

20. Dezember 1941

|           |              |
|-----------|--------------|
| Tag:      | 19. 12. 1941 |
| Lfd. Nr.: | 1504         |
| Beaufw.:  |              |

Herrn Prof. Dr. Martin!

Betr.: Monatsbericht November 1941

### I. Betriebsuntersuchungen

Die Betriebsuntersuchungen wurden in der üblichen Weise durch geführt. Besondere Schwierigkeiten traten nicht auf. Vorübergehend waren die Abblaseteste des A.K.-Benzins höher als normal, was auf einen Paraffindurchschlag bei der A-Kohle zurückgeführt werden konnte. Durch Destillation des stabilisierten A.K.-Benzins wurden die Mißstände behoben. Im Versandprodukt waren Benzin, Dieselöl und Schmieröl stets von der gewünschten Qualität, sodaß von keiner Seite Beanstandungen eingingen.

### II. Sonderuntersuchungen

#### 1. Gas- und Gasoluntersuchungen

Die Abgase der Schmierölsynthese, Atmosphärendestillation und Entchlorung wurden sowohl auf Chlorgehalt, wie auf die Zusammensetzung im einzelnen geprüft. Die Untersuchungen sind noch nicht abgeschlossen.

Das Spaltgas der Dubbsanlage wurde in vorgesehener Weise überprüft und hatte fast stets mit nur geringen Schwankungen die gleiche Zusammensetzung.

#### 2. Benzinuntersuchungen

Eisenbenzin aus der DVA wurde auf seine Blei-, Benzol und Alkoholempfindlichkeit geprüft, die sich als genau so hoch erwies, wie unsere normalen Kobaltbenzine. Desgleichen wurde die Abhängigkeit der Oktanzahl des Eisenbenzins von seinem Siedeverhalten geprüft und hier ähnliche Kurven erhalten wie wir sie von anderen Synthesebenzinen her kennen.

Bei der Überprüfung der Oktanzahlerhöhung von A.K.-Benzin ge-

genüber Blei, Eisencarbonyl und Mischungen von Blei und Eisencarbonyl zeigte sich, daß mit jedem einzelnen der Stoffe die erwarteten Erhöhungen eintraten, während bei gemeinsamer Verwendung nur Blei wirksam war.

### 3. Paraffinuntersuchungen

Von den bei der Paraffinfabrik anfallenden Hartwachsen wurden gelegentlich besonders bei den Kontaktparaffinen die Siedeanalyse und sonstige Überprüfungen vorgenommen, um festzustellen, ob sie den Hartwachsnormen entsprechen. Bei dem normalen RB-Hartwachs wurde gelegentlich durch den Zusatz von Destillat 3 höhere Anteile als 10 % an unter 450° siedenden Anteilen festgestellt. Auch die Erstarrungspunkte lagen meist unter 90°, während die Penetrometerzahlen zwischen 5 - 10 blieben.

Die Untersuchung des aus ölfreiem Weichparaffin mit Schmelzpunkt 40° und Hartwachs im Verhältnis 70 : 30 hergestellte plastischen Wachses ergab einen Erstarrungspunkt von ungefähr 75° und einen in dieser Nähe liegenden Fließ- und Tropfpunkt. Durch Siedeanalyse im Vakuum bis 450° wurden 70 % Destillat abgetrennt, das fast vollständig dem zur Mischung verwandten Weichparaffin entsprach, während der Rückstand wieder die ursprünglichen Hartwachseigenschaften hatte. Man kann also aus dem plastischen Paraffin durch Destillation erkennen, aus welchen Bestandteilen es zusammengesetzt ist, ohne daß sich allerdings daraus ergibt, wie das Weichparaffin hergestellt ist.

Bei der Bestimmung der Erstarrungspunkte von Mischungen aus Weichparaffin und Hartwachs ergab sich wieder die bereits früher gefundene Gesetzmäßigkeit, daß geringe Zusätze von Hartwachs den Erstarrungspunkt stärker erhöhen, als es dem arithmetischen Mittel entspricht.

### 4. Schmieröluntersuchungen

In verschiedenen Schmierölen wurde der Hartasphaltgehalt nach einigen Methoden bestimmt, wobei sich Differenzen zeigten, besonders bei Verwendung verschiedener Kryolithsorten. Die Untersuchungen sind noch im Gange.

### 5. Proben anderer Betriebe

Für verschiedene Betriebe wurden kleinere Untersuchungen aus-

geführt bzw. auch Daueraufträge weitergeführt. Unter anderem wurden für die DVA die Untersuchungen an den Öfen 10 und 14 weitergeführt. Die Betriebe wurden stets von den Ergebnissen unterrichtet.

### III. Versuchsarbeiten

#### 1. Abreißtemperatur

Da an verschiedenen Stellen jetzt Apparate vorliegen, beginnen die Vorbereitungen für einen Ringversuch. Einzelne Sachbearbeiter aus dem HWA wurden auch bereits an dem Apparat bei uns eingearbeitet.

#### 2. Hochtemperaturraffination von Benzol

Die Versuche werden fortgesetzt, um synthetische Kontakte zu finden, mit deren Hilfe es möglich ist, die Isomerisierungswirkung der Bleicherde zu erhöhen. Die bisherigen Versuche, u.a. mit Aluminiumoxyd ergaben aber bisher noch keine Verbesserung gegenüber natürlicher Bleicherde. Es soll versucht werden, das durch Fällung geartigt anfallende Aluminiumoxyd mit Hilfe hydrothormaler Umwandlung, d.h. durch Erhitzen in Autoklaven mit Wasser auf ca. 200° in eine kristalline Form überzuführen.

#### 3. Herstellung von Schmieröl aus Weichparaffin

Da die bisherigen Versuche zur Herstellung eines Schmieröls mit niedriger Viskositätspolhöhe aus Weichparaffin über Chlorierung und Polymerisation sich als sehr aussichtsreich erwiesen hatten, wurden systematische Versuche über dieses Gebiet begonnen. Zunächst wurde eine bestimmte Fraktion des Weichparaffins mit verschiedenen Chlormengen beladen, um den Einfluß der zunehmenden Chlormenge festzustellen. Dabei wurde gefunden, daß mit zunehmenden Chlormengen die Viskositätspolhöhe der entsprechenden Öle ansteigt und die Stockpunkte abnehmen. Bei der Polymerisation der Chlorprodukte werden verhältnismäßig niedrige Ölausbeuten erhalten, sodaß diese für die Weiterbearbeitung schon ausgeschieden werden konnten. Bessere Ergebnisse erhält man durch Polymerisation der aus Chlorierung und Entchlorung gebildeten Olefine und zwar er-

hält man dabei N-Ölausbeuten bis 70 % bezogen auf obere Schicht, während der Anfall an oberer Schicht ca. 85 % beträgt. Auch hier steigt wieder die Viskositätspolhöhe mit zunehmendem Chlorgehalt an, während der Stockpunkt abfällt. Beläd man z.B. das Paraffin mit ca. 2 Atomen Chlor, entchlort bei 350° und polymerisiert mit 5 % Aluminiumchlorid, so erhält man bei ca. 87 % Ausbeute an oberer Schicht, eine N-Ölausbeute von 70 %, wobei das Produkt folgende Eigenschaften hat:

|               |      |
|---------------|------|
| $\gamma_{50}$ | 33°E |
| VPH           | 1,56 |
| Stockpunkt    | -22° |

Die Versuche werden, ausgehend von diesen Ergebnissen, weiter geführt.

Besonders interessant war, daß allein durch Chlorierung und Entchlorung bereits eine sehr starke Polymerisation eintritt, sodaß beispielsweise in einem Produkt, was 2 Atome Chlor enthält und bei 350° entchlort wird, ca. 35 % polymerisiert sind. Die Untersuchung wird auch nach dieser Richtung hin fortgesetzt, wobei versucht werden soll, durch spezielle Führung von Chlorierung und Entchlorung diese Polymerisation zu unterdrücken.

#### 4. Paraffinoxydation

##### a) PO-Versuchsanlage

Am 2. November wurde die Versuchsanlage angefahren. Bei insgesamt 14 Versuchen im November wurden 860 kg Oxydationsprodukt hergestellt. Die Ergebnisse zeigten, daß die Reaktion offensichtlich chemisch in Ordnung ist, sodaß die erhaltenen Produkte in ihren Eigenschaften denen der Laborversuche entsprechen.

Während die Reaktion selbst und auch Auswaschung und Trocknung nach Überwindung geringer Schwierigkeiten störungsfrei durchgeführt werden konnte, muß apparativ noch einiges geklärt werden, insbesondere stellte sich heraus, daß die verwendete Emaille nicht den Anforderungen entsprach, die an sie zu stellen waren, speziell an den Stellen, wo mit Salpetersäure und feuchter Nitrose zu rechnen ist. Infolgedessen

wurden Gaskühler aus V17F hergestellt. Da das Gas praktisch keine Schwefelsäure mitführt, ist anzunehmen, daß dieser gegen Salpetersäure beständige Chromstahl ausreicht. Für die Auswascher mußten 2 Ersatzgefäße beschafft werden die wieder emailliert genommen werden könnten, da ein legierter Stahl bei verdünnter Schwefel- und Salpetersäure nicht ausreichen würde. Für die Trocknung des ausgewaschenen Produktes wurden ebenfalls 2 neue Gefäße in Auftrag gegeben und zwar zur Über- Erprobung eins aus Aluminium und eins aus V2A.

Die Reaktionszeit betrug bisher <sup>bis</sup> zu einer NZ von ca. 85 14 Stunden, wie es auch in den Laborversuchen gefunden worden war. Neue noch nicht abgeschlossene Versuche zeigen jedoch, daß es durch Intensivierung der Mischung möglich ist, sowohl die Gasmengen wie auch die Reaktionszeit zu verkürzen.

b) Versuche zur Geruchsverbesserung der rohen Fettsäuren

Zur Geruchsverbesserung der rohen Fettsäuren wurden systematische Versuche begonnen und dabei die Autoklavenbehandlung mit wässriger konzentrierter Natronlauge unter Zusatz von Zink und Eisen oder Wasserstoff herangezogen. Die Untersuchungen sind noch nicht abgeschlossen, scheinen aber zu ergeben, daß es auf diesem Wege möglich ist, zunächst stickstoffarme Produkte zu erhalten, die sich dann mit 2 % Tonsil auf die gewünschte Geruchsfreiheit bringen lassen.

c) Emulgatoren und Emulsionen

Es gelang durch Auflösen von getrocknetem, gut pulverisiertem Kalium- bzw. Natriumcarbonat im rohen Oxydationsprodukt anverseifte Fettsäuren zu erhalten, die hervorragende Emulgatoreigenschaften besitzen; insbesondere war es mit ihnen möglich, beliebige gemischtverseifte "Öl in Wasser" Emulsionen zu machen, dh. einen Typ von Emulsionen, der bisher nicht herstellbar war. Von einer Verbraucherfirma wurde der Emulgator als sehr gut brauchbar bezeichnet. Die Versuche werden fortgesetzt.

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

