</u>
d ₂₀	0,857	0,858
v ₂₀	29,9° E	24,6
v ₅₀	6,4°	5,6
v ₃₀	2,5°	2,3
v Polhöhe ca	1,69	1,67
Neutral.Zahl	0,01	0,01
Verseifs. Zahl	0,04	0,06
Flammpkt.	229° C	215°
Stockpunkt	- 28° C	- 29° C
Verdampfung) 1 Std. 100°)	0,0	0,0

Claw

Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten.

Darstellung des Stossdämpferöles aus normalen
Krackbenzin durch Entfernung des ersten Stosses.

1) Vorversuch

Vers. 2255

Ausgangskrackbenzin :

Siedende = 205° C

Olefingehalt = ca 92 %

Synthese erster Stoss :

Einsatz $AlCl_3$ = 2,5 %

Dauer, Temperatur = 1 1/2 Std. 320°

Rückstaöl 200° D. = 7,5 %

" V_{50} = 555°

" V Polhöhe = 2,39

Hauptsynthese

Benzin enthielt = ca 87 % Ol.

Bedingungen : erst 2,5 $AlCl_3$ 12 Std. bis

50° , dann 1,5 % $AlCl_3$ bei 50° C.

Atmosph. Rstd. 205° D = 58,5 %

" V_{50} = $11,5^{\circ}$ E

Synthese ergab ein viel zu viscoses Rstdöl.

Darstellung des Stossdämpferöles aus normalem
Krackbenzin durch Entfernung des ersten Stosses

2) Zwei Versuche Nr. 2277.

	1 Hauptsynthese mit $AlCl_3$	2 Hauptsynthese mit Kontaktöl + $AlCl_3$
Ausgangsbenzin	Typ : Krackversuch Nr. 12 Goethel Siedeende : ca 217° (D)	dgl. "
Synthese erster Stoss	Einsatz $AlCl_3$ = 2,5 % Dauer, Temperatur = 1 1/2 Std. 32° C Atmosph. Rstd. = 16,9 %	2,0 % 1 1/2 Std. 30° C 31,3 %
Hauptsynthese	Katalysator $AlCl_3$ = 1 % " Kontaktöl = - Bedingungen = 11 Std. 55° C Rstdsöl 200°D 5 mm = 38,4 % " d_{20} = 0,851 " V_{50} = 21,7 " V Polhöhe = 1,65 " Flpkt. = 271°	1 % aus 1 4 % 11 Std. 60° C 33,9 % 0,851 20,9 1,63 273°

Stossdämpferöl durch Synthese aus einer
hochsiedenden Benzinfraktion.

Ausgangsmaterial : Siedefraktion über 175°

Synthese : Benzin auf 50° erwärmen, 2,5 % AlCl₃ zugeben,
dann 11 Std. 90 - 95° C.

Kontaktöl gebildet	3,2 %
Benzindestillat	40,5 %
Gesamtverlust	1,5 %
Von Clefinen umgesetzt ca	86 %
Öldestillate	17,6 %
Rstdsöl 200° D. 5mm	37,2 %
" d ₂₀	0,851
" V ₅₀	7,9
" V Polhöhe	1,62
" Flpkt.	237°

Stossdämpferöl durch Synthese aus dem
hochsiedenden Benzinanteil mit und ohne Kontaktöl.

Ausgangsmaterial: Krackbenzin 160 - 240°

Kontaktöl aus vorausgegangenen Versuchen mit Bz. 160 - 240° ;
Zusatz = 5,4 %

	mit AlCl ₃ einmalige Zugabe	allein gestaffelte Zugabe	mit Kontaktöl + AlCl ₃ einmalige Zugabe	gestaffelte Zugabe
	1	2	3	4
Nr. des Versuchs				
AlCl ₃	1,5 %	3 X 0,5=1,5% in je 2 Std.	1,5 %	3 X 0,5=1,5% in je 2 Std.
Synthese	Kontakt bei 50° setzen 11Std.95°	1. Portion bei 50° zu 50°, dann 11 Std. 95°	Kontakt bei 50° zusetzten 11Std.95°	1. Portion bei 50° dann 11 Std. 95°
Kontaktöl neu- bildet.	2,5 %	4,7 %	4,5 %	7,7 %
Benzindestillat	41,7 %	36,6 %	43,3 %	38,7 %
Verluste	0,6 %	1,7 %	0,8 %	1,2 %
Öldestillate	12,8 %	14,7 %	7,9 %	14,4 %
Rstdsöl 200° D.	42,4 %	42,3 %	43,5 %	38,- %
" d ₂₀	0,856	0,856	0,856	0,857
" V ₅₀	6,3	6,5	5,3	6,1
" V Polhöhe	1,68	1,69	1,69	1,68
" Flpkt.	234	229	203	228