

Da diese Ergebnisse nicht befriedigten, wurden zur Verminderung des Restchlorgehaltes, zur Erhöhung der Viskosität und zur Verbesserung der Farbe andere Zusatzmittel erprobt.

Es wurde die Wirkung von Metallen, deren Amalgame, Oxyde, Chloride, Karbonate und Stearate untersucht und hierbei gefunden, daß sich in den meisten Fällen ebenfalls Endprodukte mit hohem Restchlorgehalt, geringer Viskosität und dunkler Farbe gewinnen lassen.

Nimmt man jedoch Metalle und Metallverbindungen der 2. Untergruppe des Periodensystems als Kondensationsmittel und läßt die Reaktion durch langsames Aufheizen auf 300° C und mehrstündiges Halten auf dieser Temperatur vor sich gehen, so erhält man Endprodukte, die nach der Aufarbeitung hohe bis extremhohe Viskosität besitzen. Die Farbe dieser Öle ist in der Durchsicht rotbraun. Im auffallenden Licht zeigen sie grüne bis hellgrüne Fluoreszenz.

4. Nachbehandlung

Man läßt das dechlorierte Reaktionsprodukt auf etwa 90° C abkühlen und wäscht es mit heißem Wasser unter ständigem Durchleiten von Dampf frei von anorganischen Bestandteilen.

Nach beendeter Wäsche trennt man von dem Öl die Hauptmenge des Wassers ab und entfernt die Wasserreste durch Einblasen von überhitztem Stickstoff.

Für den technischen Betrieb hat dieses Laboratoriumsverfahren nur geringe Bedeutung. Eine Charge von 200 kg Kondensationsprodukt braucht bis zur Chloridfreiheit des Waschwassers zwischen 120 und 140 Stunden.

Das Auswaschen der anorganischen Bestandteile in Chargen dieser Größe geschieht durch Umwälzen von Öl und heißem Wasser mittels Umlaufpumpe. Nach Abtrennung der Hauptmenge des Waschwassers werden die Wasserreste bei erhöhter Temperatur unter Vakuum abgezogen.

Bei sehr viskosen Ölen gelingt die Abtrennung der anorganischen Bestandteile auf diese Weise nur sehr unvollkommen, da sich das Öl im Waschwasser nur sehr ungenügend verteilt. In diesem Falle muß das hochviskose Öl mit einem Verdünnungsmittel, z. B. Äthylenchlorid, vermischt werden. Nach dem Waschvorgang werden dann durch überhitzten Stickstoff Verdünnungsmittel und Wasserreste zugleich abgetrieben.

Aus dem gewaschenen, wasserfreien Kondensationsprodukt werden unter Vakuum von 1 torr alle bis 300° C siedenden Bestandteile abdestilliert. Im Sumpf hinterbleibt das fertige Schmieröl.

5. Endprodukt

Bei Vorversuchen hatten sich, den verschiedenen Versuchsbedingungen entsprechend, Endprodukte mit unterschiedlichen Eigenschaften gebildet. Ausführungsbeispiele zeigen, daß unter gleichen Reaktionsbedingungen Schmieröle mit gleichen Kenndaten entstehen (Tab. 1).

In einer Versuchsanlage wurden zuerst Schmieröle von einer Viskosität um 500° E/50° C, später um 1000° E/50° C erzeugt. Seit etwa 2 Jahren werden Schmieröle von etwa 2000° E/50° C in einer Menge von etwa 3,5 Moto erzeugt.

Die Analysendaten beweisen das günstige Temperaturviskositätsverhalten dieser Öle. Die Flammpunkte

Tab. 1

Bez.	Dichte 50° C	Viskosität 50° C	°E 100° C	VP	Stockpunkt ° C
1	0,901	86,1	9,2	1,6	-2
2	0,900	110,0	11,6	1,7	-1
3	0,901	102,3	10,7	1,8	-2
4	0,902	108,0	11,2	1,8	-2
5	0,898	80,3	9,1	1,8	+1
6	0,904	105,1	10,8	1,7	-3
7	0,903	104,8	10,7	1,8	-4
8	0,910	108,6	10,65	1,8	-4

liegen um 300° C, sie entsprechen damit den DIN-Normen für Heißdampfzylinderöle. Die Konradsonteste liegen, wie bei hochviskosen Ölen üblich, zwar scheinbar hoch, doch scheint der Wert des Konradsontestes als Maß für die Gebrauchsfähigkeit eines Schmieröles zumindest umstritten. Die Öle sind frei von Hartasphalt und haben sehr geringe Verteerungszahlen.

Die Ausbeuten an Schmierölen, bezogen auf Weißparaffin, liegen zwischen 65 und 68%.

Die aufbauende Enthalogenerierung von chloriertem Weißparaffin führt, wie soeben beschrieben, zu hochviskosen Schmierölen mit günstigen Kenndaten.

Zur Erweiterung der Kenntnisse über die Gewinnung von Schmierölen aus Paraffin wurden Einsatzprodukte mit anderen Kenndaten auf ihre Verwendbarkeit geprüft.

Die Versuche wurden so durchgeführt, daß von jedem Einsatzprodukt 7 verschiedene Chlorprodukte mit 15—35% Chlorgehalt hergestellt wurden.

Enthalogenerierung, Wäsche und Destillation unter den üblichen Versuchsbedingungen lieferten für jedes Einsatzprodukt 7 verschiedene Endprodukte.

Es wurden insgesamt 12 verschiedene Paraffine oder Paraffinfraktionen als Einsatzprodukte untersucht.

Nach der von GROSS und GRODDE [4] vorgeschlagenen Einteilung ergeben sich für die Beurteilung dieser Paraffine aus ihren X-Werten, ihren Erstarrungspunkten und Ölgehalten folgende Gesichtspunkte:

Unter den verwendeten Einsatzprodukten befinden sich Paraffine, Ceroparaffine und Halbceresine, die tief, mittelhoch und hoch schmelzen und teils ölfrei, ölhaltig oder ölreich sind.

Aus den erhaltenen Analysendaten läßt sich folgendes aussagen:

Mit zunehmendem Chlorgehalt entstehen Schmieröle mit stark erhöhten Viskositäten. Wie noch erläutert wird, läßt sich die Beziehung zwischen Chlorgehalt des Einsatzproduktes und Viskosität des Endproduktes mathematisch formulieren. Das Temperaturviskositätsverhalten dieser Öle liegt vor allem bei den Produkten mit Viskositäten bis etwa 1000° E/50° C sehr günstig.

Die Stockpunkte durchlaufen mit zunehmender Viskosität ein Minimum und steigen hierauf stark an.

Aus den Werten für die Molgewichte erkennt man, daß eine Verdoppelung bzw. Verdreifachung der Moleküle des Ausgangsproduktes eingetreten ist.

Die Werte für den Konradsontest nehmen, wie nicht anders zu erwarten, mit steigender Viskosität stark zu.

Die Verteerungszahlen haben durchweg sehr geringe Werte. Säurezahlen, Verseifungszahlen und