

Pulsbenzin Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten

BL II V/Wk

14. April 1942

005831

| | |
|-----------------|---------|
| Sekretariat Hg. | |
| Eingang: | 22.4.42 |
| Lfd. Nr.: | 505 |
| Beantw.: | |

Hg

Herrn Prof. Dr. Martin!

Betr.: Monatsbericht März 1942

I. Betriebsuntersuchungen

Die Betriebsuntersuchungen wurden in der üblichen Weise durchgeführt. Besondere Schwierigkeiten traten nicht auf. Die Versandprodukte hatten stets die verlangten Eigenschaften. Beim Dieselöl wurde gegen Ende des Monats die Lieferung von Flugdieselmotortreibstoff an das RLM aufgenommen.

II. Sonderuntersuchungen

1. Gas- und Gasoluntersuchungen

Außer den üblichen Kontrollanalysen des Spaltgases, des Syntheseabgases und des Gasolgehaltes von Primärbenzin wurden einige Versuchsgasproben untersucht.

2. Benzinuntersuchungen

Die aus der DVA kommenden Proben wurden weiter laufend untersucht. Außerdem wurden verschiedene kleinere Spezialuntersuchungen durchgeführt, wie z.B. die Nacharbeitung einer Anmeldung über die Beseitigung des Geruchs der Syntheseprodukte, die Untersuchung der Alterungsbeständigkeit von hydrierten Polybenzinen aus dem Hauptlabor und Untersuchungen über verschiedene fremde Benzine, die uns zur Überprüfung ihrer Bleiempfindlichkeit übersandt wurden.

3. Dieselöluntersuchungen

In Zusammenhang mit den bisherigen Arbeiten über die Untersuchung der in der Schmierölfabrik anfallenden dieselölartigen Produkte wurde der Vorlauf der Vakuumdestillation vom 29.1. - 4.2. in 20^o-Fraktionen aufgeteilt und fraktionsweise auf die physikalischen Daten untersucht. Über die Untersuchun-

gen wird berichtet, wenn weitere Proben, die bereits vorliegen, fertig untersucht sind.

Zur besseren Überwachung aller in den Dieselöltank hereinflaufenden Anteile wurde eine scharfe Überwachung der Fraktionierung, der Destillation I, speziell der Petroleumfraktion und des Bodenproduktes aus der Destillation eingeführt. Diese Überwachung erwies sich als notwendig, um die Bedingungen des RLM mit Sicherheit einhalten zu können.

4. Paraffinuntersuchungen

Die Untersuchungen für die Paraffinanlage wurden laufend weitergeführt. Außerdem wurden einige Laborversuchsproben und spezielle Proben anderer Firmen geprüft.

In der halbtechnischen Paraffindestillationsanlage des Hauptlabors sollte eine Fraktion hergestellt werden, die einen Klarschmelzpunkt unter 100° hat und ein erstes Ölausschwitzen bei möglichst über 70° . Wählt man den Siedeanfangspunkt auf Normaldruck bezogen bei 540° und das Siedende bei etwa $620 - 630$, so erhält man ca. 24 Gew. % Destillat in dem angegebenen Siedebereich mit einem Klarschmelzpunkt ca. $81 - 82^{\circ}$, während der erste Ölaustritt bei 71° ist. Ob diese Fraktion als Pflegemittel zu gebrauchen ist, muß geprüft werden.

Das aus dem Destillat I der Paraffinanlage durch Abtrennen von ölfreiem Weichparaffin gewonnene Paraffinöl mit einem Erstarrungspunkt von $+12^{\circ}$ wurde hydriert und dabei ein wasserhelles Öl erhalten, dessen Erstarrungspunkt unverändert blieb.

5. Schmieröluntersuchungen

Die Versuche zur Hartasphaltbestimmung mit Kryolith wurden weitergeführt.

Umfangreiche Untersuchungen waren erforderlich, für die Versuche mit dem Versuchswagen und am Opelmotor des Prüfstandes zur Herstellung von Winterölen.

III. Versuchsarbeiten

1. Abreißtemperatur

Die zweite Versuchsreihe über die Veränderung der Abreißtemperatur durch Zusatz verschiedener Mengen Motorenbenzol und Treibstoffsprit wurde beendet. Die Auswertung ist eingeleitet.

2. Herstellung von Leinölersatzstoffen

Nach einer in dem amerikanischen Patent 2.224.603 angegebenen Vorschrift soll es möglich sein, durch Oxydation von Gasöl und Schmieröl mit konzentrierter Salpetersäure in Gegenwart von Kupferoxyd oder Phosphorsäure unter Dehydrierung trocknende Öle zu erhalten. Diese Angaben wurden bisher für folgende Produkte nachgearbeitet.

- a) Gasöl der Fraktionierung von 188 - 318°
- b) Rum. Dieselöl von 230 - 360° (92%)
- c) Reidbrooker-Erdöl, Siedebeginn 125° - 360° (34 %)

Bei a und b tritt bei der Oxydation mit konzentrierter Salpetersäure und Kupferoxyd keine Erhöhung der Jodzahl ein, dagegen wurde die Verseifungszahl erhöht. Die erhaltenen Produkte hatte den typischen Geruch von Salpetersäureoxydationsprodukten, weisen aber keine trocknenden Eigenschaften auf. Bei der Oxydation von c wurde ein Produkt erhalten, dessen NZ höher war, als im Ausgangsmaterial, während die Jodzahl unverändert blieb. Es ist also auch hier keine dehydrierende Wirkung zu verzeichnen. Im Gegensatz zu a und b wurde bei der Oxydation eine starke Reaktion beobachtet. Das Endprodukt trocknete nach 5 Tagen auf der Glasplatte fast vollständig an. Die Versuche werden mit weiteren Produkten fortgesetzt.

3. Herstellung von Schmieröl aus Weichparaffin

Nach den bisherigen Versuchsergebnissen ist der Entchlorschritt der anscheinend weitaus wichtigste, sodaß die Arbeiten zunächst darauf konzentriert wurden, hier eine möglichst einwandfreie Klärung herbeizuführen. Die Versuche zeigten, daß auch bei kontinuierlicher Führung des Verfahrens die Polymerisation nicht zu vermeiden ist. Sie beträgt allerdings nicht 30 %, sondern kann bis auf etwa 10 % zurückgedrängt werden.

Eisen als Gefäßmaterial hat einen deutlich katalytischen Einfluß. Durch Verdünnung mit Schwerbenzin, wodurch erreicht wird, daß der gesamte Prozeß in Dampfform verläuft, ergibt sich ebenfalls kein polymerisatrfreies Endprodukt. Die Versuche werden fortgesetzt und untersucht, ob bei Verwendung von keramischem Material die Polymerisation noch weiter zurückgedrängt werden kann.

Einige Versuche wurden noch durchgeführt zur Herstellung von Monochlorderivaten, doch ist es schwierig, eine scharfe Unterteilung nach Mono- und Dichlorverbindungen vorzunehmen. Die Versuche werden fortgesetzt.

4. Paraffinoxydation

a) P.O.-Versuchsanlage

Im Monat März wurden 1597 kg Hartparaffin in die Oxydation eingesetzt und daraus 1486 kg OP 3 = 93 % Ausbeute erhalten. Die Farbe der erhaltenen Oxydationsprodukte ist fast weiß, da nunmehr mit einwandfreien Auswasch- und Trockengefäßen gearbeitet wird.

Eine neue Versuchsreihe wurde begonnen und dabei Paraffin-gatsch der Paraffinanlage, d.h. eine Mischung von Destillat I und II der Vakuumdestillation als Einsatzmaterial benutzt. Es handelt sich hier um das gleiche Material was in Witten zur Herstellung von Seifenfettsäuren herangezogen wird. Unter den üblichen Bedingungen wurde mit einer Ausbeute von 86 % ein Material erhalten, dessen NZ bei 75 und VZ bei 96 lag. Ein Zusatz von Bleitetraäthyl hatte keinen Einfluß auf die Oxydation. Es scheint dagegen möglich, durch genaue Überwachung des Waschprozesses und evtl. Zusatz größerer Mengen Kochsalz beim Auswaschen die Ausbeute wesentlich zu erhöhen, da bei einzelnen Waschwasserproben durch starken Kochsalzzusatz solche Mengen an Oxydationsprodukt ausgesalzen werden konnten, sodaß sich eine Ausbeuteerhöhung auf die Gesamtmenge bezogen von 6 - 10 % ergab. Die Versuche werden fortgeführt, da es für uns von außerordentlichem Interesse ist, ob unser Oxydationsverfahren auch für den normalen Paraffin-

gatsch herangezogen werden kann und gegenüber der Luftoxydation einen Vorteil bedeutet. Die erhaltenen Oxydationsprodukte aus Paraffingatsch die mit OP 5 bezeichnet werden, wurden zur Aufbewahrung mit Kaliumcarbonat und Kalilauge verseift. Die Verseifung ist schon als Vorstufe für die spätere Abtrennung des Unverseifbaren gedacht. Die bisherigen Versuche haben jedenfalls ergeben, daß es möglich ist, Paraffingatsch in gleicher Weise wie Hartwachs zu oxydieren. Die Differenz zwischen NZ und VZ ist bedeutend geringer als bei der Luftoxydation. Sie beträgt nur 20 Einheiten, wöhnlich wie bei Tafelparaffin.

b) Laborarbeiten

1. Herstellung von Emulsionen

Die weitere Überprüfung der mit unseren Emulgatoren hergestellten Emulsionen ergab, daß hierbei ein ganz spezieller Typ von Emulsionen erzeugt wird, und zwar kann man je nach dem Verseifungsgrad der Oxydationsprodukte und Art der Zusammensetzung der Wachskomponente, Emulsionen erhalten, die vorwiegend auf Öl-in-Wasser-Basis sind, bzw. auf Wasser-in-Öl-Basis. Jedenfalls entsprechen aber alle Emulsionen einem Mischtyp, d.h. beide Emulsionstypen sind in den fertigen Emulsionen enthalten. Im einzelnen kann man kurz dazu sagen, daß bei einem Verseifungsgrad der Fettsäuren von etwa 30 - 80 % vorwiegend Öl-in-Wasser-Emulsionen entstehen, wenn die Wachskomponente nur bei Zimmertemperatur feste Bestandteile enthält, während in zunehmendem Maß Wasser-in-Öl-Emulsionen entstehen, wenn in der Wachskomponente flüssige Bestandteile und zwar sowohl Benzin, als auch Schwerbenzin, Paraffinöl oder Schmieröl enthalten sind. Grundsätzlich handelt es sich darum, daß der Emulgator in einer Flüssigkeit gelöst ist und da unser Emulgator sowohl teilweise in Wasser, und als auch in Öl löslich ist, ist er befähigt, die beiden Typen zu erzeugen.

Die weiteren Arbeiten zur Herstellung flüssiger Emulsionen, die bei hohen Verseifungsgraden vorwiegend dem Öl-in-Wasser-Typ entsprechen, wurden auch auf Bohrpasten ausgedehnt. Bohrpasten sind ein Ersatz für Bohröl und stellen eine Emulgator-Schmieröl-Mischung dar, die bereits mit wenig Wasser emulgiert ist und im Verhältnis 1 : 10 mit Wasser eine klare

Emulsion ergibt. Die Versuche sind noch nicht restlos abgeschlossen, doch sind die bisherigen Ergebnisse sehr erfolgversprechend.

2. Abtrennung des Unverseifbaren

Die Abtrennung des Unverseifbaren wurde ebenfalls weiter untersucht. Restlos sind die Verhältnisse noch nicht geklärt, doch haben sich einige Extraktionsmittel bewährt. Es handelt sich um C₆-Fraktion, C₇-Fraktion und Chloroform, die die eigentlichen Seifen nur in geringem Umfange lösen. Es gelang mit diesen Extraktionsmitteln aus dem Extrakt, der noch Fettsäuren enthielt, durch nochmalige Verseifung und anschließende zweite Extraktion Paraffine zu erhalten, die nur noch eine NZ von 2 - 5 aufwiesen. Die erhaltenen Fettsäuren hatten in summa eine C-Zahl von 27. Die Versuche werden fortgeführt, wobei in erster Linie auf eine möglichst einwandfreie Verseifung der Fettsäuren geachtet werden soll. Auf dem beschriebenen Wege wurden mehrere 100 g praktisch reiner Fettsäuren hergestellt, die für verschiedene Zwecke eingesetzt wurden. Ein Teil wurde zur Herstellung von Schmierfetten an die Firma Schlafhorst nach Hamburg versandt, ein anderer Teil wurde mit Natrium zu Alkoholen reduziert. (Vergl. unter 3.)

Die Abtrennung des Unverseifbaren aus dem oxydierten Paraffingatsch ist noch nicht beendet, sodaß über die C-Zahl der erhaltenen Fettsäuren noch nichts mitgeteilt werden kann.

3. Herstellung von Alkoholen aus Fettsäuren

Zur Herstellung von Alkoholen wurde sowohl OP 3 als auch die daraus hergestellten reinen Fettsäuren mit Natrium in Benzolösung reduziert. Vor der Reduktion wurden die entsprechenden Äthylester hergestellt. Nach anfänglichen Schwierigkeiten ging die Reduktion glatt und es wurden Alkohole erhalten, die eine mittlere C-Zahl von etwa 27 aufwiesen. Sowohl der paraffinhaltige, als auch der reine Alkohol waren zur Herstellung von Emulsionen in verhältnismäßig geringen Konzentrationen brauchbar. Beispielsweise genügte bei dem reinen Alkohol etwa 2 - 3 %, um eine Emulsion herzustellen, die noch 70 % Wasser enthielt. Auf Grund dieser Ergebnisse wurden

Ruhrbenzin Aktiengesellschaft
Eberhausen-Kolten

005237

unsere früheren durch Reduktion im Autoklaven mit Wasserstoff und Katalysatoren hergestellten Alkohole nochmals geprüft und dabei festgestellt, daß es im Gegensatz zu unseren früheren Befunden möglich ist, durch geeignete Zusammensetzung der Wachskomponente, Emulsionen damit herzustellen. Die geeignete Zusammensetzung der Wachskomponente betrifft vorwiegend die Anwesenheit von bei Zimmertemperatur flüssigen Substanzen in der Wachsmischung, die zur Herstellung von Wasser-in-Öl-Emulsionen unbedingt erforderlich sind.

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

