

7. November 1944.

12.93/44

BAG Tact
3896 HANNOVER

Firma
ASKANIA-Werke,
Berlin - Steglitz.

Betr.: Kompaßflüssigkeit.

In unserem Schreiben vom 30. September d.J. hatten wir Ihnen mitgeteilt, daß Polyisobutylen vom Mol.-Gew. 15 000, gelöst in Isooctan, voraussichtlich befriedigende Viscositätswerte und einen ausreichenden Trübungspunkt ergeben würde. Die nachfolgend wiedergegebenen Messungen bestätigten diese Voraussage. Alle drei Mischungen hatten einen Trübungspunkt unter -76° C.

Mischung:	Viscosität in cSt		
	20°	50°	70°
100 cem Isooctan + 7 g Polyisobutylen	9,516	6,238	5,269
" " " + 8 " "	27,83	17,38	13,35
" " " + 9 " "	36,99	21,91	16,85.

In der Anlage übermitteln wir Ihnen eine Probe, die folgende Daten besitzt:

" " " + 10 " "	26,64	16,80	13,01.
----------------	-------	-------	--------

Die Abweichungen von den vorhergenannten Messungen erklären sich dadurch, daß ein Isooctan anderer Herkunft verwendet wurde.

Nachteilig bei diesen Messungen dürfte der relativ niedere Siedepunkt des Isooctans sein, der bei ca. 100° C liegt. Doch dürfte sich diesem Uebelstand wahrscheinlich durch Verwendung höherer Isoparaffine als Lösungsmittel abhelfen lassen. Diese Frage wird noch geprüft werden. Ebenfalls soll noch die Eignung von niederen Polymerisaten des Isobutylens untersucht werden, die dann für sich ohne weitere Zusätze Verwendung finden könnten.

Über die von Ihnen in Ihrem Schreiben vom 10.10.44 genannten Mischungen, deren Viscosität in einem weiten Temperaturbereich temperaturunabhängig sein soll, besitzen wir bislang keine eigenen Erfahrungen. In den von Ihnen genannten Schriftumsstellen ist die Herstellung derartiger Flüssigkeiten nicht behandelt. Theoretisch ist es durchaus denkbar, daß derartige Mischungen existieren. Praktische Erfahrungen damit dürften bisher nur in geringem Umfange vorliegen. So sind uns aus der Literatur nur die in unserem Schreiben vom 30.9.44 zitierten Stellen bekannt.

Franken Reibst. 10/40 Bas

30.9.44.

21047/43

Mr. 379 44
BAG Takt
3896 HANNOVER

An die
Askania Werke
zu Hd. von Herrn Dr. J a n i c k e
B e r l i n - Friedenau
Kaiserallee 85 - 89

Dr.G./H.

Kernsflüssigkeit

In der Anlage übersende ich Ihnen eine Zusammenstellung der bisherigen Messungen. Wie Sie aus den angegebenen Zahlenwerten erschen können, liefert Isektan die günstigsten Trübungs- werte. Extrem hochmolekulare Polymerisate scheiden wegen ihres ungünstigen Trübungspunktes aus. Die besten Resultate im Bezug auf Viskositätstemperaturverhalten und Kältebeständigkeit dürften mit einem Polyisobutylen von Molekulargewicht etwa 15000 zu erhalten sein. Es ist ein Versuch im Gange festzustellen, bis zu welcher Konzentration dieses Polymerisat in Isektan bei -60° klar gelöst bleibt.

Ferner laufen Versuche, durch Raffination von Spindelölen mittels Benzolsulfidfluorid Raffinate mit besonders gutem Viskositätstemperaturverhalten zu gewinnen. Gleichfalls soll auch noch die Viskosität von Triäresylphosphat und analogen Verbindungen durchgemessen werden.

Ich weise ferner auf den Artikel von K. Beedecker in der Kolloid-Zeitschrift, Band 94 (1941) - 161 hin. Der Aufsatz dürfte für Sie für die Herstellung von hochviskosen wässrigen Lösungen mit gutem Viskositätstemperaturverhalten von Interesse sein. Ich bitte höflich um Mitteilung, ob Sie die in dem Artikel vorgeschlagenen Polyglykoläther oder die Methylcellulose für Ihre Zwecke einsetzen können. Sollte dieses möglich sein, so würden wir diese Produkte zur Erprobung herstellen.

Heil Hitler!

1 Anlage

in Befolgen

BAG Tarot 3896 HANNOVER

Viskosität in cSt.

	-20°	+50°	+70°	T.P.
Toluol	0,6656	0,4885	0,4165	—
" +1,07 g P. 2500	0,8188	0,6106	0,5085	-28°
" +2,2 g P. "	1,021	0,7650	0,6510	-25°
" +4,0 g P. "	1,588	1,036	0,8775	-27°
" +6,0 g P. "	2,272	1,678	1,412	—
" +8,17 g P. "	2,459	1,811	1,530	-28°
.....
" +0,25 g P. 15000	0,760	0,565	0,484	—
" +0,5 " " "	0,885	0,664	0,566	-30°
" +1,0 " " "	1,044	0,809	0,684	—
" +2,0 " " "	1,536	1,192	1,039	-24°
" +5,0 " " "	4,476	3,481	3,032	-22°
" +10,0 " " "	14,930	10,63	8,844	-11°
.....
" + 0,05 " " 100000	0,810	0,618	0,525	—
" + 0,10 " " "	0,986	0,773	0,674	-25°
" + 0,5 " " "	2,120	1,828	1,640	-18°
" + 1,0 " " "	14,73	13,39	13,19	-13°

Isoktan	0,7172	0,5356	0,4564	—
" +6,14 g P. 2500	1,838	1,290	1,059	unter -76°
.....
" +0,25 " " 15000	0,868	0,635	0,588	—
" +0,5 " " "	1,013	0,750	0,632	—
" +1,0 " " "	1,395	0,988	0,829	unter -76°
" +2,0 " " "	1,918	1,355	1,119	unter -76°
" +10,0 " " "	48,69	23,05	22,05	-15°
.....
" +0,05 " " 100000	1,048	0,773	—	—
" +0,10 " " "	1,381	1,006	0,847	—
" +0,5 " " "	3,288	2,328	1,862	-12°
" +1,0 " " "	14,68	9,871	8,117	-10°

Heptan	0,591	0,4515	0,3904	—
" +6,85 g P. 2500	2,076	1,478	1,216	-39°
.....
" +20,25 " " 15000	0,697	0,535	0,455	—
" +0,50 " " "	0,790	0,594	0,506	—
" +1,0 " " "	1,101	0,804	0,667	-68°
.....
" +0,05 " " 100000	0,837	0,627	—	-14°
" +0,10 " " "	1,076	0,817	0,666	—

Abkürzungen: T.P. = Trübungspunkt

P.2500 = Polyisobutylen vom mittleren Mol.Gew. 2500

P.15000 = " " " " " 15000

P.100000 = " " " " " 100000

Die zugesetzten Mengen sind auf 100 cm³ Lösungsmittel bezogen

BAG Tarot

Hannover, den 31.8.44

An die Askania Werke, Berlin, Potsdam

HANNOVER

Durch Boten (Frau Fei. überbracht)

Betr.: Kompaßflüssigkeit.

Zur Klärung der Frage, ob durch Zusatz von hochviskosen Polymerisaten zu Toluol eine Erhöhung der Viskosität und eine Verbesserung des Viskositäts-Temperatur-Verhältniss der Lösung erzielt werden kann, wurden einige Stichversuche mit einem bereits vorhandenen Polymerisat gemacht.

Das Polymerisat war durch Einwirkung von Borätrichlorid auf Isobutylen dargestellt worden und besaß ein mittleres Molekulargewicht von 2500 (viskosimetrisch bestimmt). Es war leicht gelblich gefärbt, aber klar durchsichtig und hatte einen Stockpunkt von + 45°C.

Über die Wirkung der Zusätze dieses Polymerisats zu Toluol unterrichtet Tab. I und Abb. I

Tabelle I

Viskosität in c St.

	0°	20°	50°	70°
Toluol	0,8618	0,6656	0,4885	0,4165
" +0,07 % P.	-	0,8188	0,6106	0,5085
" +2,2 % P.	1,289	1,021	0,765	0,651
" +4,0 % P.	-	1,388	1,036	0,8773
" +6,0 % P.	-	2,272	1,678	1,412

P ≠ Polyisobuten

Die Werte liegen wesentlich günstiger als die von Verbindungen bei denen die Viskositätssteigerung dadurch erzielt wurde, daß der Methylrest des Toluols durch längere aliphatische Ketten ersetzt wurde. Die Viskositätswerte einiger derartiger Verbindungen sind in Abb. II und Tab. II. angegeben.

Tabelle II

Alkylbenzole

Viskosität in cSt.

	10°	20°	30°	40°
Ethylbenzol	0,865	0,762	0,538	0,472
Amylbenzol	1,85	1,547	1,016	0,811
Heptylbenzol	2,968	2,390	1,465	1,126
Tetraäthylbenzol	12,55	8,97	4,26	2,97

Die hier mitgeteilten Messungen sind nur ein erster Anhalt. Es ist damit zu rechnen, daß durch den Einsatz höher polymerisierter Polyisobetene oder anderer Hochpolymerer das Viskositäts-Temperatur-Verhalten der Lösungen noch erheblich verbessert werden kann, da wie ich an Tetralinlösungen von Polyisobuten bis zur Molekülgröße 10.000 festgestellt habe, daß die Viskositätstemperaturkurve mit zunehmender Molekülgröße flacher wird. Da unter gewissen Voraussetzungen Polymerisate bis zum mittleren Molekulargewicht 200.000 erhalten werden können, ist noch mit einer erheblichen Steigerung des Effektes zu rechnen, da das hier verwendete Polymerisat nur das Molekulargewicht 2500 besaß.

Die absolute Höhe der Viskosität läßt sich je nach der Menge des angewendeten Polymerisats beliebig einstellen.

Eine weitere Verbesserung der Viskositäts-Temperatur-Kurve durch Verwendung eines anderen Lösungsmittels wie Heptan anstelle von Toluol muß ebenfalls untersucht werden, wird aber vermutlich nur eine geringe Wirkung ergeben.



BAG

3896

HANNOVER

Toluol + Oel 14

2.10 17/44 Viskosität in cSt

	-27,5°	-20°	0°	+20°	+50°	+70°
Toluol	-	1,209	0,8618	0,6656	0,4885	0,4165
+1,07 %	-	-	-	0,8188	0,6106	0,5085
+2,2 %	-	-	1,289	1,021	0,765	0,651
+4,0 %	-	2,234	-	1,388	1,036	0,8773
+6,0 %	4,20	-	-	2,272	1,678	1,412
+8,17 %	-	-	-	2,459	1,811	1,530

Heptan + Oel 14

	-20°	0°	+20°	+50°	+70°
Heptan-	-	-	0,591	0,4515	0,3904
+6,85 %	-	-	2,076	1,478	1,216

Isooktan + Oel 14

	+20°	+50°	+70°
Isooktan	0,7172	0,5356	0,4564
+6,14 %	1,838	1,290	1,059

22. Dezember 1944

Dr. G./Ba.

BAG

3866 HANNOVER

A s k a n i a

s. H. von Herrn Dr. J. A. von V. o. k. e.

B e r l i n e r F r i e d e n s a u.

Kaiserallee

Die dem Reichsinstitut gestellte Aufgabe eine Flüssigkeit zu finden, die eine Viskosität von etwa 20 cP bei Raumtemperatur und einem Trübungspunkt unter -60° besitzt, war durch Auflösung von Polyisobutylen vom Molekulargewicht 15000 in Iso-Octan gelöst worden. Nachteilig war bei diesen Mischungen, daß infolge des niederen Siedepunktes des Iso-Octans (ca 100°) dieses allmählich verdampft. Um die durch Verdampfen des Lösungsmittels eintretende Viskositätserhöhung zu vermeiden, hatten wir zwei Wege vorgeschlagen:

- 1.) Es werden statt einer Lösung eines hochmolekularen Polyisobutylens niedrig molekulare Polymere des Isobutylens von geeigneter Viskosität eingesetzt.
- 2.) Das niedrig siedende Lösungsmittel wird durch ein höher siedendes ersetzt, wobei gegebenenfalls ein Lösungsmittel isoparaffinischer Struktur gewählt werden muß, um einen niederen Trübungspunkt zu gewährleisten.

Um den ersten Vorschlag zu verwirklichen, wurde Isobutylen bei Zimmertemperatur einmal mit Flußsäure, das andere Mal mit Borfluorid polymerisiert. Das Reaktionsprodukt wurde durch Vakuumdestillation in vier Fraktionen verlegt.

Wie aus der Tabelle 1 hervorgeht, besitzen die Fraktionen einen sehr ungünstigen Viskositäts-Temperaturverlauf. Die Polymerisation des Isobutylens verläuft bei Raumtemperatur offenbar grundsätzlich anders als bei Temperaturen unter -20° . Ob es möglich ist, die Polymerisation des Isobutylens bei tiefen Temperaturen durch irgendwelche Zusätze zu niedrigmolekularen Produkten zu leiten, muß noch geprüft werden. Eine erfolgreiche Lösung dieser Aufgabe erscheint aber wenig aussichtsreich; ebensowenig Erfolg versprechend ist es, die Tieftemperatur-Polymerisate mit guter Ausbeute durch irgend eine Behandlung (Kracken, Ultraschall) in kleinere Moleküle von gutem Viskositäts-Temperatur-Verhalten aufzuspalten.

Der zweite Weg, der die Verwendung eines hochsiedenden Lösungsmittels vorsieht, erscheint etwas aussichtsreicher. Zunächst wurde ein Oberger Rohöl durch einfaches abdestillieren aus einer Blase ohne Fraktionieraufsatz in Fraktionen von je 20° zerlegt. Das Ausgangsprodukt wurde gewählt, da es in genügender Menge zur Verfügung steht. Die Aufarbeitungsmethode läßt sich trotz kriegsbedingter Verhältnisse jederzeit durchführen.

Die Trübungspunkte und Viskositäten dieser Fraktionen wurden vor und nach dem Zusatz von 5 g Polyisobutylen zu je 100 ccm Öl gemessen (Siehe Tabelle 2). Der Trübungspunkt der über 220° siedenden Ölfractionen liegt bereits höher als -60°C. Durch Zusatz von Polyisobutylen wird der Trübungspunkt praktisch nicht verändert. Die Trübung dürfte in beiden Fällen durch sich abscheidendes Paraffin hervorgerufen sein. Um bessere Ergebnisse zu erzielen, müßte also noch das Paraffin entfernt werden.

Die Fraktion 200-220° hat bei einem Zusatz von etwa 5% Polyisobutylen einen Trübungspunkt von ca -60° und eine Viskosität von 8,3 cP bei +20°C. Der Quotient aus der Viskosität bei -20°C und +20°C beträgt ca 2,4. Bei erhöhtem Zusatz von Polyisobutylen (größer als 5%) ist es wie bekannt möglich, eine Viskosität von 20 cP bei 20°C zu erzielen. Hierdurch wird der Quotient $\frac{-20}{+20}$ ansteigen und etwa den Wert um 3,0 erreichen. Ebenfalls wird der Trübungspunkt entsprechend ungünstiger liegen.

Sollte diese Verschlechterung im Viskositäts-Temperatur-Verhalten für Sie tragbar sein, so wäre hiermit ein Weg gezeigt, ein Lösungsmittel zu verwenden, das im Gegensatz zu Iso-Octan, Toluol und Normal-Heptan auch unter den gegebenen Verhältnissen jederzeit herzustellen ist.

Leider konnte die Viskosität bei -20° nicht gemessen werden. Die Werte mußten also durch graphische Extrapolation im $\log \frac{1}{\eta}$ - Diagramm bestimmt werden. Die Viskositätskurven zeigen bei der Auftragung in diesem System geringe Anomalien, so daß möglicherweise zwischen den hier angegebenen und dem tatsächlichen Quotienten $\frac{-20}{+20}$ gewisse Unterschiede auftreten. Wie weit durch eine Entparaffinierung der Trübungspunkt der Lösungen herabgesetzt werden kann, muß noch geprüft werden.

Versuche zur Klärung der noch offen stehenden Fragen werden von uns durchgeführt, die Ergebnisse derselben werden wir Ihnen in Kürze mitteilen.

Heil Hitler!

Tabella 2

Temperatur in °C	Menge von Polyisobuty- len in g je 100 cem Öl	Viskosität in cP			$\frac{\eta_{-20}}{\eta_{+20}}$	Triebungs- punkt
		20°	50°	70°		
160 - 180	-	0,696	0,491	0,448	1,6	>-76°
180 - 200	-	0,794	0,559	0,475	1,7	-69,0°
200 - 220	-	1,01	0,655	0,558	1,9	-59,0 "
240 - 260	-	1,574	0,973	0,778	1,85	-44,4 "
260 - 280	-	2,10	1,19	0,902	2,5	-25,0 "
280 - 300	-	2,92	1,51	1,13	2,7	-10,0 "
160 - 180	5	4,96	3,29	2,51	2,1	>-76 "
180 - 200	5	6,24	3,88	-	2,3	-
200 - 220	5	8,32	4,48	3,715	2,4	-59,8 "
240 - 260	5	14,43	7,07	-	3,4	-
260 - 280	5	16,8	8,32	5,82	3,2	-22,8 "
280 - 300	5	21,85	10,84	-	3,3	-