

Kurzbez.: Stabilisierung mit Einzelkomponenten (Schwefel u. Aminoverbindungen, die Phentiazin zu bilden vermögen.

BUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT

Oberhausen-Holten, den 20. August 1942

Pat.-Abt. Ham/Am  
R 628

### Verfahren zur Stabilisierung synthetischer Schmieröle

Zur Erreichung einer ausreichenden Alterungsbeständigkeit hat man synthetischen Schmierölen bereits kleine Mengen von Thiodiphenylamin (Phentiazin) einverleibt. Auch andere aromatische Schwefel-Amine haben hierfür Verwendung gefunden. Der Zusatz dieser Stabilisatoren erfolgt sowohl nach der Fertigstellung der Öle, als auch bereits vor der Kondensation der Ausgangskohlenwasserstoffe. Auf diese Weise lassen sich ganz hervorragende Alterungsbeständigkeiten erzielen. Ein grosser Nachteil besteht hierbei jedoch darin, dass Phentiazin und ähnliche aromatische Schwefel-Stickstoff-Verbindungen sich nur schwer in isolierter Form herstellen lassen. Bei ihrer Herstellung entstehen in erheblicher Menge giftige Schwefelverbindungen in Form von Gasen, sodass ihre technische Handhabung mit Schwierigkeiten verbunden ist.

Es wurde gefunden, dass man die guten Stabilisierungsergebnisse des Phentiazins und ähnlicher Thiodiphenylamine praktisch auch dann erreichen kann, wenn man diese Verbindungen erst innerhalb des Schmieröls oder der zur Kondensation kommenden Kohlenwasserstoffmischung aus den jeweils in Frage kommenden Ausgangsstoffen erzeugt. Für die Bildung von Phentiazin dienen Diphenylamin und Schwefel. Anstelle von Diphenylamin können auch geeignete Substitutionsprodukte desselben zur Anwendung kommen. Aromatische Amine dieser Art sind leicht zugängliche Verbindungen, die keine irgendwie unangenehmen Eigenschaften aufweisen, sodass sich die Stabilisierung der Schmieröle auf diesem Wege leicht durchführen lässt. Nach Beendigung der Kondensation bei Temperaturen bis etwa 100°C wird die aus Aluminiumchlorid-Doppelverbindungen bestehende Kontaktschicht in der üblichen Weise abgetrennt. Bevor nunmehr aus dem abgetrennten Kondensationsprodukt durch Entchlorung und Destillation das Schmieröl isoliert wird, erfolgt ein Zusatz von etwa 0,1 % Aluminiumchlorid, das bei etwa 160 - 200°C einige Zeit (2-4 Stunden) zur Einwirkung gebracht wird.

Die mit dem erfindungsgemässen Verfahren erzielbaren Stabilisierungswirkungen sind aus den nachfolgenden Zahlenangaben ersichtlich. Einem unbehandeltem Öl ist einerseits ein mit Phenthiazin unmittelbar behandeltes Öl und andererseits ein mittelbar unter Verwendung von Diphenylamin und Schwefel stabilisiertes synthetisches Schmieröl gegenübergestellt. Sowohl das Phenthiazin als auch Diphenylamin und Schwefel wurden vor Ausführung der Kondensation dem zur Behandlung kommenden Kohlenwasserstoffgemisch zugesetzt.

Zur zahlenmässigen Kennzeichnung der jeweils erreichten Alterungsbeständigkeit wurden die nach der Destillation der Polymerisationsschicht bei 200°C anfallenden Rückstandsöle 6 Stunden lang bei 160°C mit Sauerstoff gealtert. Hierbei ergaben sich folgende Zahlenwerte:

	ohne Zusatz	Zusatz von Thiodiphenylamin(Phenthiazin)	Zusatz von gleichen Mengen Schwefel und Diphenylamin
Sauerstoffverbrauch .....	9 %	0 %	0 %
Viskositäts-Zunahme $V_{50}$ ..	110 %	3 %	5 %
Verseifungszahl .....	44	1,9	1,8
Zunahme der Dielektrizitätskonstante .....	0,9	0,05	0,05
Oxydationswasser/100 g Öl	6,3 ccm	1,0 ccm	1,1 ccm
Zunahme des Conradson-Testes .....	0,06/0,7 %	0,09/2,3 %	0,09/1,9 %

Aus den obenstehenden Zahlenangaben erkennt man, dass durch die erfindungsgemässe Arbeitsweise praktisch die gleichen Stabilisierungswirkungen erzielt werden können, die sich bei der Verwendung von Phenthiazin ergeben. Hierbei hat man, wie bereits erwähnt, praktisch den Vorteil, dass man mit leicht zugänglichen und ohne Schwierigkeit zu handhabenden Chemikalien arbeiten kann.

Patentansprüche

- 1.) Verfahren zur Stabilisierung synthetischer Schmieröle mit Hilfe von aromatischen Schwefel-Stickstoff-Verbindungen, insbesondere Thiodiphenylaminen, vornehmlich unter Verwendung von Phentiazin, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , dass man in die zur Polymerisation verwendeten Ausgangskohlenwasserstoffe oder auch in die fertigen Schmieröle Stoffe einbringt, wie z.B. Diphenylamin und Schwefel, welche Thiodiphenylamine, z.B. Phentiazin oder andere aromatische Schwefel-Stickstoff-Verbindungen zu bilden vermögen.
- 2.) Verfahren nach Anspruch 1 , d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , dass man die bei der Schmieröl-Synthese gebildete Polymerisatschicht oder das abgetrennte Öl eine Zeit lang auf 160 - 200°C erhitzt.
- 3.) Verfahren nach Anspruch 1 und 2, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , dass man durch Zusatz von Aluminiumchlorid zur Polymerisatschicht oder zum gebildeten Öl die Umsetzung des eingebrachten Schwefels und Amins zur aromatischen Schwefel-Stickstoff-Verbindung, beispielsweise zum Phentiazin, begünstigt.

RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT