

Handwritten stamp: "Kuhrenchemie AG" with date "28.6.44" and number "313".

Verf. Prof. Dr. M a r t i n i

Zeitr. Monatsbericht Mai 1944

I. Betriebsuntersuchungen

Die Betriebsuntersuchungen wurden in der üblichen Weise durchgeführt. Besondere Schwierigkeiten traten nicht auf. Auf Veranlassung des ZB wurde in Grundbesitz der Dampfdruck auf die Winterqualität, d.h. auf 0,75 kg, erhöht.

II. Konverteruntersuchungen

1. Gas- und Gasoluntersuchungen

Das Interferometer wurde wieder für Betriebsarbeiten eingesetzt. Zur Kontrolle des Gasoldurchschlags wurde täglich im Restgas interferometrisch der Gasolgehalt bestimmt. Zur Zeit wird überprüft, ob die stark schwankenden Werte mit anderen Größen in Übereinstimmung zu bringen sind, beispielsweise den Wassergehalt der Aktivkohle oder der Temperatur des Kühlwassers, die mit der mittleren Tagestemperatur korrespondieren.

Die theoretischen Ausbeuten auf Grund der Dekaden ergaben für Mai folgende Werte:

Drucksynthese: 146,4 g flüssige Produkte + 17,1 g Gasol/m<sup>3</sup> Restgas  
Normalsynthese: 120,5 g " " + 24,6 g " " "

2. Reinigung von Gasen

Da bei den Wasserbestimmungen im Synthese- und Wassergas häufig stark schwankende Werte auftraten, wurden nochmals einige vergleichende Untersuchungen über die Wasserbestimmung durchgeführt. Dabei wurde neben der bisher bei uns üblichen Mischung Kalziumchlorid und Phosphorperoxyd, Silikagel, Magnesiumnitrid und Magnesiumperchlorat eingesetzt. Die Untersuchungen ergaben, daß innerhalb der für uns notwendigen Fehlergrenzen alle Bestimmungsmethoden die gleichen Ergebnisse lieferten. Die im Betrieb zu beobachtenden Schwankungen müssen demnach auf Probenahme-Schwierigkeiten zurückzuführen sein oder sind durch betriebliche Ursachen bedingt. Die Untersuchungen werden noch fortgesetzt.

Über die Möglichkeit der Gewinnung reiner Kohlensäure durch Druckwasserwäsche des Konvertergases ist auf Grund der bisherigen experimentellen Untersuchungen ein Bericht in Vorbereitung. In Zusammenhang damit wurde auch geprüft, wo der im Konvertergas vorhandene Schwefelwasserstoff verbleibt. Dabei wurde gefunden, daß das gewaschene Konvertergas nur noch etwa 10 % der ursprünglichen Schwefelwasserstoffmenge enthält. Im teilweise entspannten Gas hinter der Turbine wurde Schwefelwasserstoff in der Größenordnung des ursprünglichen Konvertergases gefunden. Die Untersuchungen des unter Druck stehenden Gases auf Schwefel bleiben bisher negativ, ebenso waren die Untersuchungen des völlig entspannten Gases erfolglos infolge Probenahmeschwierigkeiten; sie werden aber erneut versucht.

Gleichzeitig mit diesen Untersuchungen wurde auch der Schwefelgehalt im Restgas vor der Alkalisanlage und in der Kohlensäure bestimmt. Während die Kohlensäure Schwefelwasserstoff etwa in der Größenordnung des Synthesegases enthält, liegt er im Restgas eine Zehner-Menge niedriger.

### 2. Benzol- und Dieselöluntersuchungen

Für die Druckversuchsanlage wurden von den 3 Öfen 9, 10 und 11 zusammen 12 Proben untersucht.

Die Takdatenproben für die Benzolgewinnung wurden laufend untersucht und sollen vierteljährlich ausgewertet werden.

Ihr Verringerung der Explosionsgefahr in unseren Tanks war geplant, Dieselöl mit Kohlensäure oder Rauchgas zu überschichten. Die Versuche über die Veräckerung des Dieselöls durch Überschichten mit Rauchgas ergeben jedoch, daß eine sehr starke Erhöhung der NZ eintritt, die zu unangenehmer Korrosion führen kann. Weitere Untersuchungen hierüber sind geplant.

### 4. Paraffinuntersuchungen

In der Paraffinabteilung wurden außer den üblichen Paraffinuntersuchungen und den Untersuchungen von Fremdprodukten aus der Ceresinindustrie nur die Versuchsreihe über den Vergleich von Ofenparaffin, Topfückstand und Rückstand der Vakuumdestillation weitergeführt. Auf Grund dieser Untersuchungen ist es wahrscheinlich, daß im Zuge der Verarbeitung des Ofenparaffins in der Topfanlage und der Vakuumdestillation eine Veränderung der höchstschmelzenden Anteile eintritt. Exakte Angaben lassen sich jedoch noch nicht machen, da die erste Untersuchung nicht ganz übereinstimmende Ergebnisse gebracht hat. Insbesondere fällt der Rückstand der Topfanlage völlig aus dem Rahmen heraus. Für eine zweite Versuchsreihe ist das Material bereits gesammelt und wird zur Zeit untersucht.

### 3. Öluntersuchungen

In Elsthor wurden neben den Untersuchungen für den Ölbetrieb, die Ölversuchsanlage und den Prüfstand einige Mischungen mit Erabagöl und Syntheseöl auf Grund eines Auftrages des Heereswaffenamtes hergestellt. Es sollte versucht werden, aus dem Erabagöl durch Zumischung von möglichst wenig Syntheseöl ein Getriebeöl herzustellen, infolge des außerordentlich schlechten Stockpunktes des Erabagöls ( $-8^{\circ}$ ) ist es jedoch nicht möglich mit einigermaßen wirtschaftlichen Syntheseölmengen zu Getriebeölen zu kommen, die noch bei  $-40^{\circ}$  pumpfähig sind.

### 6. Verschiedene Untersuchungen

Einige Sonderuntersuchungen wurden noch von den allgemein und anorganischen Labor durchgeführt. Insbesondere Sauerstoffuntersuchungen im Speisewasser, Chlorbestimmung im Rückkühlwasser, Schwefelstoffbestimmungen in Wassergas, Untersuchungen verschiedener Wässer auf Schwefelwasserstoff usw.

Für die Chlorbestimmung in Schmierölen und oberer Schicht waren noch einige Vergleichsuntersuchungen notwendig, die noch nicht beendet sind.

Ihr Streckung unserer Vorräte an Chemikalien wurde auch die Regenerierung von gebrauchtem Kupferoxyd und gebrauchter Silberschwefelsäure

mit gutem Erfolg durchgeführt.

094558

## 7. Überprüfung der Betriebsanalysen

Bei einer genauen Kontrolle der betriebsnotwendigen Analysen, wurden an verschiedenen Stellen Einsparungen vorgenommen. An anderer Stelle stellte sich jedoch heraus, daß die Zahl der mindestens erforderlichen Analysen erhöht werden mußte. Dazu ist grundsätzlich zu bemerken, daß wir die Zahl unserer Analysen schon soweit reduziert haben, daß die geringsten Schwierigkeiten im Betrieb eine Erhöhung der Analysenzahl zwangsläufig zur Folge hatten, sodaß im Endeffekt kaum noch eingespart werden kann.

## III. Versuchsarbeiten

### 1. Herstellung von Schmieröl aus Weichparaffin

Eine schon vor längerer Zeit begonnene Versuchsreihe über die Abhängigkeit der Jodzahl des über  $\text{SiO}_2$  entchlorten Produktes von dem bei der Fällung eingehaltenen  $p_{\text{H}}$ -Wert wurde beendet und ergab, daß sich bei stark saurer Fällung mit einem  $p_{\text{H}}$ -Wert von deutlich niedrigere Jodzahlen einstellten, als bei der Fällung mit einem  $p_{\text{H}}$ -Wert 6 oder 8. In Übereinstimmung mit früheren Ergebnissen wurde auch wieder gefunden, daß die Vererksitzung auf 1000 notwendig war, um Jodzahlen in der Größenordnung von 100 zu erzielen.

Wie im vorigen Monat erwähnten Polymerisationen der auf verschiedenen Chlorgehalt entchlorten Produkte ergab eindeutig, daß der Ölgehalt nicht für die Farbe und das Aussehen des Polymerisats verantwortlich ist. Es müssen noch andere Einflüsse maßgebend sein. Da die dunkle Farbe der Öle offenbar mit dem schlechten Absitzen des Kontaktöles zusammenhängt, sollen einige Maßnahmen geprüft werden, die ein besseres Absitzen ermöglichen sollen. Insbesondere wird geprüft, bessere Trocknung des Aluminiumchlorids und höhere Temperaturen bei der Polymerisation.

### 2. Sulfonierung olefinischer Produkte

Bei der Fortführung der Sulfonierungsversuche zur Herstellung von Bohrölen wurden recht erfreuliche Ergebnisse erzielt. Bei der Neutralisierung der Sulfosäuren mit Kaliumhydroxyd konnten unter ganz bestimmten Bedingungen recht gut wasserlösliche Sulfonate erhalten werden, die auch öllöslich waren und im Verhältnis 1:4 mit Öl vermischt fast unbegrenzt mit Wasser mischbar waren, ohne eine allzu starke Aufrahmung zu ergeben. Bei dem Versuche zeigte sich ferner, daß die richtige Durchführung der Neutralisierung von ganz wesentlicher Bedeutung ist, da anscheinend bei zu starker Einwirkung von Alkali ein Teil der Sulfosäuren unter Bildung der entsprechenden Alkohole abgespalten wird. Die Untersuchungen werden fortgesetzt und zur Zeit geprüft, wie weit diese Arbeitshypothese zutrifft.

### 3. Feinreinigung von reinem Kohlenoxyd über Feinreinigungsmasse

Auf Wunsch der Firma Koppers wurde untersucht, ob reines Kohlenoxyd bei hohen Temperaturen an Feinreinigungsmasse verflüchtigt. Die ersten Versuche ergaben bereits, daß schon bei  $140^\circ$ , merklich bei  $160^\circ$ , deutlich  $\text{CO}_2$  nachzuweisen ist. Durch Wasserdampfzusatz konnte die  $\text{CO}_2$ -Bildung nicht verhindert werden. Einige weitere Versuche mit verflüchteten Feinreinigungsmassen sind noch im Gange.

004557

#### 4. Bestimmung des Molekulargewichts von Paraffin

Nach dem festgestellt war, daß mit der vorhandenen Apparatur gut reprofundierbare Werte zu erhalten waren, wurden die Molekulargewichte einiger Paraffine bestimmt. Dabei stellte sich jedoch heraus, daß die gefundenen Werte nicht mit denen aus der Siedeanalyse sich ergebenen Daten übereinstimmen; sie liegen im Durchschnitt sehr viel niedriger. Auf Grund dieses Befundes werden nochmals einige Produkte mit bekanntem Molekulargewicht untersucht, um die Eichwerte zu kontrollieren.

#### 5. Paraffinoxidation

##### a) P.O.-Versuchsanlage

Die Produktions der P.O.-Versuchsanlage betrug im Mai 1944 1255 kg OP 3 aus 1350 kg Paraffin, entsprechend einer Ausbeute von 93 %. Außerdem wurden 700 kg OP 4 hergestellt und insgesamt 600 kg verschmutztes OP 3 und OP 4 aus verschiedenen Versuchen nachoxydiert und damit gereinigt. Die Anlage hatte insgesamt 1772 Betriebsstage. 10 Tage war Stillstand infolge einer größeren Reparatur an Reaktor, die notwendig wurde, um die Reaktorwelle neu zu lagern. Es ist schon mehrfach erwähnt worden, daß die im Versuchsreaktor vorhandene Kraftübertragung mit Kegelhädern von einer horizontalen Motorwelle auf die vertikale Rührwelle äußerst ungünstig ist und schon häufig Anlaß zu Beanstandungen gewesen ist. (vgl. Monatsbericht April 1944) Die sonstigen Reparaturen waren nur belanglos, Undichtigkeiten in der Gasleitung, Auswechslung der Kegelhäder, Verschleiß an der Nitrosleitung und ähnliche kleine Arbeiten. Die Endgasreinigung war störungsfrei im Betrieb und zwar hat die Charge 1 bis Ende Mai 1266 Betriebsstunden und Charge 2 1000 Betriebsstunden. Beide Chargen waren im vorigen Monat abgeseiht worden und haben jetzt wieder störungsfrei gearbeitet.

Nach Beendigung der Temperaturversuche wurden die anderen Versuche, die das Katalysatormagazin betreffen, wieder weitergeführt und dazu der bisherige Nitrosleitungsring, der 88 Stück 88 4 mm Löcher seitlich trägt, ausgewechselt gegen einen anderen mit 88 Stück 5,3 mm Löcher unten. Der gesamte freie Querschnitt ist damit genau so groß wie im Katalysatormagazin. Diese Veränderung brachte aber eine deutliche Verschlechterung des Oxidationsgrades, sodaß vorgesehen ist, das Nitrosleitungsrohr wieder auszuwechseln gegen ein anderes das 88 Löcher von 5,3 mm Bohrung trägt, die aber nicht unten, sondern seitlich angebracht sind.

Im Ablauf des Reaktors befand sich bisher ein Porzellanventil, das sich nach anfänglichen Schwierigkeiten gut bewährt hat. Da aber Porzellanventile immer eine Quelle von Schwierigkeiten sein können, wurde es ausgewechselt gegen ein normales eisernes Ventil, das bis zum Monatsende keinen Anlaß zu Beanstandungen gegeben hat.

##### b) Laborversuche

Da die Reaktoren für die Versuche in 6 kg Maßstab für andere Zwecke benötigt werden, wurden einige Versuche in Glasgefäßen angestellt. Hierbei sollen Oxidationen einiger Spezialprodukte durchgeführt werden, insbesondere von destillativ oder selektiv durchgeführten Paraffinen. Bei den ersten Versuchen, die vor allem zu dem Zweck durchgeführt wurden, um die optimalen Versuchsbedingungen festzustellen, zeigte sich erneut, von welcher außerordentlichen Wichtigkeit die

richtige Einstellung des Einleitungsrohres ist. Unter sonst gleichen Bedingungen mit gleicher Reaktionsdauer, gleichen Nitrosegasmengen und gleicher Temperatur gelang es lediglich, durch Veränderung der Art der Einleitung die NI von 30 auf ~60 zu steigern. Man kann diese Versuche als geradezu beispielhaft für die Wichtigkeit einer guten Einleitung bezeichnen.

Die Herstellung von OP 3 durch Extraktion der Emulgatoren läuft nunmehr wieder reibungslos und ergibt eine Wachsäure mit einer NI zwischen 145 und 150. Die Ausbeute, bezogen auf OP 3, liegt zwischen 45 - 50 %. Es gelang auch, das bei der Zerkleinerung der Emulgatoren anfallende feinkörnige Material (< 0,6 mm) neu zu verwenden, da sich dieses Material bei Behandlung bei 150 - 170° zu größeren Stücken leicht zusammenschmelzen ließ. Die Untersuchung des zerkleinerten Materials ergab aber jedenfalls, daß es die gleiche Zusammensetzung hatte wie die größeren Stücke.

Von sonstigen Untersuchungen sind noch folgende wichtig:

a) Untersuchung über die Unterschiede der Einsatzmaterialien

Es hatte sich herausgestellt, daß sich Hoeschparaffin und RB-Hartwachs nicht mit völlig gleichen Ergebnissen oxydieren lassen. Eine sehr sorgfältige Untersuchung ist sowohl auf selektivem als auch auf destillativem Wege durchgeführt worden, die allerdings kein völlig klares Bild über die Ursachen der Verschiedenheiten der Oxydation erkennen ließen. Anscheinend enthält das Hoeschparaffin etwas mehr besonders hochschmelzende Anteile. Diese Frage wird noch einmal überprüft, wenn die Untersuchung der bei verschiedenen Temperaturen hergestellten Oxydationsprodukte beendet ist.

b) Untersuchung der Zustüte von Sublimat und Kondensatöl

Unter Sublimat ist das in den Kühlvorlagen anfallende Produkt zu verstehen, das unter Kondensatöl die bei der Endgasreinigung anfallenden flüssigen Säuren. Eine genaue Untersuchung des Sublimats ergab bei einem Anfall in der Größenordnung von 1/2 %, bezogen auf OP 3 einen Gehalt von 87 % Säure und 13 % Unverseifbares. Die Säuren haben eine NI von etwa 320, entsprechend einer durchschnittlichen C-Zahl von 10. Der S.P. beträgt 64°. Das Unverseifbare hat einen S.P. von etwa 68°. Anscheinend handelt es sich in beiden Fällen, sowohl beim Unverseifbaren, wie auch beim Paraffin um niedrig siedende Anteile, die entsprechend dem höheren Partialdruck übergegangen sind. 13 % Unverseifbares entsprechen bezogen auf das Gesamtprodukt, nur etwa 0,2 %. Das Kondensatöl enthält nach den sorgfältigen Untersuchungen etwa 5 % Unverseifbares das flüssig ist und ein spez. Gew. von 0,78 hat. Die Säuren haben eine NI von 430, entsprechend einer mittleren C-Zahl von 7. Auch hier handelt es sich offenbar um niedriger siedende Anteile als das normale OP 3, die entsprechend dem höheren Partialdruck im Endgas mitgeführt wurden. Das Unverseifbare entspricht auf OP 3 bezogen weniger als 0,1 %.

c) Untersuchungen des Waschwassers auf Säuregehalt

Für eine sorgfältige Bilanzierung wurde auch das Waschwasser auf seinen Gehalt an organischen Säuren untersucht. Dazu wurde eine größere Probe aus jeder Waschung entnommen, alkalisch gemacht und eingedampft. Nach dem Ansäuern wurde die saure Lösung mit Äther und Petrol extrahiert und dabei auf eine Charge OP 3 umgerechnet 316 g Säuren mit einer NI von ca. 350 (entsprechend C<sub>9</sub>) erhalten. Die

004579

Menge beträgt etwa 0,5 % bezogen auf OP 3.

4) Untersuchungen von I.G.-Wachs L im Vergleich mit OP 32 und I.G.-Wachs VII

Das aus Übermittelte I.G.-Wachs L, das aus Lieferungen des Jahres 1944 stammt, hat im wesentlichen die gleiche Zusammensetzung wie I.G.-Wachs L, das wir noch aus dem Jahr 1939 besitzen. Es sind also offenbar keine Unterschiede in der Herstellung aufgetreten.

Bei der Untersuchung von I.G.-Wachs L wurde festgestellt, daß es etwa 10 % Unverseifbares enthält. Bei einer genaueren Aufteilung ist festzustellen, daß etwa 6 % alkohollösliche Säuren vorhanden sind mit NI/VI in der Größenordnung von 200, denen die Hauptmenge folgt mit einer NI von 120 und einer VI von etwa 140 - 160. Außerdem enthält das Produkt noch ungefähr 7 % Rückstand ohne bestimmbaren I.F. von schwarzer Farbe, der wahrscheinlich von ungebleichten Kerosen und Asphaltinen herrührt, die noch aus dem Rohmontanwachs entstammen. Bei einem ersten Vergleich zwischen OP 32 und I.G.-Wachs L fällt auf, daß die Unterschiede zwischen NI/VI und VI bei OP 32 im allgemeinen geringer sind als bei den Säuren aus dem I.G.-Wachs L. Andererseits enthält OP 32 wesentlich größere Mengen an niedrig molekularen Säuren, andererseits aber auch eine größere Anzahl Säuren mit einer VI von 100, die im I.G.-Wachs L überhaupt nicht enthalten sind. Die guten Eigenschaften von OP 32 dürften wohl mit dieser anscheinend besonders wirksamen Mischung von niedrigmolekularen und ganz hochmolekularen Säuren zusammenhängen. Weitere Untersuchungen auf diesem Gebiet sind in Vorbereitung.

e) Bearbeitet wird zur Zeit die Frage, wie stark der Abbau der C-Isolen des eingesetzten Hartparaffins ist bei Untersuchung des im OP 3 enthaltenen Unverseifbaren und der Säuren.

Dir. H. Dir. Dr. Eganann

