

11. Juli 1941

005881

Sekretariat Hg.	
Eingang:	17. 7. 41
Lfd. Nr.:	983
Beantw.:	

Herrn Prof. Dr. Martin

Betr.: Monatsbericht Juni 1941

I. Betriebsuntersuchungen

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

Die Erniedrigung der Siedekennziffer bei dem Grundbenzin konnte zum Teil wieder aufgehoben werden, da die OZ wieder etwas anstiegen. Die genauen Gründe für die Schwankungen der OZ konnten noch nicht gefunden werden, da sie in keinen klaren Zusammenhang mit der Fahrweise der Großanlage zu bringen waren.

II. Sonderuntersuchungen

Die Gasanalyse ist jetzt soweit ausgebaut, daß beliebige Gase in die einzelnen C-Gruppen mit genügender Genauigkeit aufgeteilt werden können. Sie basiert auf der Hammerich-Kolonne und konnte durch gewisse Veränderungen auch für Gasanalysen ausgebaut werden. Ein Vergleichsversuch mit dem Hauptlabor anlässlich einer Spaltgasuntersuchung in der Dubbsanlage ergab zufriedenstellende Werte.

2. Benzinuntersuchungen

Die Produkte der DVA wurden weiter laufend untersucht. Über die Ergebnisse wird die DVA unterrichtet und eine zusammenfassende Darstellung in gewissen Zeitabständen gegeben. Die Feinfraktionierung von verschiedenen Benzin und Gemischen wurde weiter geführt. Die Genauigkeit der für kleine Mengen noch immer benutzten BV Feinfraktionier-Kolonne ist befriedigend.

Bei laboratoriumsmäßiger Lagerung von Benzin tritt unter Lichteinfluß leicht eine Steigerung des Peroxydgehaltes und damit verbunden eine Erniedrigung der OZ ein. Auf Veranlas-

sung des ZB wurde versucht, ob durch Ausschütteln mit reduzierend wirkenden flüssigen Stoffen z.B. Peroxysulfat der Peroxydgehalt erniedrigt und damit die OZ wieder auf ihre ursprüngliche Höhe gebracht werden kann.

Die Versuche ergaben, daß es grundsätzlich möglich ist, den Peroxydgehalt zu erniedrigen und damit die Oktanzahl wieder zu erhöhen und es gelang auch bei entsprechend vorsichtiger Handhabung, d.h. beim Ausschütteln gut gekühlter Benzine die ursprünglichen OZ wieder voll zu erreichen.

3. Dieselöluntersuchungen

In Zusammenhang mit den im vorigen Monatsbericht erwähnten Untersuchungen über die Abhängigkeit der Korrosion vom Laugungsverhalten wird zur Zeit die Lichtbeständigkeit von Dieselöl geprüft und die durch die Einwirkung des Lichtes hervorgerufene Erhöhung des Peroxydgehaltes genau untersucht.

4. Paraffinuntersuchungen

In Zusammenarbeit mit der Paraffinfabrik wurde untersucht, ob es möglich ist, aus den Destillaten der Vakuumdestillation laboratoriumsmäßig genau den gleichen Gehalt an Tafelparaffin zu ermitteln der in der Paraffinfabrik gefunden wird. Größenordnungsmäßig besteht gute Übereinstimmung, doch sind noch einige weitere Versuche über die Reproduzierbarkeit und das Verhältnis der einzelnen Mischungen von Destillat 1, 2 und 3 erforderlich.

Die Zumischung von Destillat 3 zu Hartwachs zur Erhöhung des Hartwachsausbringens ist möglich in einer Menge von etwa 12 bis 13 %, ohne daß die unter 450° siedenden Anteile über die vorgeschriebene Grenze von 10 % ansteigen. In wie weit durch den Ausfall von Destillat 3 die Tafelparaffinmenge beeinflusst wird, wird in Zusammenhang mit den beschriebenen Tafelparaffinversuchen ausprobiert.

5. Öluntersuchungen

Zur Festlegung der Eigenschaften der Betriebsöle wurden einige Untersuchungen begonnen, um die Eigenschaften der eng geschnittenen Fraktionen der Betriebsöle festzulegen. Die sehr langwierigen Untersuchungen sind noch nicht beendet.

005883

6. Laugungsversuch

Die Untersuchungen des gelaugten Rückstandes oberhalb 320° ist noch nicht abgeschlossen, da die bei der Destillation auftretenden Unregelmäßigkeiten bisher noch nicht aufgeklärt werden konnten.

III. Versuchsarbeiten

1. Abreißtemperatur

Für vergleichende Untersuchungen am Motor wurden verschiedene Benzine hergestellt mit vorgeschriebenen Abreißtemperaturen und in der Apparatur getestet; desgleichen wurden verschiedene Benzine zusammengemischt und getestet um einen Zusammenhang zwischen analytischen Daten und den Abreißkurven zu suchen. Bisher konnte aber ein solcher Zusammenhang zwischen Siededaten und Abreißtemperaturkurven noch nicht gefunden werden.

2. Hochtemperaturraffination von Benzin

Die Versuche mit besonderen Kontakten wurden fortgesetzt und in diesem Zusammenhang Borylphosphat hergestellt, dessen Wirkung aber in der Form, wie es bei uns hergestellt worden war, sich als nicht besser herausstellte, als unsere aktivierte Bleicherde und außerdem verhältnismäßig schnell nachließ.

Die Untersuchung der von der Firma Hoesch gelieferten Benzine auf Maximalerhöhung wurde begonnen. Für diese Untersuchung wurde K 10 Erde benutzt, die in ihrer Maximalwirksamkeit sich nicht wesentlich von Tonsil Optimum unterscheidet, da das neu bezogene Tonsil Optimum infolge seiner schwachen Wirkung für diese Untersuchung nicht herausgezogen werden konnte. Wie im letzten Monatsbericht bereits erwähnt, hatte die letzte Sendung Tonsil Optimum einen besonders schlechte Wirksamkeit und das Produkt wurde deshalb etwas genauer untersucht. Dabei wurde folgendes gefunden: Schon im Aussehen zeigten sich gegenüber den früheren Sendungen Unterschiede, es war gräulich gegenüber der rein weißen Farbe des üblichen Produktes, das Schüttgewicht war bei gleicher Korngröße

(Siebanalyse) deutlich höher (665 gegenüber 517 g/l). Außerdem zerfällt das Produkt mit Wasser, während die früheren Sendungen formbeständig waren. Die chemische Analyse ergänzt diesen Befund der auf schlechten Aufschluß der letzten Sendungen schließen läßt, da in der neuen Sendung sowohl mehr Eisen und Aluminiumoxyd im Verhältnis zu Kieselsäure vorhanden ist und auch beträchtliche Mengen an Kalziumoxyd und Magnesiumoxyd. Einige physikalische Untersuchungen, z.B. die Bestimmung der Benetzungswärme und der aktiven Oberfläche durch Methylenblauaufnahme zeigten keine Unterschiede.

3. Nachprüfung einer Anmeldung der Wilke-Werke

Nach dieser Anmeldung sollten kleine Mengen Aluminiumchlorid, die in bestimmter Weise auf säurebehandelte Bleicherde aufgetragen werden, ganz besondere Wirkung bei der Polymerisation und der Friedel-Kraftschen Synthese haben im Gegensatz zu Aluminiumchlorid, das auf naturaktive Bleicherde aufgetragen war. Bei Nachprüfung wurde gefunden, daß im Gegensatz zu den Angaben der Anmeldung mit Floridin als naturaktive Erde die Friedel-Kraftsche Reaktion zwischen Benzol und Äthylchlorid in Gang gebracht werden konnte. Die andere Angabe des Patentes, daß die Polymerisationswirkung von Aluminiumchlorid auf säurebehandelter Bleicherde, wenn man beispielsweise Spaltbenzin des Syntheseverfahrens darüber leitet, größer ist, als von Aluminiumchlorid auf naturaktiver Bleicherde konnte erwartungsgemäß bei Temperaturen von ca. 150° bestätigt werden, während bei hohen Temperaturen zum Beispiel 250° keine Unterschiede mehr auftreten. Im Einspruch wurde auf diese letzte Tatsache hingewiesen, da in dem Anspruch ganz allgemein die bessere Wirkung der säureaktivierten Erde für die Polymerisation behauptet wurde, wenn Spaltbenzin in Dampf- form (ohne nähere Temperaturangaben) darüber geleitet würde. Falls es nicht möglich sein sollte, das Patent ganz zu Fall zu bringen, wäre es für uns schon wertvoll, wenn es auf Temperaturen von unter 150° beschränkt blieb.

4. Oxydation von Paraffinkohlenwasserstoffen

a) Oxydation von Tafelparaffin und Hartparaffin

Die im vorigen Monat begonnenen Versuche im emaillierten Eisen-

gefäß konnten beendet werden und bestätigten die vermutete zersetzende Wirkung von reinem Eisen, da die Ausbeute wenigstens bei Hartwachs deutlich um 2-3 % auf 90 % anstieg. Auch bei Tafelparaffin scheint das gleiche Ergebnis erzielt worden zu sein, obwohl hier noch keine endgültigen Zahlen vorliegen. Im übrigen bestätigten die Versuche weiterhin, dass eine gute Verteilung zwischen Gas und Flüssigkeit eine wesentliche Voraussetzung für das Gelingen der Umsetzung ist.

b) Oxydation von Dieselöl

Bei der Oxydation von Dieselöl wurden sehr vielversprechende Versuche eingeleitet, bei denen die Oxydationswirkung der Nitrose durch den Zusatz von Peroxyd bzw. Bleidioxyd und Selenidioxyd verbessert wurde. Es konnten dabei über 90 % Ausbeute Produkte erhalten werden, die zu 50 bis 60 % oxydiert waren.

c) Untersuchung der Oxydationsprodukte

Die Abtrennung der unverseifbaren Bestandteile aus den Oxydationsprodukten wurde geprüft und sowohl durch Ausfällung des Paraffins als auch durch Extraktion gute Ergebnisse erzielt. Dabei wurde die Ausfällung mit 2 Produkten vorgenommen, in denen die Fettsäuren löslich sind, z.B. Alkohole und Aceton. Bei der Extraktion der fettsäuren Salze zeigte sich, daß die Einhaltung eines bestimmten PH-Wertes bei der Neutralisierung notwendig ist, um zu verhindern, daß die fettsäuren Salze von den Lösungsmitteln aufgenommen werden.

d) Herstellung hochmolekularer Alkohole und Ester

Zur Herstellung der den erhaltenen Fettsäuren molgleichen Alkohole wurden die Fettsäuren mit milden Reduktionsmitteln im Autoklaven reduziert. Die bisher erhaltenen Ergebnisse sind recht vielversprechend, da z.B. ein Produkt erhalten wurde mit einer NZ von 1,3, einer VZ von 12,8 und einer OH-Zahl 51. Nach diesen Daten besteht es aus Alkoholen und etwa 30-40 % Estern. Die Säure ist bis auf geringe Mengen umgesetzt. Es wurde auch versucht bei dieser Reduktion die Esterstufe zu erreichen, die anscheinend bei Herstellung der Alkohole überschritten wird. Es konnte z.B. ein Produkt erhalten werden

mit einer HZ von 7,5 und einer VZ von 37,5. Die OH-Zahl war niedrig. Die Versuche werden fortgesetzt.

e) Emulsion

Da die Oxydationsprodukte im Glasgefäß und Eisengefäß einige grundsätzliche Unterschiede hinsichtlich der Molsahl der erhaltenen Fettsäuren gezeigt hatten, wurde versucht, ob sich diese Unterschiede auch in der emulgierenden Wirkung auffinden lassen und dazu einige systematische Versuche angesetzt. Unterschiede konnten allerdings hierbei nicht gefunden werden. Dagegen wurden unsere früheren Beobachtungen bestätigt, dass es mit Hartparaffinfettsäuren möglich ist, Hartparaffin im Verhältnis 1:2 bis 1:3 zu emulgieren, während die Tafelparaffinfettsäuren eine wesentlich größere Menge Hartwachs emulgieren können und zwar bis zum Verhältnis etwa 1:10.

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

