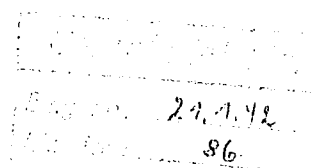


15. Januar 1942



Herrn Prof. Dr. Martin!

Betr.: Monatsbericht Dezember 1941

I. Betriebsuntersuchungen

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

II. Sonderuntersuchungen

1. Gas- und Gasoluntersuchungen

Spaltgas der Pubbsanlage und Abgase aus Synthese, Entchlorern und Atmosphärendestillation wurden laufend überwacht, ohne daß besondere Schwankungen in der Zusammensetzung auftraten.

Eine Versuchsreihe zur Ermittlung des in stabilisiertem Benzin gelösten Gasols in Abhängigkeit von Dampfdruck und Siedekennziffer wurde begonnen.

2. Benzinuntersuchungen

Die aus der DVA kommenden Produkte wurden laufend untersucht und das Benzin des Ofens 14 (Eisenkontakt) auf die Abhängigkeit der Oktanzahl vom Siedeverhalten geprüft, wobei sich die gleiche Abhängigkeit wie bei anderen Primärbenzinen ergab.

3. Paraffinuntersuchungen

Die Untersuchungen an dem Hartwachs RB wurden fortgesetzt, um festzustellen, ob das Hartwachs gegenüber früher andere Eigenschaften besitzt. Die Untersuchungen sind noch nicht abgeschlossen.

Eisenparaffin und Ofenparaffin der Mitteldrucksynthese wurden

überprüft, ob durch die Destillation eine wesentliche Veränderung der Färbung eintritt die auf Zersetzung zurückzuführen ist. Die Farbunterschiede waren in beiden Fällen nicht sehr beträchtlich und bei Eisenparaffin nicht stärker als bei Kobaltparaffin.

2 Paraffine vom Treibstoffwerk Krupp zeigten bemerkenswerte Unterschiede zu unserem normalen Hartwachs, da sie zwar hinsichtlich der Siedeanalyse mit unseren Produkten übereinstimmten, aber außerordentlich niedrige Erstarrungspunkte von 86° und verhältnismäßig hohen Penetrometerzahlen hatten. Anscheinend fehlten in den Produkten die ganz hoch siedenden Anteile.

Zur Überprüfung der Frage, ob Anteile des Hartwachses als Phlegmatisierungsmittel brauchbar sind, wurden verschiedene Vakuumdestillationen durchgeführt, die zeigten, daß anscheinend die Fraktion $525 - 600^{\circ}$ entsprechend etwa 25 % des Hartwachses für den gedachten Zweck brauchbar ist. Die Untersuchungen sind aber noch nicht abgeschlossen.

4. Schmieröluntersuchungen

Die Untersuchungen auf Hartasphaltgehalt nach verschiedenen Methoden in gebrauchtem Schmieröl wurden fortgesetzt.

5. Verschiedene Untersuchungen

Die Untersuchung des Schwelteers aus der italienischen Sulcis-Kohle wurde im wesentlichen abgeschlossen. Über die Prüfung ist ein Bericht in Arbeit.

III. Versuchsarbeiten

1. Abreißtemperatur

Die Versuche an der Abreißapparatur wurden fortgesetzt mit verschiedenen Benzinmischungen, um weiter zu untersuchen, ob physikalische Eigenschaften die Abreißtemperatur im voraus anzugeben gestatten.

2. Hochtemperaturraffination von Benzin

Die Versuche zur Erprobung weiterer Isomerisierungskontakte

wurden fortgesetzt, jedoch ergaben alle bisher nach den verschiedensten Methoden hergestellten Kontakte keine Verbesserung gegenüber Bleicherde.

3. Herstellung von Leinölersatzstoffen

Da es aussichtsreich erschien über die Wasserstoffabspaltung von fertigen ~~Par~~ Fettsäuren, die mit Hilfe Chlorierung und nachfolgender Salzsäureabspaltung erzwungen werden könnten, zu ungesättigten Säuren vom Leinöltyp zu kommen, wurden entsprechende Versuche mit Tafelparaffinfettsäuren eingeleitet. Bisher sind die Versuche noch nicht recht befriedigend, da noch keine trocknenden Fettsäuren erhalten werden konnten. Die Versuche werden fortgesetzt.

4. Herstellung von Schmieröl aus Weichparaffin

Nachdem sich bei den ersten Versuchen mit verschiedenen Chlormengen die Einführung von 2 Atomen Chlor/Mol Paraffin als günstig erwiesen hatte, wurden mit so hergestellten hocholefinischen Produkten Polymerisationen durchgeführt. Dabei wurden in erster Linie die Aluminiumchloridmengen variiert und zwar zwischen 1 - 3 %. Mit zunehmender Aluminiumchloridmenge steigt die n-Ölausbeute an und zwar bis auf etwa 75 %. Desgleichen steigt die V_{50} und die Viskositätspolhöhe. Z.B. ergab ein hocholefinisches Produkt mit 3 % Aluminiumchlorid und einer Polymerisationszeit von 24 Stunden bei 100° eine Ausbeute von 90 % an oberer Schicht. Die obere Schicht enthält 75 % n-Öl mit folgenden Daten:

V_{50}	51°E
VPH	1,53
Stockpunkt	-17°

Da die Öle aber im Originalzustand recht dunkel sind und eine Raffination nur durch Hydrierung möglich ist, wobei die Viskositätspolhöhe etwas ansteigt, scheinen die Versuche mit 2 % Aluminiumchloridzusatz, die nur eine VPH von 1,48 und auch eine etwas niedrigere V_{50} ergeben hatten, aussichtsreich, wenn es gelingt die n-Ölausbeute von ca. 53 - 60 % weiter zu steigern. Diese Versuche sind im Gange.

005855

Weitere Versuche werden in der Weise durchgeführt, daß die Olefine vor der Polymerisation nochmals destilliert wurden, um die bereits bei der Chlorierung und Entchlorung gebildeten Polymerisate abzutrennen. Die Polymerisation der Destillate ergab auch recht gute Öle, allerdings betrugen die Viskositätspolhöhen mit 2 % Aluminiumchlorid 1,54 und mit 3 % 1,56. Sie liegen damit etwas höher als bei Polymerisation des Gesamtproduktes in Übereinstimmung mit der Rechnung, da der nicht polymerisierte Destillationsrückstand eine VPH von 1,48 aufwies.

Die Versuche werden auch nach der Richtung einer etwas anderen Leitung der Chlorierung und Entchlorung weitergeführt, um möglichst zu verhindern, daß sich die erwähnten hohen Polymerisationsrückstände bereits bei der Entchlorung bilden.

5. Paraffinoxydation

a) P.O.-Versuchsanlage

Die Produktion der P.O.-Versuchsanlage betrug im Dezember 41 1489 kg OP III aus 1650 kg Hartwachs, entsprechend einer Ausbeute von 90 %. Schwierigkeiten sind nicht eingetreten.

Mit der Herstellung von Emulgator wurde ebenfalls im Dezember begonnen. Es wurden insgesamt 324 kg Emulgator hergestellt, von dem inzwischen 200 kg für einen Großversuch abgegeben worden sind.

In der Anlage wurden einige Versuche durchgeführt zur Ermittlung der zweckmäßigsten Durchführung der Reaktion. Nachdem schon im vorigen Monat festgestellt worden war, daß die Menge an Nitrosylschwefelsäure ohne Veränderung der Produkteigenschaften von ursprünglich 20 kg/75 kg Hartwachs auf 15 kg gesenkt werden konnte, wurden nunmehr Versuche gemacht, um die Gasmenge zu reduzieren. Bei einer Rührgeschwindigkeit von 300 Umdrehungen/Minute ergab sich bei abnehmender Gasmenge und gleichbleibender Reaktionszeit ein deutlicher Abfall der Oxydationsausbeute, z.B. betrug die NZ des Endproduktes bei 80 m³/h 101 und bei 40 m³/h 79. Erhöht man aber die Rührgeschwindigkeit von 300 über 500 auf 700 Umdrehungen/Minute, so

steigt bei einer Gasmenge von $40 \text{ m}^3/\text{h}$ die NZ von 77 - 79 für 300 Umdrehungen, auf 92 bis 500 und 101 bei 700. Auch bei einer höheren Gasgeschwindigkeit konnte eine Verbesserung der Oxydationsausbeute durch Vergrößerung der Rührgeschwindigkeit festgestellt werden. Es ist vorgesehen, in dem Reaktionsgefäß andere Rührreinrichtungen zu erproben, da, wie aus den Versuchen hervorgeht, der vorhandene Rührer bei weitem nicht das Optimum des Erreichbaren darstellt.

Bei Verbesserung der Durchmischung infolge Anwendung von entweder schnellerer Rührung oder eines besser wirkenden Rührers kann also sowohl die Gasgeschwindigkeit als auch die Reaktionszeit verringert werden. Damit sind verschiedene Vorteile verbunden, u.a. eine wesentliche Verringerung der Stickstoffverluste, über die im nächsten Monatsbericht berichtet werden soll.

Bei der Herstellung des Emulgators durch Auflösen von festem, fein gepulvertem Kaliumcarbonat in flüssigem Oxydationsprodukt wurde gefunden, daß sich die Reaktionszeit gegenüber den Laborversuchen wesentlich verringern läßt. Es ist auch nicht notwendig, das Kaliumcarbonat erst in einem Teil des Oxydationsproduktes zu lösen und später den Rest hinzuzugeben, sondern man kann die Gesamtmenge einschmelzen und das Kaliumcarbonat langsam eintragen. Diese starke Erhöhung der Lösegeschwindigkeit von Kaliumcarbonat macht es sehr wahrscheinlich, daß man das Oxydationsprodukt zu 100 % verseifen kann, womit ein Produkt erhalten werden kann, das evtl. direkt in der Schmierfettindustrie einzusetzen ist.

b) Laborversuche über verschiedene Probleme der weiteren Verarbeitung des rohen Primärproduktes

Zur Zeit sind 3 Probleme akut, die nebeneinander bearbeitet werden. Das ist die Abtrennung des Unverseifbaren, die Geruchsverbesserung und die Emulgierwirkung verschieden weit oxydierter und verschieden weit verseifter Oxydationsprodukte. Die Abtrennung des Unverseifbaren ist immer noch nicht restlos gelungen, da bei der Extraktion der getrockneten, voll verseiften Produkte bisher stets größere oder kleinere Mengen

fettsaurer Salze mit herausgelöst werden. Das Problem soll noch einmal aufgenommen werden, wenn es gelingt, eine 100 %ige Verseifung durch Auflösen von Kalium- oder Natriumcarbonat in den OP-Produkten durchzuführen.

Die Geruchsverbesserung ist bisher im Autoklaven unter Zusatz von hoch konzentrierter Natronlauge und Zink durchgeführt worden und führte hierbei zu recht guten Ergebnissen. Allerdings waren die erhaltenen Fettsäuren zunächst sehr dunkel und mußten einer nochmaligen Raffination mit Bleicherde unterzogen werden. Die jetzigen Versuche zielen dahin ab, ob es möglich ist, diese Verfärbung zu verhindern.

Bei der Überprüfung der ersten Emulgatoren ergab sich die Frage, ob der von uns gewählte Verseifungsgrad von ca. 30 % bis 35 % am günstigsten war und ob auch die bisher von uns gewählte NZ von 85 die emulgierkräftigsten Fettsäuren liefert. Diese Versuche haben schon einige sehr interessante Ergebnisse gehabt, sind aber noch nicht abgeschlossen.

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

