

BL. II V/Wk

17. Januar 1941

005918

Sekretariat Hg.	
Eingang:	22.1.1941
Lfd. Nr.:	43 Hg
Beantw.:	Hg

Herrn Prof. Dr. Martini

Betr.: Monatsbericht Dezember 1940

I. Betriebsuntersuchungen

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

Die Aschebestimmungen in den Ofenparaffinen und dem Vakuumrückstand der Paraffinfabrik wurden weiter durchgeführt, es traten jedoch keine abnormalen Werte auf. Für die Paraffinfabrik wurden außerdem noch laufend Raffinationsversuche an dem Rückstand der Vakuumdestillation durchgeführt, um ein größeres Zahlenmaterial über die Veränderungen der Raffinationsfähigkeit der Hartparaffine zu erhalten. Außerdem wurden die verbrauchten Tonsilmengen laufend extrahiert zur Bestimmung des zurückgebliebenen Paraffins. Über die Ergebnisse wird an anderer Stelle berichtet.

Die Apparatur zur Bestimmung des Benzingerhaltes im Dubbspaltgas wurde in Betrieb gehalten. An der Aktivkohle sind noch keine Schwierigkeiten aufgetreten.

II. Sonderuntersuchungen

1. Paraffinuntersuchungen

Außer einigen Spezialuntersuchungen von Sonderproben wurden wöchentlich einmal die Paraffine der DVA untersucht und Tafelparaffin- und Hartparaffinmenge bestimmt und auf die Eigenschaften der Produkte untersucht.

Die ersten Raffinationsproben des Rückstandes der Vakuumdestillation wurden mit den entsprechenden Einsätzen der Paraffinfabrik verglichen, dabei stellte sich heraus, daß prinzipiell die Ergebnisse der Laborraffinationen mit denen des Betriebes übereinstimmen, sodaß es in Zukunft möglich ist, evtl. auftretende Schwierigkeiten auch im Laboratorium

005919

zu erkennen. Die Versuche werden fortgesetzt um weiteres Zahlenmaterial zu sammeln und die unter Umständen plötzlich auftretenden Verschlechterungen der Hartparaffine auf ihre Ursachen untersuchen zu können.

## 2. Schmieröluntersuchungen

Für die Chlorbestimmungen im Schmieröl wurde eine neue Apparatur entwickelt, die es gestattet, beliebige Mengen einer Flüssigkeit zu verbrennen. Der Einsatz wird nicht mehr ausgewogen, sondern an einer Bürette volumetrisch gemessen. Die Apparatur ist besonders geeignet für Bestimmungen von ganz kleinen Mengen Chlor oder Schwefel.

Einige Spezialöle wurden hergestellt und untersucht.

## 3. Bensenuntersuchungen

Jede Woche einmal wurde eine Probe des Ofen 10 der DVA untersucht. Ein Bericht über die Ergebnisse vom 15.11. bis zum 21.12. ist in Vorbereitung.

Die Untersuchung der im Faßlager eingelagerten Benzins wurde beendet. Ein zusammenfassender Bericht hierüber mit tabellarischer Zusammenstellung der Ergebnisse ist in Vorbereitung.

## 4. Gasoluntersuchungen

An der Polymeranlage wurde zweimal der Umsatz kontrolliert. Über die Ergebnisse ist bereits berichtet.

Seit Anfang Dezember werden von den Öfen der DVA im A.K.-Benzin Gasolbestimmungen durchgeführt, die in der neuen Zusammenstellung erscheinen werden.

Für die Dubbsanlage wurde an 2 Tagen der  $C_5$ -Gehalt im Spaltbenzin aus R3 und im Kühlbenzin bestimmt. Es wurde gefunden, daß auch bei einer Abscheidungstemperatur von  $100^\circ$  im R3-Benzin noch erhebliche Anteile an  $C_5$  enthalten sind. Über die Ergebnisse ist bereits berichtet.

Durchschrift

005920

### III. Versuchsarbeiten

#### 1. Abreistemperatur

Die Arbeiten an der neu angelieferten Apparatur wurden fortgesetzt und noch einige Vereinfachungen durchgeführt, die an den Ergebnissen grundsätzlich nichts ändern, so daß die Vergleiche mit der alten Apparatur nach wie vor zufriedenstellend sind.

#### 2. Paraffinoxydation

##### a) Oxydation mit Chromschwefelsäure

Als vorläufiger Abschluß der Versuche wurde untersucht wie sich verschieden hohe Chlorierungen bei einem Hartparaffin auswirken. Der geringste Chlorgehalt lag bei 3,8 %, der höchste bei 14,6 %, entsprechend etwa 75 % und ~ 300 % auf Monochlorprodukte gerechnet. Die Entchlorung wurde thermisch bei 320° durchgeführt und ergab Restchlorgehalte in der Größenordnung von 0,3 bis 0,8 %. Aus den in den entchlornten Produkten bestimmten Jodzahlen wurde der Olefingehalt berechnet, unter der Annahme, daß sich das Molekulargewicht gegenüber dem Einsatzmaterial nicht verändert hatte. Es ergaben sich daraus Olefingehalte von 55 bis 165 %, also im Mittel etwas mehr als die Hälfte der rechnerisch als Monochlorprodukte vorliegenden Anteile. Die Oxydation wurde in üblicher Weise vorgenommen und führte zu Endprodukten mit NZ zwischen 40 und 108 bei VZ zwischen 50 und 122. Allerdings ist im letzten Fall der Olefingehalt noch nicht restlos verbraucht, da die Jodzahl im Endprodukt noch bei 9 lag. Da eine 100 %ige Oxydation ungefähr einer VZ von 85 entspricht, müßte in dem niedrigst chlorierten Anteil mit einer VZ von 50 etwa 40 % Unverseifbares enthalten sein. Gefunden wurde 30 %.

Die Versuche werden vorläufig nicht weitergeführt, da die Nitrosooxydation unter ungleich günstigeren Voraussetzungen zu den gleichen Endprodukten führt. Ein Bericht über die Ergebnisse der Chromsäureoxydation ist in Vorbereitung.

5921

**b) Oxydation mit Nitrosylschwefelsäure-Nitrose**

Die Versuche wurden soweit vorgetrieben, daß Anfang Januar mit den Arbeiten im Säurebetrieb unter Verwendung des nitroschaltigen Gases der Ammoniakoxydation begonnen werden konnte. Die letzten Ergebnisse aus Dezember sind folgende:

- b<sub>1</sub>) Verringerung der Menge an Nitrosylschwefelsäure:  
Verdoppelung der bisherigen Menge ist ohne Einfluß auf die Oxydation
- b<sub>2</sub>) Verringerung der Stickoxydkonzentration:  
Verringerung des Oxydationswirkungsgrades
- b<sub>3</sub>) Erhöhung der Nitrosmenge:  
Verbesserung der Oxydationswirkung, sodaß die Verringerung der Konzentration ausgeglichen werden kann.
- b<sub>4</sub>) Einfluß der Temperatur:  
Erhöhung der Temperatur über 125° auf 130 bis 140° ergibt deutliche Verschlechterung des Oxydationswirkungsgrades. Verringerung der Temperatur unter 120° ist bei Hartparaffin kaum möglich, bei Tafelparaffin wird der Einfluß einer weiteren Temperaturveränderung noch geprüft.
- b<sub>5</sub>) Stickstoffgehalt:  
Die Bestimmungen ergaben Stickstoffgehalte in den gewaschenen Produkten zwischen 0,4 - 0,8 % gegenüber mehr als 3 % Stickstoff in den nach den Angaben der Literatur durch reine Nitroseoxydation hergestellte Fettsäuren.

Emulsionsversuche ergaben die gute Verwertbarkeit der Produkte.

Ein Versuch zur Oxydation mit Nitrose in Gegenwart von Phosphorsäure ergab die deutliche Unterlegenheit von Phosphorsäure gegenüber der Nitrosylschwefelsäure. Das Endprodukt hatte eine NZ von 9 und eine VZ von 30 gegenüber einer NZ von ungefähr 40 und einer VZ von 45 bei einer Oxydation unter gleichen Bedingungen mit Nitrosylschwefelsäure.

**3. Bleicherdenbehandlung von Benzinen**

Von der Firma Hoesch wurde uns ein Spaltbenzin mit etwa

Durchschrift

005922

50 % Olefinen zur Verfügung gestellt, das auf seine Verwertbarkeit bei der Bleicherdenbehandlung geprüft werden sollte. Die Ergebnisse sind genau so, wie sie auf Grund des Olefingehaltes zu erwarten waren. Im Originalprodukt stieg die Oktanzahl von 43 auf etwa 58 und bei dem auf eine Kennziffer von 115 geschnittenen Raffinat betrug die Oktanzahl 64,9 gegenüber 65 auf Grund der Kurve.

Die Patentvergleichsversuche wurden beendet und die Ergebnisse entsprechend verwertet.

4. Destillative Spaltung eines über Eisenkontakt hergestellten Paraffins

Ein aus der DVA stammendes Produkt das im Ofen 11 über Eisenkontakt hergestellt worden war, wurde in der schon früher üblichen Weise destillativ gespalten. Die Ergebnisse sind nicht ganz so günstig, wie bei den Kobaltparaffinen, da vor allen Dingen bei der Druckdestillation bei 3 atü größere Gas- und Benzinnengen gebildet werden. Insgesamt werden aus 100 Teilen oberhalb 320° siedenden Paraffins folgende Produkte gebildet:

Benzin bis 115°	14,5 Gew.%
150 - 180°	6,3 "
180 - 320°	63,9 "
Gas	13,5 "
koksartiger Rückstand	1,8 "

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

