

8. August 1941

005/276

BL II V/Sche

Herrn Prof. Dr. Martini

...
...
...
...

Betrifft : Monatsbericht Juli 1941

I. Betriebsuntersuchungen

Die Betriebsuntersuchungen wurden in der üblichen Weise durchgeführt. Besondere Schwierigkeiten traten nicht auf.

II. Sonderuntersuchungen

Die von der DVA kommenden Produkte wurden weiterhin laufend untersucht. Irgendwelche Besonderheiten traten hierbei nicht auf. Die Veränderung der Zusammensetzung und der Eigenschaften der Produkte der Eisesynthese erfolgt weiterhin kontinuierlich aber langsam.

Bei den Tafelparaffinbestimmungen in den Destillatankontakte noch keine endgültige Klärung herbeigeführt werden. Die Versuche werden fortgesetzt.

Bei den Raffinationsversuchen an Hartparaffin^{en} verschiedener Herkunft konnte ebenso wie in der Paraffinanlage festgestellt werden, daß das Ruhrbenzinprodukt am schlechtesten raffinierbar war. Da es ziemlich sicher ist, daß die Ursache dafür an den in unserem Produkt enthaltenen Anteilen an Extraktionsparaffin, und vielleicht auch an Normaldruckparaffin liegt, wurden Versuche angefangen, um diese Produkte einzeln zu überprüfen, da z.Z. infolge der scharfen Trennung der Fraktionierungsanlage die Möglichkeit dazu besteht.

Von der Dubisanlage wurden Benzinbestimmungen im Spaltgas durchgeführt, die im Mittel 45 g/ m^3 ergaben.

Da z.Z. die Beschaffung von Kahlbaum Normalbenzin außerordentlich schwierig ist, sind verschiedene andere Produkte als

Fällungsmittel für Hartasphalt bei gealterten Schmierölen überprüft worden und zwar wurde neben Kahlbaum Normalbenzin ein hydriertes Primärbenzin im Siedebereich 80-170° verwandt, außerdem Normalheptan und Isooktan. Nach den bisher vorliegenden Ergebnissen wurde in allen Fällen die gleiche Hartasphaltmenge ausgefällt. Die Untersuchungen werden fortgesetzt.

III. Versuchsarbeiten.

1. Abreisstemperatur.

Bei der Firma Feddeler sind zwei Apparaturen inzwischen fertiggestellt worden, die mit unserer Apparatur verglichen wurden. Dabei konnte gefunden werden, daß alle drei Apparate ausgezeichnet übereinstimmen. Sämtliche Punkte der Abreißkurve konnten mit einer Genauigkeit von $\pm 0,5 - 0,6^\circ$ reproduziert werden.

Für den Durchflußmesser wurden besondere Eichkurven aufgestellt, unter Berücksichtigung der sich mit dem spez. Gew. verändernden Durchflußmenge.

2. Hochtemperaturraffination von Benzin

Bei den Untersuchungen der Heeschbenzine mit K 10 Erde wurde gefunden, daß die Maximalerhöhung den aus dem Olefingehalt zu berechneten Werten entsprach.

3. Herstellung von Olefinen aus Paraffin

Die Arbeiten zur Herstellung von Olefinen über Chlorierung und Entchlorung wurden fortgesetzt. Die Arbeiten machen sehr exakte Destillationen erforderlich, sodaß sie sich über eine außerordentlich lange Zeit hinsziehen. Es werden jetzt größere Mengen an chlorierten und entchlorierten C₉-Fraktionen und Kaltpressöl hergestellt, um dann mit einheitlichem Material die Polymerisation zu Schmieröl überprüfen zu können.

4. Oxydation von Paraffinkohlenwasserstoffen

a) Oxydation von höhermolekularen Paraffinen

Die vorgesehenen Versuche im emaillierten 6 Litergefäß konnten nicht in geplanter Weise durchgeführt werden, da die Bamaganlage häufig außer Betrieb war, sodass wir die Betriebsnitrose nicht mit dem genügenden Vordruck zur Verfügung hatten. Infolgedessen konnten auch die Versuche zur Reinigung des Endgases mit Silikagel nicht in der vorgesehenen Art durchgeführt werden. Für die halbtechnische Anlage ergibt sich aus den bisherigen Erfahrungen, über die durch Stromausfälle usw. bedingten Stillstände der Bamaganlage, daß der bisher benutzte Nitroseventilator, der die Nitrose auf einen Druck von ca 800 mm Wassersäule bringt nicht ausreicht, und da der Enddruck konstruktionsmäßig nicht erhöht werden kann, ein zweiter Ventilator erforderlich ist.

Für den Bau der halbtechnischen Anlage konnte weiter die Beschaffung des Kondensats weitgehend geklärt werden. Es steht dazu ein vollwertiges Kondensat am Ventilator Kühler des Säurebetriebs zur Verfügung. Die Befreiung dieses Wassers von Ölresten gelingt durch Filtrierung mit Aktivkohle und die Enteisung durch Wofatit P. Die entsprechenden Apparateteile werden noch beschafft.

Da die vorgesehenen Versuche über die Reinigung des Endgases mit Silikagel, die vor allem die Regenerierfähigkeit klären sollten, nicht durchgeführt werden konnten, mußten die entsprechenden Apparateteile für die halbtechnische Anlage ohne diese Unterlagen bestellt werden. Einige Vorversuche hatten allerdings schon ergeben, daß Wasserdampf prinzipiell geeignet ist, das Silikagel von den aufgenommenen Paraffin- und Fettsäurebestandteilen zu befreien.

b) Dieselöxydation

Die im vorigen Monat kurz erwähnten Versuche über die Oxydation von Dieselöl wurden systematisch fortgesetzt und ver-

schiedene Peroxyde geprüft. Dabei zeigte sich besonders, daß durch den Zusatz von Peroxyden und zwar nicht nur anorganischer Peroxyde, sondern auch organischer, beispielsweise Benzoylsuperoxyd, eine wesentliche Verbesserung der Oxydationswirkung und Ausbeute erzielt werden konnte, wobei besonderer Wert auf die Erhöhung der Ausbeute gelegt werden muß. Berechnet man auf Grund der Annahme, daß das unverseifbare Paraffin nach der Abtrennung mit gleicher Ausbeute, wie das Originalprodukt, oxydiert werden kann, was in einem Fall auch schon nachgewiesen worden ist, so erhält man nach einer von uns abgeleiteten Formel, in der die Ausbeute und der Säureumsatz enthalten sind, die gesamte aus 100 Teilen Dieselöl zu erhaltende Fettsäuremenge. Diese beträgt für eine Oxydation mit Nitrosylschwefelsäure und Nitrose ohne Zusatz von Peroxyden 78% und steigt durch den Zusatz von Peroxyden auf 85 bis 90%, also im Mittel um 10% absolut. Das gleiche gilt auch für die Oxydation von I.G.-Cetan, also einem reinen C₁₆-Kohlenwasserstoff.

o) Untersuchung der Oxydationsprodukte

Die Untersuchung der Oxydationsprodukte erstreckte sich einmal auf die Abtrennung und zweitens auf die Analyse der dabei erhaltenen Fettsäuren. Die Abtrennung wurde einmal versucht mit Hilfe von selektiv wirkenden Lösungsmitteln, die allerdings keine vollständige Trennung in Paraffin und Fettsäuren bewirkten, dafür aber in anderer Weise weitere Möglichkeiten eröffneten, insbesondere dadurch, daß es gelingt, im Rückstand Fettsäuren und Paraffin anzureichern, die außerordentlich hart sind, während der Schmelzpunkt nicht wesentlich höher ist als 85° bei Hartparaffin und nicht wesentlich über 50° bei Tafelparaffin. Die Versuche sollten auf reine Fettsäuren übertragen werden, nachdem die Abtrennung auf anderem Wege beispielsweise durch Extraktion der fettsauren Salze durchgeführt wurde.

Die Analyse der abgetrennten Fettsäuren der Dieselöl-Oxydation ergab mittlere C-Zahlen in der Größenordnung von 15-16. Die Aufspaltung kann also nicht sehr stark sein.

Die Analyse ist aber noch nicht vollständig abgeschlossen. Es sind noch Untersuchungen über den Gehalt an Stickstoff, Oxy Säuren und an Dicarbonsäuren im Gange. Die bisherigen OH-Zahlbestimmungen lassen vermuten, dass der Gehalt an Oxy Säuren sehr gering ist.

d) Herstellung hochmolekularer Ester

Es gelang hochmolekulare Ester im Oxydationsgefäß selbst herzustellen, indem man den Alkohol autropfen läßt. Die erhaltenen Ester haben nur noch außerordentlich geringen Gehalt an freien Säuren. Die Versuche sind noch im Gange, ebenso weitere Versuche über die Reduktion der Säuren in Autoklaven zu Estern und Alkoholen.

e) Emulsionen

Anlässlich einer speziellen Anfrage wurde die Herstellung flüssiger Emulsionen geprüft, wobei sich einerseits herausstellte, daß ^{bestimmte} Alkaliarten bzw. Alkalikonzentrationen für flüssige Emulsionen besonders geeignet sind, andererseits aber, daß auch verschiedene Paraffinarten besser geeignet sind als andere, z.B. läßt sich aus einem etwa zur Hälfte oxydierten Hartparaffin, wesentlich besser eine flüssige Emulsion herstellen, als aus voll ausoxydiertem Paraffin mit nicht oxydiertem Hartwachs vermischt. Diese Versuche sollen bei weiteren Nachfragen von Fall zu Fall weitergeführt werden

Ddr. Herrn Dir. Dr. Hagemann
Herrn Dir. Alberts

Welle