

18. Mai 1942

Sekretariat Hig.	
Eingang:	23.5.42
Lfd. Nr.:	696
Beantw.:	

Herrn Prof. Dr. Martin!

Betr.: Monatsbericht April 1942

### I. Betriebsuntersuchungen

Die Betriebsuntersuchungen wurden in der üblichen Weise durchgeführt. Besondere Schwierigkeiten traten nicht auf. Durch die Lieferung von Flugdieselmotorkraftstoff war eine vermehrte Kontrolle der Fraktionierung und der Destillation I erforderlich, um die garantierten Daten hinsichtlich Flamm- und Stockpunkt im Versandprodukt stets einhalten zu können. Einige Differenzen mit der Intava bei der Cetanzahlbestimmung, die durch verschiedene Prüfmethode bedingt sind, sollen durch einen Ringversuch der beteiligten Stellen behoben werden.

Zur sicheren Einhaltung des Flammpunktes von  $\sim 40^{\circ}$  wurde in der Destillation I etwas höher geschnitten, wodurch ein vermehrter Anfall an Leichtbenzin eintrat. Es wurde gegen Ende des Monats infolgedessen notwendig, die Kennziffer des Grundbenzins infolge erhöhter Zugabe von Leichtbenzin zu vergrößern, wodurch die Oktanzahl etwas abfiel.

### II. Sonderuntersuchungen

#### 1. Gas- und Gasoluntersuchungen

Die üblichen Analysen werden unverändert durchgeführt.

#### 2. Benzinuntersuchungen

Die Untersuchungen der Versuchsöfen aus der DVA wurden weiter laufend durchgeführt.

Vom ZB wurden uns verschiedene Grundbenzine zugesandt, deren Bleiempfindlichkeit nach der Res.- und Motor-Methode geprüft wurden. Die Untersuchungen sind noch nicht beendet.

#### 3. Dieselöluntersuchungen

Ein Teil der Untersuchungen am Schwerbenzin der Atmosphären-

destillation bzw. Vorlauf der Vakuumdestillation ist jetzt beendet. Zunächst wurden die früheren Ergebnisse bestätigt, daß der Stockpunkt für jedes einzelne Produkt durch ein Minimum hindurchgeht, das etwa im Siedebereich  $220 - 260^{\circ}$  liegt. Darüberhinaus ergab sich aber die interessante Tatsache, daß entsprechende Fraktionen der an verschiedenen Tagen untersuchten Produkte eine deutliche Abhängigkeit des Stockpunktes von der Jodzahl zeigen, der Art, daß mit steigender Jodzahl der Stockpunkt abfällt. Da die Ursache hierfür wahrscheinlich im verschiedenen Spalteinsatz zu suchen ist, werden zur Zeit im Labor Polymerisationen von definierten Spaltbenzinen durchgeführt, um die Grenzwerte zu erfassen.

Die Laugung der Dieselölfraction wird zur Zeit etwas schärfer überwacht, um Klarheit darüber zu bekommen, wo sich die Fettsäuren anreichern, ob in der Lauge oder in der im Laugenabsatzbehälter zwischen Dieselöl und Natronlauge auftretenden Zwischenschicht. Die Untersuchungen sind noch im Gange.

#### 4. Paraffinuntersuchungen

Die Untersuchungen verschiedener Paraffine nehmen zur Zeit einen immer weiteren Raum ein. Außer der Überprüfung der einzelnen Chargen an Hartparaffin, Plastikwachs und Tafelparaffin werden zur Zeit systematisch Siedeanalysen vom Hartparaffin und Kontaktparaffin durchgeführt.

An Spezialprodukten wurden untersucht ein Weichwachs, das uns die Firma Goldschmidt übersandt hat und 2 Spezialparaffine der Chem. Fabrik Pfersee. Über das Weichwachs von Goldschmidt wurde bereits am 24.4. berichtet. Es dürfte sich hierbei um eine Mischung von etwa 85 Teilen Weichparaffin und 15 Teilen Hartwachs handeln. Auch die Produkte der Chem. Fabrik Pfersee sind vermutlich aus Syntheseparaffinen hergestellt, doch ist die Herstellung nicht so klar zu erkennen, wie bei dem Goldschmidt'schen Paraffin, da sie verhältnismäßig weich sind, aber trotzdem einen Siedebeginn von  $400$  und ein Siedeende von  $600^{\circ}$  haben. Wahrscheinlich handelt es sich um Produkte die durch Selektivextraktion hergestellt worden sind.

Zur Herstellung von Pflegemitteln ist einerseits in

den letzten Monaten Hartparaffin im Vakuum destilliert worden. Dabei kann man zu Produkten gelangen, die Schmelzpunkte von etwa  $85^{\circ}$  haben und die ersten Ölanteile bei etwa  $70 - 75^{\circ}$  abgeben. Diese Fraktion stellt etwa 24 Gew. % des Hartparaffins dar und siedet zwischen  $530 - 540$  und etwa  $630^{\circ}$ . Der zweite Weg führt über die Selektivextraktion, die in folgender Weise durchgeführt wurde: Hartwachs wird erschöpfend extrahiert mit einem Lösungsmittel, das die höchst schmelzenden Anteile ungelöst läßt und dann das extrahierte Material mit einem besonders schlechten Lösungsmittel behandelt, das die niedrigsten schmelzenden Anteile herausnimmt. Alle Extraktionen werden in der Art der Soxlethextraktion durchgeführt mit einheitlich siedenden genau definierten Produkten. Die Herausnahme der höchst schmelzenden Anteile kann mit Chloroform oder mit  $C_6$ -Fraktionen durchgeführt werden, wobei in beiden Fällen etwa 15 % ungelöst bleiben. Die Herausnahme der niedrig schmelzenden Anteile aus dem ersten Extrakt kann voraussichtlich mit Aceton oder Äthylalkohol vorgenommen werden, wobei ca. 50 % gelöst werden. Das gesuchte Produkt, der Rückstand aus der zweiten Extraktion, das evtl. als Pflegemittel benutzt werden kann, hatte bei einem Versuch der mit Chloroform und Aceton durchgeführt worden ist, einen Klarschmelzpunkt von  $96^{\circ}$ , während die ersten Ölanteile bei  $86^{\circ}$  abgegeben wurden. Weitere Versuche hierüber sind noch im Gange, die auch auf Paraffin aus der Kreislaufsynthese ausgedehnt werden sollen.

##### 5. Schmieröluntersuchungen

Die Versuche zur Hartasphaltbestimmung mit Kryolith wurden fortgesetzt und verschiedene Arbeitsbedingungen variiert.

Die Untersuchungen der vom Prüfstand hereingegebenen Ölproben aus dem Versuchswagen und Motor zur Erprobung von Winterölen wurden fortgeführt.

Über die Verluste, die durch die Brüden bei der Vakuumdestillation auftreten, wurde Mitte April an Herrn Dr. Goethel berichtet. Hinter dem Stbleistenkühler kann aus den Brüden durch Kondensation nur Benzin mit einem spez. Gew. von  $\sim 0,7$  herauskondensiert werden, während aus dem Fallrohr des Oberflächen-

005327

Kondensators ein Produkt gewonnen wird, das dieselölartigen Charakter hat: das spez. Gew. beträgt im Mittel 725, Siedeanfang ca.  $150^{\circ}$ , Siedeende ca.  $250^{\circ}$ . Der Schmierölgehalt dieses Produktes ist sehr gering, ca. 2 - 3 %. Aus den Mengenverhältnissen von Wasser und Produkt ergeben sich etwa die Mengen, die in der Schmierölfabrik in der Abscheidegrube festgestellt werden.

### III. Versuchsarbeiten

#### 1. Abreistemperatur

Die systematischen Versuche an der Apparatur zur Feststellung möglicher Fehlerquellen und weitere Gesetzmäßigkeiten des Dampfblasenverhaltens von Benzinen wurden fortgesetzt. Über den inzwischen durchgeführten Ringversuch ist bereits berichtet.

#### 2. Herstellung von Leinölersatzstoffen

Wie im letzten Monatsbericht bereits beschrieben, wurde versucht, nach den Vorschriften des amerikanischen Patentes 2.224.603 die Dehydrierung von dieselölartigen Produkten durchzuführen und Öle mit trocknenden Eigenschaften herzustellen. Bisher konnten die Angaben des amerikanischen Patentes nicht bestätigt werden. Es wurden trotz Anwendung natürlicher Dieselöle und Schmieröle weder Zunahme der Jodzahl noch gute trocknende Eigenschaften festgestellt. Die Versuche werden noch fortgesetzt.

#### 3. Herstellung von Schmieröl aus Weichparaffin

Bei der Untersuchung der kontinuierlichen Entchlörung wurde festgestellt, daß es sich anscheinend um eine heterogene Reaktion handelt, die durch Wandeeinflüsse katalytisch beeinflusst wird. Die letzten Versuche wurden mit Zusatz von Schwerebenzin und Wasserdampf in mit Raschigringen gefüllten Rohr durchgeführt und hierbei beispielsweise mit Wasserdampf bei  $390^{\circ}$  ca. 16 % Salzsäure abgespalten (etwa 80 - 85 % der Gesamtmenge) und dabei eine Jodzahl von 103 in dem entchlörten Produkt erhalten. Die Polymerisation war nur sehr gering. Es gingen zwar bis  $400^{\circ}$  nur 86 %, aber bis  $415^{\circ}$  97 % über. Die Destillate bis  $415^{\circ}$  sind hellgelb gefärbt. Zur Zeit werden

005828

verschiedene Füllmaterialien wie Tonscherben, Glasperlen, Silikagel usw. ausprobiert.

#### 4. Paraffinoxydation

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

In der P.O.-Versuchsanlage wurden in diesem Monat außer Hartparaffin verschiedene Paraffingatsche eingesetzt und zwar 1. eine anteilmäßige Mischung vom Destillat I und Destillat II der Vakuumdestillation und 2. das aus dieser Mischung durch Abtrennung des Tafelparaffins entstehende Weichparaffin. Die Ausbeute beider Produkte liegt bei etwa 85 %, wobei die NZ zwischen 70 und 80 liegt. Durch Zusatz von Bleisuperoxyd bei der Extraktion wurde bisher noch nicht die NZ vergrößert, dagegen konnte die Ausbeute auf 89 % gesteigert werden.

Die extrahierten Produkte enthalten, wie aus der Abtrennung im Labor hervorging, ca. 30 % Fettsäuren mit einer mittleren Molekülzahl von  $C_{16}$  gegenüber 21 - 22 in den eingesetzten Paraffinen. Die bis jetzt noch nicht zufriedenstellenden Ausbeuten können wahrscheinlich durch verschiedene Maßnahmen verbessert werden. Es wird in zukünftigen Versuchen ausprobiert, Verbesserung der Rührgeschwindigkeit und verbesserte Auswaschung. Durch verbesserte Rührgeschwindigkeit soll an sich die Oxydationsausbeute erhöht werden, während bei der Auswaschung eine Verringerung der Verluste herbeigeführt werden soll. Auch durch Verbesserung der Gaskühlung können noch weitere Mengen an Produkt gewonnen werden.

Die bei der Oxydation aus Weichparaffin entstandenen Oxydationsprodukte haben recht günstige Eigenschaften. Die Differenz zwischen NZ und VZ liegt etwa bei 20 und deutet nur auf eine sehr geringe Neubildung von Nebenprodukten hin. Die Abtrennung des Unverseifbaren dürfte daher auch keine sehr großen Schwierigkeiten machen. Einige Versuche zeigten, daß man schon durch Extraktion mit beispielsweise  $C_6$ -Fraktion recht gute Ergebnisse erzielen kann. Einige Versuche mit Einsätzen von etwa 10 kg wurden bereits in der P.O.-Anlage durchgeführt und bestätigten im wesentlichen die im Labor gewonnenen Zahlen über die C-Zahl der reinen Fettsäuren.

Insgesamt wurden in der P.O1-Anlage im April 23 Chargen oxy-

005829

diert und 1589 kg Oxydationsprodukt gewonnen. Davon sind 1200 kg OP III, dessen Ausbeute 94 % beträgt und 389 kg OP V, was als Kurzbezeichnung für die Weichparaffinoxidationsprodukte gewählt wurde. Die Ausbeute bei OP V ist oben bereits angegeben.

Zur Zeit sind in der P.O.-Anlage einige Montagearbeiten im Gange, da die Endgasreinigung jetzt von Hermann in Köln eingegangen ist, außerdem die Firmen Schmidding und Gebler die seit längerer Zeit bestellten Gefäße angeliefert haben. Infolgender Schwierigkeit der Leutebeschaffung werden sich die Montagearbeiten voraussichtlich wesentlich länger hinausziehen, als ursprünglich vorgesehen war.

#### b) Laborarbeiten

##### 1. Abtrennung des Unverseifbaren

Über die Abtrennung des Unverseifbaren aus OP III (Hartwaxoxidydationsprodukt) sind die ersten orientierenden Versuche beendet und es wurde eine Reihenuntersuchung in Angriff genommen. Die Frage des Lösungsmittels ist zwar noch nicht restlos geklärt, doch sind jetzt nur noch wenige, praktisch nur noch 3 Lösungsmittel in Konkurrenz und zwar  $C_7$ , Cyclohexan und Benzol. Die Reihenuntersuchung bezieht sich auf die Höhe des Alkaliüberschusses und die Alkaliart (KOH oder  $K_2CO_3$ ) die erforderlich ist, um die vorhandenen Fettsäuren möglichst restlos zu verseifen. Die Ergebnisse sind aber bisher schon recht günstig. Die herausgelösten Paraffine enthalten nur noch etwa 5 - 10 % der insgesamt gebildeten Fettsäuren. Ein etwas größerer Extraktionsapparat ist schon in Arbeit, um Chargen von mehreren kg einsetzen zu können.

Bei der Abtrennung des Unverseifbaren aus OP V wurden noch einige Versuche eingeleitet, um festzustellen, ob nicht bei der Verseifung selbst schon ein Teil des Paraffins direkt durch Absitzen gewonnen werden kann, sodaß die Extraktion nur auf das Restparaffin angewandt werden muß. Es sind auch Versuche eingeleitet, ob es nicht durch Destillation möglich ist, die Paraffine zurückzugewinnen. Die Hauptschwierigkeit bei der Destillation dürfte allerdings die Temperaturempfindlichkeit der Fettsäuren sein.

005830

2. Herstellung verschiedener Emulsionen

Die Herstellung von Bohrpasten ist soweit abgeschlossen, Verschiedene Proben sind an einige Firmen herausgegangen, die sich nun darüber äußern sollen. Während die Firma Schlafhorst großes Interesse zeigt, bemängelt die Firma Bick und Laue, daß Werkstücke in der Bohrpaste rosteten, während die Firma Baur, Gaebel & Co. den ihrer Meinung nach zu hohen Alkaligehalt beanstandet. Der Korrosionswirkung der Bohrpasten werde ich in einigen Versuchen nachgehen. Ob der Alkaliüberschuß, den wir anwenden, schädlich ist, müssen noch weitere Versuche klären. Wir haben jedenfalls einen geringeren Alkaliüberschuß angewendet, als nach einem uns bekannten Rezept für Bohrpasten benutzt werden kann.

Einige Versuche wurden noch durchgeführt zur Anfärbung von wässrigen bzw. gemischt verseiften Pasten, wobei sich herausstellte, daß beide Arten, sowohl mit wasserlöslichen als auch mit unlöslichen Farbstoffen angefärbt werden können.

Ddr. H. Dir. Dr. Hagemann  
H. Dir. Alberts

