

18. März 1942

Sekretariat	
Eingang:	24.3.42
Lfd. Nr.:	393
Beaufw.:	

Herrn Prof. Dr. Martin!

Betr.: Monatsbericht Februar 1942

I. Betriebsuntersuchungen

Die Betriebsuntersuchungen wurden in der üblichen Weise durchgeführt. Besondere Schwierigkeiten traten nicht auf. Die Versandprodukte hatten im großen und ganzen stets die verlangten Eigenschaften. Beim Dieselöl wurde einmal mit Genehmigung des ZB die NZ überschritten, da infolge der großen Kälte Schwierigkeiten bei der Laugenwäsche auftraten und bei dem Versandbenzin wurde bei einer Sendung ebenfalls mit Genehmigung des ZB die Siedekennziffer des Benzins eine Kleinigkeit erhöht, sodaß die OZ etwas abfiel.

II. Sonderuntersuchungen

1. Gas- und Gasoluntersuchungen

Außer den üblichen Kontrollanalysen wurde einmal an der Stabilisation II die Untersuchung sämtlicher anfallender Gase, Gasole und Benzine vorgenommen. Die Auswertung ist noch im Gange.

2. Benzinuntersuchungen

Die aus der DVA kommenden Proben wurden wie bisher laufend untersucht. Ebenso wurden die Olefinbestimmungen der Spaltbenzine für die Dubbsanlage von Benzinen verschiedener Probestellen weitergeführt. Im großen und ganzen ist der Olefingehalt über den Monatsdurchschnitt gesehen überall gleich, sodaß vorgeschlagen wurde, für die Bilanzen der Dubbsanlage die Mischung Dubbs-Schwerbenzin und stabilisiertes Kühlbenzin heranzuziehen.

Einige Flugbenzine aus dem Hauptlabor wurden auf ihr Alterungsverhalten im Bombentest geprüft und mit anderen isoparaf-

finischen Benzinen verglichen. Während die unverbleiten Benzine alle stabil blieben, wurde durch den Bleizusatz bei einigen der im Hauptlabor hergestellten Benzine die Induktionszeit stark verkürzt. Durch Zusatz von Inhibitoren läßt sich aber wieder eine genügende Stabilität erreichen. Die Verhältnisse sind noch nicht ganz klar, da einige andere isoparaffinische Benzine, wie z.B. Eichstoff Z und Isooktan durch den Bleizusatz nicht verschlechtert werden, wovon sie nicht inhibiert sind, zum mindesten keine durch Säure oder Alkalibehandlung entfernten Inhibitoren enthalten. Die Versuche müssen noch fortgesetzt werden.

3. Dieselöluntersuchungen

Die Untersuchung der in der Schmierölfabrik anfallenden dieselölartigen Produkte, Schwerbenzin und Schmierölvorlauf wurde fortgesetzt, um einen klaren Überblick zu erhalten, ob diese Anteile dem Flugdieselmotorkraftstoff zugesetzt werden können und wenn nicht, wie überhaupt ihre Eigenschaften im Durchschnitt sind. Nach den bisherigen Untersuchungen dürfte bei Schwerbenzin I mit einem mittleren Stockpunkt von -25° zu rechnen sein, während Schmierölvorlauf einen Stockpunkt von etwa -35° hat. Die Flammpunkte beider Anteile sind nicht immer in Ordnung, doch hängt es zweifellos mit kleinen Anteilen niedrigsiedender Bestandteile zusammen, die sich bei guter Fraktionierung zweifellos leicht entfernen lassen.

4. Paraffinuntersuchungen

Die im Hauptlabor zusammengestellte Vakuumdestillation für Paraffin für einen Einsatz von etwa 20 - 25 kg die nach dem Lurgiprinzip mit Zusatz von direktem Wasserdampf arbeitet wurde in Betrieb genommen und einige Versuche mit RB-Hartwachs durchgeführt. Dabei konnte bisher grundsätzlich festgestellt werden, daß Hartwachs auch in dieser Destillation unzersetzt destillierbar ist, wobei Temperaturen auf Normaldruck umgerechnet von ca. 600° erreicht wurden. Die Versuche werden fortgesetzt.

Ausdem Destillat I der Paraffinanlage konnten durch Abtren-

nung von etwa 70 % ölfreiem Weichparaffin mit einem Erstarungspunkt von 40° ein Paraffinöl mit einem Stockpunkt von etwa $+12^{\circ}$ erhalten werden. Die Hydrierung dieses schwach gelb gefärbten Paraffinöls ist im Gange.

5. Schmieröluntersuchungen

Die Versuche zur Aufklärung der Hartasphaltbestimmung mit Kryolith und Glaspulver unter Anwendung verschiedener Benzinarten wurden fortgesetzt.

III. Versuchsarbeiten

1. Abreißtemperatur

Die Versuche wurden in der angegebenen Weise weitergeführt. Die zweite Versuchsreihe über die Veränderung der Abreißtemperatur durch Zusatz verschiedener Mengen Benzol und Treibstoffsprit wird im März beendet.

In Zusammenarbeit mit dem ZB wurden an die Stellen, die Apparaturen zur Bestimmung der Dampfblasenneigung von Kraftstoff besitzen, 4 Vergleichsbenzine versandt zur Durchführung eines Ringversuches.

2. Hochtemperaturraffination von Benzin

Bei Weiterführung der Versuche konnte mit den verschiedensten Isomerisierungskontakten keine Verbesserung der Wirkung gegenüber aktivierter Bleicherde erzielt werden.

3. Herstellung von Leinölersatzstoffen

Die im letzten Monatsbericht erwähnten Versuche mit Stearinsäure wurden im wesentlichen beendet. Durch hohe Chlorierung von Stearinsäure konnten ungesättigte Fettsäuren erhalten werden, die trocknende Eigenschaften besitzen. Werden diese ungesättigten Fettsäuren mit Glycerin verestert, so waren die trockenenden Eigenschaften erheblich besser. Da auf diesem Wege also grundsätzlich festgestellt war, daß es möglich ist, ausgehend von reinen Fettsäuren zu ungesättigten Produkten zu kommen die trocknende Eigenschaften haben, wurden die Versuche vorläufig ausgesetzt bis abgetrennte Fettsäuren aus Tafelparaffin in größeren Mengen zur Verfügung stehen.

Grundsätzlich ist zu sagen, daß der Weg über die Chlorierung nicht ganz billig ist, da sehr erhebliche Chlormengen erforderlich sind. Es erhebt sich daher die Frage, ob dieser Weg überhaupt wirtschaftlich tragbar ist.

4. Herstellung von Schmieröl aus Weichparaffin

Da die Entchlorung des Paraffins anscheinend durch Kontakte nicht in gewünschter Weise beeinflusbar war, wurde versucht sie auf anderem Wege unter Kontrolle zu bekommen. Dazu wurde die Entchlorung kontinuierlich durchgeführt. Es stellte sich bei diesen Versuchen auch heraus, daß man durch Verringerung der Reaktionszeit bei geeigneter Wahl der Reaktionsbedingungen eine genügende Entchlorung durchführen kann, ohne daß eine sehr starke Polymerisation eintritt. Die Verhältnisse sind noch nicht restlos klar, doch konnten immerhin bisher entchlorte Produkte erhalten werden, deren Polymerisationsanteil in der Größenordnung von nur 10 % lag. Die Versuche werden weitergeführt 1. in Richtung einer Entchlorung in flüssigem Medium, wobei die Reaktionszeit so weit verkürzt wird⁺, und 2. nach der Richtung einer Entchlorung im gasförmigen Zustand, wobei die Vergasung durch Vakuum oder durch Zusatz von Inertgasen oder als Inertgase wirkende niedrigsiedende Kohlenwasserstoffe begünstigt werden soll.

Gleichzeitig soll versucht werden auch bei der Chlorierung durch kontinuierliche Leitung des Prozesses eine Reaktionslenkung zu erreichen, sodaß möglichst Monochlorprodukte entstehen, ohne wesentliche Mengen von Di- oder Trichlorverbindungen.

Die Polymerisation der entstehenden Olefine wird als Kriterium, sowohl für die Lage der Doppelbindungen bei den Olefinen (durch die ~~hohe~~ Viskositäts^herhöhung) als auch hinsichtlich des Polymerisationsgrades bei der Entchlorung (Farbe der fertigen Öle) benutzt.

5. Paraffinoxydation

a) P.O.-Versuchsanlage

Die Produktion der P.O.-Versuchsanlage betrug im Februar 1942

⁺ daß noch gerade eine fast restlose Entchlorung erreicht wird
A/S 25000 2 42 25000 G/0762

1875 kg Oxydationsprodukt, die sich zusammensetzen aus 575 kg OP III und 1300 kg OP IV. Die Durchschnittsausbeute bei der Oxydation von Hartwachs betrug 92 % und die Durchschnittsausbeute bei Tafelparaffin 88 %. In beiden Fällen sind geringe Verluste durch Überschäumen entstanden, sodaß in beiden Fällen mit einer etwa um 1 % höheren Ausbeute gerechnet werden kann, wenn das Abfallparaffin, wie es für eine Großanlage vorgesehen werden muß, durch Aufschmelzen und Abpressen in einer Filterpresse wieder gereinigt wird. Bei der Polymerisation selbst treten keine Schwierigkeiten auf.

Emulgator wurde im Februar nicht hergestellt, da die vorher dazu benutzten emaillierten Gefäße doch bei der Emulgatorherstellung infolge mechanischer Beanspruchung zu stark leiden.

Die im letzten Monatsbericht erwähnte ungenügende Lagerung des Rührwerkes im Reaktionsgefäß, die im Dauerbetrieb keine höheren Drehzahlen als 300/Minute zuließ, konnte noch nicht beseitigt werden. Dieses Problem wird weiter bearbeitet.

Die Notwendigkeit im Auswaschgefäß tadellos emaillierte Flächen zu haben, zeigte sich besonders deutlich bei einigen Untersuchungen über den Eisengehalt der Produkte. Das Endprodukt aus dem Reaktionsgefäß besaß einen Aschegehalt in der Größenordnung von 0,015 %. Grundsätzlich stieg der Aschegehalt bei der Auswaschung an, in einem Auswaschgefäß mit beschädigter Emaille bis auf 0,078 %. Demgegenüber war die Zunahme des Aschegehaltes im Trockner von geringer Bedeutung.

Beim Tafelparaffin werden einerseits Produkte mit verschiedenen hoher NZ hergestellt zur Feststellung bis zu welchem Oxydationsgrad gegangen werden muß, wenn die besten Emulgatoren erzielt werden sollen und 2. wurden einige Versuche gemacht mit Veränderung der Menge an Nitrosylschwefelsäure zur Bestimmung des Einflusses der Säuremenge auf das Verhalten von NZ zu VZ; dabei ergab sich grundsätzlich, wie schon bei den Laborversuchen, ohne Nitrosylschwefelsäure ein gelb gefärbtes ziemlich salbenartiges Oxydationsprodukt, dessen VZ etwa doppelt so hoch war, wie die NZ. Dagegen genügen schon geringe Säuremengen, um die Verhältnisse vollkommen zu ändern.

Beispielsweise konnte zwischen 5 l Säure/75 kg Paraffin und 30 l kein grundsätzlicher Unterschied in dem Verhältnis NZ zu VZ gefunden werden.

Über die Ausbeute bei der Oxydation ist zu sagen, daß sie auch bei Tafelparaffin höher liegt, als bei den Laborversuchen und zwar bei 88 - 89 % gegenüber 84 %, also auch etwa 5 % höher.

Weitere Versuche zur Endgasreinigung lassen hoffen, daß mit Silikagel eine genügende Reinigung zu erzielen ist, die allerdings bei Hartparaffin leichter gelingt, als bei Tafelparaffin. Unter Umständen muß bei Tafelparaffin doch das Endgas etwas stärker gekühlt werden, um vor dem Silikagel bereits die vorwiegend flüssigen oder leicht flüchtigen Anteile zu kondensieren.

b) Laborversuche

1. Herstellung von Emulsionen

Auf Grund des günstigen Berichtes der Versuchsanstalt für die Lederindustrie in Freiberg wurden nochmals 2 Emulsionen und zwar eine gemischt verseifte und eine rein wässrige hergestellt, die aber nunmehr durchgefärbt waren und außerdem einen etwas geringeren Prozentsatz an Emulgator enthielten, als die beiden ersten. Die gemischt verseifte Probe ist bei den Sidolwerken in Köln in meiner Gegenwart zusammengestellt worden. Es ist anzunehmen, daß diese beiden Proben nun auch in den Punkten, in denen nach der Beurteilung der Versuchsanstalt noch eine geringe Verbesserung wünschenswert wäre, den Anforderungen entsprechen. Es handelt sich hier vor allem um die Deckkraft und um die Wasserbeständigkeit.

Bei den Tafelparaffinoxidationsprodukten wurde die gleiche Versuchsreihe durchgeführt wie mit Hartparaffin, wobei festgestellt werden sollte, bis zu welcher NZ das Tafelparaffin oxydiert werden müßte, damit die aus den Oxydationsprodukten hergestellten Emulgatoren die besten Eigenschaften aufweisen. Dabei zeigte sich überraschenderweise, daß bei Tafelparaffin die besten Ergebnisse mit einem möglichst hoch oxydierten Produkt erzielt werden. Dieser Befund steht etwas etwas im

Gegensatz zu den Ergebnissen bei Hartwachs, bedarf also noch weiterer Klärung.

2. Abtrennung des Unverseifbaren

Die Versuche zur Abtrennung des Unverseifbaren ergaben, daß das Hauptproblem bei der Abtrennung des Unverseifbaren die richtige Verseifung der Fettsäuren ist. Anscheinend werden nämlich die fettsauren Salze nicht gelöst, dagegen natürlich die nicht umgesetzten Fettsäuren. Auf Grund dieses Erkenntnis sind weitere Versuche angesetzt die zur endgültigen Klärung der Frage beitragen sollen.

6. Herstellung von flüssigen Emulsionen

Die bisher erhaltenen Emulsionen waren fast stets fest bis halbfest, auch wenn nicht Paraffin, sondern beispielsweise Schmieröl neben Wasser emulgiert wurde. Da die Herstellung flüssiger Emulsionen für gewisse Gebiete von besonderer Bedeutung ist, wurde sie nunmehr auch systematisch untersucht. Dabei stellte sich allerdings heraus, daß es mit unseren seifenartigen Emulgatoren außerordentlich schwierig ist, flüssige Emulsionen herzustellen. In vielen Fällen sind sie sogar nur stabil in einem stark alkalischen Gebiet. Generell läßt sich folgendes dazu sagen:

Höhere Konzentrationen an Wachskomponenten können noch im neutralen Gebiet stabil gemacht werden. Dagegen sind niedrige Konzentrationen, d.h. beispielsweise Emulsionen mit 97 % Wasser nur dann flüssig, wenn überschüssiges Alkali vorhanden ist. Diese flüssigen Emulsionen ^{sind} also nur für ganz bestimmte Verwendungszwecke brauchbar. Die Versuche werden aber fortgesetzt, um festzustellen, ob nach Veränderungen möglich sind zur Herstellung von speziellen Erzeugnissen.

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