

21.2.42

249

Herrn Prof. Dr. Martin

Betr.: Monatsbericht Januar 1942

I. Betriebsuntersuchungen

Die Betriebsuntersuchungen wurden in der üblichen Weise durchgeführt. Besondere Schwierigkeiten traten nicht auf. Die Versandprodukte hatten stets die verlangten Eigenschaften, so daß auch hier keine Reklamationen einliefen.

II. Sonderuntersuchungen

1. Gas- und Gasoluntersuchungen

Die Kontrolle der verschiedenen Abgase aus der Schmierölfabrik wurde fortgesetzt und weitere Gasuntersuchungen für verschiedene Laborversuchsarbeiten durchgeführt.

2. Benzinuntersuchungen

Die aus der DVK kommenden Produkte wurden laufend untersucht und z.T. auch Feinfraktionierungen der Benzine durchgeführt. Weitere Feinfraktionierungen wurden von Benzinien ausgeführt, deren Abreißtemperaturkurven bestimmt wurden.

Die vor einiger Zeit nochmals begonnenen Versuche über die Veränderung der Oktanzahl mit dem Peroxydgehalt wurden beendet.

3. Dieselmotortests

Auf Grund der Anfrage des RLM über die Lieferung von Flugdieselmotorkraftstoff wurden verschiedene im Betrieb anfallende Produkte laufend kontrolliert, um die mit Sicherheit anzugebenden Werte hinsichtlich Flammpunkt, Siedepunkt, D₂₀ usw. zu erfassen. In diese Untersuchungen wurden einbezogen außer dem Sonderdieselmotorkraftstoff II, das Bodenprodukt aus der Destillation I und die in der Schmierölfabrik anfallenden Pro-

003347

dukte, schwerbenzin der Atmosphärendestillation und Vorlauf der Vakuumdestillation. Auf Grund der Untersuchungen wurden in einer Besprechung in Berlin mit dem RMA gewisse Werte vereinbart über die im einzelnen bereits berichtet wurde.

4. Paraffinuntersuchungen

Die Untersuchungen an dem Hartwachs B wurden weiter geführt und verschiedene Vakuumdestillationen auch in etwas größerem Maßstabe durchgeführt. Die Ergebnisse sind aber noch nicht einheitlich genug, um ein abschließendes Bild zu gestatten.

Mit einer ausländischen Aktivkohle wurden Raffinationen des Hartparaffins durchgeführt, wobei sich ergab, daß diese feingepulverte Kohle sich besser eignete, als unsere für den gleichen Zweck bisher benutzte Kohle.

5. Schmieröluntersuchungen

Die Hart asphaltbestimmungen mit verschiedenen Kryolithsorten und verschiedenen Schmierölen wurden fortgesetzt.

Für das Pariser Laboratorium des RMA wurde eine französische ölhaltige Bleicherde auf die Verarbeitungsmöglichkeiten zur Gewinnung des adsorbierter Öles untersucht.

Für die Schmierölfabrik wurden verschiedene Untersuchungen ausgeführt, u.a. Analysen von Koksproben aus der Spaltenlage und Aluminiumchlorid aus der Synthese.

III. Versuchsarbeiten

1. Abreißtemperatur

Über die Veränderungen der Abreißtemperatur eines Grundbenzins durch Zusätze verschiedener Mengen Benzol und Treibstoffspirit wurde eine erste Versuchsreihe beendet. Dabei wurde gleichzeitig geprüft, ob die verschiedensten analytischen Daten in stets gleicher Beziehung zur Abreißtemperatur stehen. Die Untersuchungen ergaben aber, daß dies anscheinend nicht der Fall ist. Eine zweite Versuchsreihe mit einem etwas anders zusammengesetzten Benzin wird zur Zeit bearbeitet.

005047

2. Hochtemperaturraffination von Benzin

Im Rahmen der Untersuchungen über verschiedene Kontaktstoffe wurde nochmal die Veränderung der Oktanzahl bei Steigerung der Temperaturen auf über 300° geprüft. Dabei zeigte sich, wieder, wie schon bei früheren Untersuchungen, daß oberhalb 300° eine erhebliche Gasbildung einsetzt. Bei 400° z.B. 5 %, 450° 7 %, während die Oktanzahl zwar bis 400° noch ansteigt, dann aber wieder abfällt. Z.B. beträgt die Oktanzahl für ein bestimmtes Benzin bei 300° 71,6 und bei 400° 74,5 und bei 450° 72. Diese Beobachtung wurde für verschiedene Kontaktstoffe gemacht.

3. Herstellung von Leinölersatzstoffen

Die Versuche zur Herstellung von Leinölersatzstoffen über Chlorierung und Entchlorung wurden mit Tafelparaffinoxydationsprodukten durchgeführt, da diese Fettsäuren im Molbereich besser mit den Leinölsäuren übereinstimmen. Durch hohe Chlorierung der Oxydationsprodukte und Abspaltung des Chlors mit alkoholischer Kalilauge wurden auch olefinische Produkte erhalten, die trocknende Eigenschaften besitzen. Anscheinend stört hierbei aber der paraffinische Anteil. Daher wurden neue Versuche aufgenommen mit Stearinsäure, um dabei festzustellen, ob es grundsätzlich möglich ist aus gesättigten Fettsäuren durch Chlorierung und Chlorabspaltung und evtl. Veresterung zu gut trocknenden Produkten zu kommen.

4. Herstellung von Schmieröl aus Reichparaffin

Die Versuche durch Zusatz verschiedener Kontakte bei der Entchlorung die Polymerisation zu verändern, führten nicht zu dem gewünschten Erfolg. Vielmehr wurde in weitem Umfange sogar eine Erhöhung der Polymerisation beobachtet. Erst die Durchführung der Entchlorung im kontinuierlichen System brachte hierbei eine wesentliche Verbesserung. Diese Versuche sind z.Zt. im Gange.

Die eigentlichen Polymerisationsversuche brachten gegenüber den bisherigen Versuchen keine weitere Verbesserung. Nur hat sich das Problem insofern etwas verschoben, als es nicht mehr notwendig ist, Öle mit einer V_{50} von ca. 15 - 20 herzustellen,

sondern solche mit einer möglichst hohen V_{50} , da bei der Luftwaffe ein Schmieröl mit einer V_{50} von ca. 7 in größeren Mengen vorhanden ist, für das ein Brightstock mit einer möglichst hohen V_{50} gesucht wird, sodaß also die bisher gewonnenen Ole mit einer V_{50} von ca. 30 - 50 gerade richtig wären. Die Versuche werden fortgesetzt.

5. Paraffinoxydation

a) P.O.-Versuchsanlage

Die Produktion der P.O.-Versuchsanlage betrug im Januar 1500 kg Oxydationsprodukt die aus insgesamt 1650 kg Paraffin hergestellt wurden. Die Durchschnittsausbeute betrug demnach 91 %. Da durch Überschaumen des Auswaschgefäßes und des Trockengefäßes, so wie durch fehlerhafte Bedienung von Ventilen ein Verlust von 39 kg Produkt eingetreten ist, das nach Filtration und Trocknung wieder verwendet werden kann, betrug die wahre Ausbeute 1540 kg, also ca. 93 %.

Aus den vorhandenen Oxydationsprodukten wurden insgesamt 1216,5 kg Emulgator hergestellt. Die Ausbeute bei der Emulgatorherstellung betrug 98 %. Diese an sich geringe Ausbeute bei der Emulgatorherstellung kann auch nur durch Produktverlust infolge Weglaufens usw. eingetreten sein.

Bei den Versuchen wurden verschiedene apparative Schwierigkeiten festgestellt, die bisher nur z.T. behoben werden konnten. Es handelt sich hierbei um folgende Punkte:

1. Das Reaktionsgefäß ist nicht geeignet für die bei den letzten Versuchen angewandte hohe Rührgeschwindigkeit. Infolgedessen trat eine starke Abnutzung der Lagerbüchsen auf. Eine Auswechslung und Abringung eines dritten Lagers brachte nur teilweisen Erfolg. Endgültig ist dieses Problem noch nicht gelöst. Bei zweckmäßiger Konstruktion können allerdings kaum Schwierigkeiten zu erwarten sein.
2. Bei einem Stillstand der zum Auswechseln des Rührwerkes benutzt worden war, wurde das Innere des Reaktionsgefäßes näher untersucht. Dabei zeigte sich, daß am Ablaufstutzen z.T. die Emaille abgesprungen war und kleine Korrosionsstellen zu beobachten waren, die anscheinend beim Arbei-

ten mit verdünnter Salpetersäure entstanden waren, die zur Reinigung des Gefäßes verwendet worden war. Es ergibt sich hieraus, daß das Reaktionsgefäß entweder sehr gut emailliert werden muß oder das Auftreten verdünnter Säure peinlichst zu vermeiden ist.

3. Wie früher bereits erwähnt, sind die Auswaschgefäße besonders empfindlich. Es muß hierbei auf sehr gute Emaillierung geachtet werden, da die hier auftretenden verdünnten Säuren stark korrosive Eigenschaften besitzen. Die neu angeforderten Gefäße sind noch nicht eingetroffen. Es stellte sich allerdings bei Untersuchung der Emaille heraus, daß die Gebler Emaillierung für unsere Zwecke nicht geeignet ist, da sie angegriffen wird. Die Pfaudler-Emaille hat sich gut bewährt.
4. Bei der Reaktion sind zweimal Schwierigkeiten aufgetreten durch plötzliches Ausbleiben des Kühlwassers (Wasserrohrbruch). Es wurde dabei festgestellt, daß man dafür sorgen muß, daß immer eine gewisse Wasserreserve zur Kühlung des Reaktionsgefäßes vorhanden ist, da auch bei sofortigem Abstellen des Gases und der Rührung Temperaturerhöhungen auftreten können, die zu einer Schwarzfärbung des Produktes und Übersäumen des Reaktionsgefäßes führen.

Folgende Versuche wurden im Laufe des Monats durchgeführt:

5. Aufarbeitung der dunkel gefärbten Produkte

Bei einigen Versuchen (s. z.B. Punkt 4) sind bei der Reaktion besonders dunkel gefärbte Produkte aufgetreten. Da es von wesentlicher Bedeutung war festzustellen, ob diese durch weitere Oxydation wieder aufzuhellen sind, wurden verschiedene Chargen mit dunkel gefärbten b.w. durch Eisen gefärbten Produkten angesetzt. Nach Zugabe der entsprechenden Menge Nitrosylschwefelsäure wurde nur 2 Stunden oxydiert. Dabei konnten in allen Fällen helle Oxydationsprodukte erhalten werden. Auch ein besonders dunkel gefärbter Emulgator wurde auf diesem Wege wieder in helles Produkt rückverwandelt und zwar wurde er zunächst im Auswaschgefäß mit Säure ausgewaschen, um die Hauptmenge des Alkalis zu entfernen, kurz mit Wasser nachgewaschen und getrocknet und dann die bräunlich gefärbte Masse in den Reaktor angesetzt. Die Versuche sind insofern von besonderer Bedeutung, als sie zeigen, daß mißlungene Chargen verhältnismäßig leicht wieder auf-

225352

gearbeitet werden können.

6. Versuche über die Veränderung der Nitrosylschwefelsäuremenge

Bisher sind bei den Versuchen stets 15 l Nitrosylschwefelsäure auf 75 kg Produkt eingesetzt worden. Einige Versuche die mit geringeren Mengen durchgeführt wurden, ergaben noch kein abschließendes Bild. Es ist aber anscheinend möglich, die Menge noch weiter zu reduzieren. Weitere Versuche hierüber sind noch geplant.

7. Die beiden letzten Versuche wurden mit rohem Hartparaffin durchgeführt, wobei das gleiche helle Produkt erhalten wurde wie mit raffiniertem. Die Versuche werden noch fortgesetzt, doch ist es sehr wahrscheinlich, daß man nicht ^{nur} mit raffiniertem sondern ^{auch} mit rohem Hartparaffin arbeiten kann. Allerdings zeigte sich bei diesen und auch bei anderen Versuchen, daß die fertigen Säuren außerordentlich empfindlich sind gegen die geringsten Spuren von Eisen, speziell beim Auswaschen. Größere Fehlstellen in der Emaille des Auswaschers zeigten sich sofort in steigender Dunkel-färbung der Endprodukte.

8. Herstellung von Emulgatoren

Im Laufe des Monats wurden die bereits aufgeführten größeren Mengen Emulgator hergestellt. Die Herstellung geht verhältnismäßig glatt. Die Produkte sind gelb gefärbt. Z.T. infolge Dunkel-färbung infolge der anzuwendenden hohen Temperaturen, z.T. infolge der Farbe der durch Stickstoff verunreinigten Fettsäuren. Die Herstellung von zu 100 % verseiften Fettsäuren ist schwierig, da die letzten Reste der Fettsäuren sich schwer verseifen lassen. Bei Natrium ist die Herstellung überhaupt nicht möglich, da die Natriumsalze so schwer löslich sind, daß die flüssige Masse ein lavaähnliches Aussehen hat und nicht mehr aus den Behältern abgelassen werden kann.

b) Laborversuche

1. Herstellung von Emulsionen

Um genau festzulegen bei welchem Alkaligehalt unsere Oxydationsprodukte die besten Emulgatoreigenschaften haben, wurden einige systematische Versuche angesetzt, bei denen Produkte mit verschiedener NZ verschieden hoch verseift wurden und das günstige

Emulgator-Paraffin-Verhältnis festgestellt wurde, bei dem 25 Teile Wachsmischung in 75 Teile Wasser eingerührt werden konnten. Dabei stellte sich heraus, daß zur Herstellung fester Emulsionen ein Oxydationsprodukt mit einer KZ von ca 60 - 65 bei etwa 50 % Verseifung den besten Emulgator liefert. Es gelang mit solchen Emulgatoren auf einen Teil Emulgator bis zu 5 Teilen Hartwachs unterzubringen, d.h. in der Wachsmischung sind etwa 15 - 20 % Emulgator enthalten. Die gleichen Verhältnisse für flüssige Emulsionen werden z.Zt. erforscht, doch ist es wesentlich schwieriger mit unseren Produkten flüssige Emulsionen zu erhalten.

2. Abtrennung des Unverseifbaren

Ein weiteres wesentliches Problem ist die Abtrennung des Unverseifbaren zur Herstellung reiner Fettsäuren. Eine wesentliche Schwierigkeit ist hierbei vollständig verseifte Fettsäuren herzustellen, aber selbst wenn dies gelingt, ist die zweite Schwierigkeit die Wahl des Lösungsmittels, das einerseits Hartwachs restlos lösen muß und zweitens aber möglichst geringe Anteile der fettsauren Salze lösen darf. Chloroform z.B. löst Hartwachs nicht vollständig, löst aber schon einen Teil der fettsauren Salze heraus. Trichloräthylen löst das gesamte Hartparaffin, löst aber auch beträchtliche Mengen fettsaurer Salze. Weitere Versuche sind im Gange.

Hdr. H. Dir. Dr. Hagemann
H. Dir. Alberts

