13. März 1941

Sekretariat Hg.	
Eingang:	14.3.1941
lfd. Nr.:	4079
Beauftragter:	

Herrn Prof. Dr. Martin!

Betr.: Monatsbericht Februar 1941

I. Betriebsuntersuchungen

Die Betriebsuntersuchungen wurden in der üblichen Weise durchgeführt. Besondere Schwierigkeiten traten nicht auf. Auch die Versandprodukte hielten sich innerhalb der gewünschten Bedingungen, sodaß keinerlei Beanstandungen auftraten.

II. Sonderuntersuchungen

1. Paraffinuntersuchungen

Im Februar wurden nur die Paraffine aus den Produkten der DVA laufend untersucht. Über die Ergebnisse wird wie üblich zusammenfassend berichtet.

2. Schmieröluntersuchungen

Die Versuche mit der neuen Chlorbestimmungsapparatur wurden fortgesetzt.

Die von der Donauchemie gelieferte Bleicherde LL und VL wurde auf ihre Wirksamkeit für Ölbleichung geprüft, die keine Unterschiede zeigte gegenüber dem bisher benutzten Tensil.

3. Benzinuntersuchungen

Die Produkte der DVA wurden weiter laufend untersucht. Über die Ergebnisse bis Ende Dezember ist inzwischen ein Bericht herausgegangen.

4. Laugungsversuche

Bei Fortsetzung der Laugungsversuche konnte durch Zusatz von größeren Mengen Kochsals die Emulsionsbildung verhindert werden. Die angewandte Lauge enthielt 10 % NaOH und 15 % NaCl. Der Grund für das günstige Verhalten der kochsalzhaltigen Lauge liegt vermutlich darin, daß die fett-

sauren Salze wesentlich besser abgeschieden werden. Es ist auch deutlich zu sehen, daß die Zwischenschicht zwischen Lauge und Öl größer war als in den anderen Fällen.

Ein nochmaliger Versuch mit 10 %iger Natronlauge ohne Kochsalzzusatz führte wieder nach geringer Anreicherung mit Fettsäuren zu starker Emulsionsbildung. Zur Zeit läuft ein Versuch mit 5 %iger Natronlauge.

III. Versuchsarbeiten

1. Abreißtemperatur

In Fortsetzung der Arbeiten wurden aus Primärbenzinen Mischungen mit gleicher KZ und gleichem Dampfdruck hergestellt, um zu überprüfen, ob die Abreißtemperaturkurven nur durch KZ und Dampfdruck beeinflusst werden. Diese Versuche sind noch nicht restlos abgeschlossen.

2. Bleicherdenbehandlung von Benzinen

Die erste Serie der Dauerversuche ist inzwischen abgeschlossen worden bei 100 l Benzin/kg Bleicherde und ergab die deutlich Überlegenheit von Tonsil Optimum gegenüber K 10 und Granosil. Die mittlere Oktanzahl beträgt für Tonsil Optimum 64,8, für K 10 62,2 und für Granosil 59,4 bei einer Ausgangsoktanzahl des Benzins von 43 und einer Maximaloktanzahl von 72 für Tonsil Optimum, 75 für K 10 und 69,4 für Granosil. Die Erden werden jetzt extrahiert und ausgedampft und sollen dann noch einmal angefahren werden.

Einige Versuche mit anderen Kontakten ergaben, wie auch schon im vorigen Monatsbericht angegeben, keine Verbesserung. Untersucht wurden Silikagel mit einem Zusatz von 10 % Aluminiumbromid und eine Bleicherde "Priensil". Silikagel mit Aluminiumbromid war deutlich schlechter als Granosil. Priensil ist etwa so gut wie Granosil, also schlechter als das bisher beste Tonsil Optimum.

3. Herstellung von Heißdampfzylinderöl aus Turbinenöl über Chlorierung und Polymerisation

Als Einsatzprodukt wurde ein Beropöl HTK mit einer V_{50} von 4,47 benutzt. Dieses Öl zeigte wie schon im vorigen Monatsbericht angegeben, bei steigender Chlorierung.

005910

eine Zunahme der V_{50} , die bei Entchlörung zu einer weiteren Steigerung der Viskosität führte, sodaß Öle mit einer V_{50} von 60 und darüber resultierten. Die Polymerisation der, Entchlörten Öle ergab keinen weiteren Anstieg in der Polymerisation. Daher wurde versucht, die chlorierten Produkte mit Aluminiumchlorid unter Zusatz von Aluminiumgrieß zu polymerisieren und dann die Entchlörung durchzuführen. Mit einem ursprünglichen Chlorgehalt von 20 % und 22,7 % gelang es auf diesem Wege Öle herzustellen mit einer V_{50} von 60 und 110 und einer V_{100} von 4,8 und 7,8. Allerdings war der Chlorgehalt in den nachentchlörten Ölen zwischen 2,3 und 1,5 %. Die Versuche werden sowohl nach dieser Richtung, als auch nach der in dem vorigen Monatsbericht angegeben, d. h. über Hydrierung der entchlörten Produkte weitergeführt.

4. Herstellung von olefinreichen Produkten aus olefinfreiem Primärbenzin über Chlorierung

Es wurde die Möglichkeit geprüft, durch Chlorierung einer Schwerbenzinfraction mit anschließender thermischer Entchlörung zu hocholefinischen Produkten zu gelangen. Die bisherigen Versuche ergaben, daß man zu recht hohen Olefingehalten in der Größenordnung von 60 % und darüber kommen kann, ohne bei der thermischen Entchlörung mit wesentlichen Gasverlusten durch Aufspaltung rechnen zu müssen. Zur Zeit wird festgestellt, wie sich die so hergestellten Olefine bei der Polymerisation verhalten.

5. Paraffinoxydation

Bei Weiterführung der Versuche gelang es auch beim Tafelparaffin zu reproduzierbaren Verhältnissen zu gelangen und mit 15 stündiger Versuchsdauer, Oxydationsprodukte mit einer NZ von etwa 85 zu erhalten. Die Ausbeute betrug hierbei etwa 88 bis 90 %. Eine direkte Weiterführung der Oxydation durch Verlängerung der Oxydationszeit ist nicht möglich, da hierbei offensichtlich eine sehr starke Spaltung unter Kohlensäurebildung eintritt. Anscheinend werden die primär gebildeten Säuren zum Teil wieder abgebaut. Jedenfalls ergab ein 24 Stundenversuch ein Oxydationsprodukt mit einer NZ von etwa 110 bis 120 mit nur 55 bis 65 % Ausbeute. Da es also auf diesem Wege offensichtlich nicht möglich ist, zu voll

005911

ausoxydierten Produkten zu kommen, wurden folgende Fragen geprüft:

- a) Ist diese Abtrennung für die Verwendung als Emulgator erforderlich?
- b) Kann man die unverseifbaren Anteile aus dem Oxydationsprodukt abtrennen?

zu a) Die Untersuchung der Oxydationsprodukte mit einer NZ von 85 als Emulgator ergab, daß es möglich ist, mit einem Zusatz von 10 % zu der Wachskomposition auszukommen, d.h. also stabile Emulsionen folgender Zusammensetzung herzustellen:

2,5 Teile Tafelparaffinoxidationsprodukt, 22,5 Teile Hartwachs, ca. 0,2 Teile Kaliumcarbonat, 75 Teile Wasser.

zu b) Für die Verwendung als Emulgator würde sich also eine Abtrennung der unverseifbaren Bestandteile erübrigen. Sie wurde trotzdem versucht, um festzustellen, ob die herzustellenden reinen Fettsäuren ganz besondere Eigenschaften aufweisen, außerdem ist es aus theoretischen Interesse von Bedeutung, das Molegewicht der oxydierten Produkte zu kennen. Die Abtrennung durch Verseifung führte wie schon im vorigen Monatsbericht erwähnt, im günstigsten Fall zu Produkten mit einer NZ von etwa 120, während die nachfolgende Extraktion, die durch die starke Löslichkeit auch der fettsauren Salze erschwert wurde, Fettsäuren mit einer NZ in der Größenordnung von 150 bis 160 ergab. Die Versuche werden fortgesetzt.

Ein Versuch mit einem noch niedriger siedenden Material als Tafelparaffin, das einen Siedeberich von 200 bis 360° hatte, ergab, daß die Oxydation auf dem beim Tafelparaffin und Hartparaffin erfolgreichen Wege nicht möglich ist. Es ist daher beabsichtigt, nochmals in kleinerem Maßstabe die Versuche, diese niedriger molekularen Produkte zu oxydieren, durchzuführen, unter Variation der Versuchsbedingungen wie Temperatur, Druck, Nitroskonzentration usw.

Nach Klarstellung der Verhältnisse mit Tafelparaffin wurde

305912

der schon erwähnte Eisenbehälter der eine Charge von 6 kg Paraffin zulässt, in Betrieb genommen. Die ersten Versuche mit Hartparaffin ergaben, daß der bisherige große Gasverbrauch von etwa 800 bis 1000 l Nitrose/kg Paraffin nicht verringert werden kann. Die Versuche nach dieser Richtung hin sind noch nicht vollständig abgeschlossen. Es hat sich jedenfalls bisher gezeigt, daß auch im Eisentopf grundsätzlich die Oxydation auf dem gleichen Wege möglich ist, wie bisher in Glasgefäßen. Ein Zusatz von Sauerstoff scheint für die Oxydationsgeschwindigkeit günstig zu sein.

Die bisher durchgeführten Stickoxydbestimmungen ergaben im Eintrittsgas eine Konzentration von etwa 8 bis 9 %, die sich im Endgas auf etwa 6 % verringert. Die wirkliche Größe der Stickoxydverluste läßt sich erst errechnen, wenn der Stickstoffgehalt der Restsäure und des Kondensates vollkommen klar ist, an deren Untersuchung zur Zeit gearbeitet wird.

Der CO_2 -Gehalt des Endgases liegt, wie schon im letzten Monatsbericht angegeben, zwischen 0,5 und 0,8 %, entsprechend etwa 5 bis 6 % des Ausgangsmaterials.

Besonders schwerwiegende Korrosion¹⁴ konnte bisher an dem Eisengefäß nicht beobachtet werden, doch wird diese Frage bearbeitet und es sollen jetzt auch besondere Korrosionsversuche angesetzt werden.

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