

21. Oktober 1940 005932

Sekretariat Hg.	
Eingang:	22. 10. 1940
Lfd. Nr.:	893
Beantw.:	/

Herrn Prof. Dr. Martin!

Betr.: Monatsbericht September 1940

I. Betriebsuntersuchungen

Die Betriebsuntersuchungen wurden in der üblichen Weise durchgeführt. Besondere Schwierigkeiten traten nicht auf. Insbesondere konnten wie im Vormonat die bei den Versandprodukten vorgesehenen Bedingungen bezüglich OZ usw. eingehalten werden, da infolge der Stapelung von Polymerbenzin stets genügend Mengen zur Aufbesserung des Primärbenzins zur Verfügung standen.

II. Sonderuntersuchungen

1. Paraffinuntersuchungen

Die Versuche zur Herstellung von Hartwachs üblicher Qualität aus dem Rückstand der Vakuumdestillation mittels Hydrierung hatten folgendes Ergebnis:

Bei Anwendung von 10 %igem Nickelkontakt tritt bei 150° und Durchleiten von Stickstoff-Wasserstoff unter Normaldruck bereits Aufhellung des Paraffins ein. Bei 150° und 5 atü ist das Paraffin schon fast weiß und bei 200° und 10 atü ist kaum ein Unterschied gegenüber normal raffiniertem Hartwachs festzustellen.

Eine Probe Kontaktparaffin von Rheinpreußen wurde auf ihre Eigenschaften geprüft, insbesondere Siedeverhalten, Weichparaffingehalt. Dabei wurde gefunden, daß das Kontaktparaffin sich im Siedeverhalten nicht grundsätzlich von unserem Hartwachs unterscheidet, dagegen ist der Weichparaffingehalt wesentlich höher. Nach der Chloroform/Acetonmethode findet man 36 % und nach der Normalbenzinmethode 62 %. Allerdings ist die Härte des Rückstandes bei der Normalbenzinmethode wesentlich höher als bei unserem Hartwachs, während nach der

005933

Chloroform/Acetonmethode ein Rückstand anfällt, der ungefähr mit unserem Hartwachs identisch ist.

2. Entsäuerung der oberen Schicht aus der Schmierölanlage

Die entchlorte obere Schicht hat eine NZ in der Größenordnung von 0,1. Ihr Restchlorgehalt ist noch so hoch, daß merkliche Korrosionen bei der Atmosphärendestillation auftreten. Die Versuche gehen zunächst dahin, ob durch eine Entsäuerung eine Verringerung des Restchlorgehaltes zu erzielen ist. Nach den bisherigen Ergebnissen scheint der Restchlorgehalt durch praktisch restlose Entsäuerung nur um 30 % abzunehmen.

3. Untersuchungen an der Polymeranlage

Die Untersuchungen des Gasolumsatzes an der Polymeranlage werden jetzt häufiger durchgeführt, um die Wirkung der Einzelreaktoren zu bestimmen. Bei allen Untersuchungen zeigt sich wieder, daß Propylen besser umgesetzt wird als Butylen.

4. Untersuchung verschiedener Benzine

Die Untersuchung der Produkte der DVA wurden laufend weitergeführt. Ein zusammenfassender Bericht über Eigenschaften der Produkte und ihre Aufteilung ist in Vorbereitung.

III. Versuchsarbeiten

1. Abreißtemperatur

Die an der Apparatur aufgestellten Abreißtemperaturkurven befinden sich in recht guter Übereinstimmung mit den entsprechenden Kurven am Motor. Folgende Veränderliche müssen bei einem Vergleich von Einzelkurven beachtet werden:

1. Benzin
2. Pumpe
3. Drehzahl
4. Verbrauch

Es hat sich wieder gezeigt, daß die Art der Aufheizung für die Abreißtemperatur ohne Bedeutung ist.

Eine ganz allgemeine Gesetzmäßigkeit, die sämtliche Verän-

005934

derlichen für ein bestimmtes Benzin in sich vereinigt, wird sich wahrscheinlich nicht aufstellen lassen, da bei ganz hohen Verbräuchen und teilweise auch bei ganz kleinen Verbräuchen Abweichungen von dem normalen Kurvenverlauf auftreten.

2. Herstellung hochmolekularer Fettsäuren

a) Chlorierung

Bei der Chlorierung wurden einige Werkstoffprüfungen durchgeführt, die zeigten, daß man besonders gut darauf achten muß, jede Spur Feuchtigkeit auszuschließen, da sonst sehr starke Korrosionen auftreten. Infolge der Bildung von Dichloriden (?) müssen zur vollständigen Chlorierung sämtlicher Kohlenwasserstoffe etwa 30 % mehr Chlor eingeleitet werden, als dem Mol-Gewicht entspricht.

b) Dechlorierung

Die thermische Entchlorung läßt sich bei allen paraffinischen Produkten einschließlich des Kaltpreßöls in der Rohrschlange bei 320° durchführen bis zu einem Chlorgehalt von etwa 0,6 bis 0,9 %. Sollte eine noch weitergehende Verringerung des Chlorgehaltes notwendig sein, so müßte eine chemische Entchlorung angefügt werden, mit der wir zur Zeit beschäftigt sind unter Verwendung von Zinkoxyd- Tonsil und Kalziumoxyd.

c) Oxydation der olefinischen Produkte

Die Oxydation mit Chromschwefelsäure läßt sich grundsätzlich mit den olefinischen Produkten sämtlicher oberhalb 320° siedenden Anteile des Primärproduktes durchführen. Dabei ist die Hghe der NZ, d.h. die Menge an Fettsäuren von dem Olefingehalt des Ausgangsmaterials abhängig. Von den nicht olefinisierten Anteilen werden die ganz hochmolekularen des Hartwachses z.T. noch mit oxydiert, während die paraffinischen Kohlenwasserstoffe im Tafelparaffin und vor allem im Kaltpreßöl fast unverändert bleiben. Bei Verringerung der Säurekonzentration von 55 % auf 50 bzw. 40 % steigt die Oxydationsausbeute, gemessen an der IZ des entsprechenden Endproduktes an. Allerdings muß die Oxydationszeit dazu verlängert werden. Ob durch eine Temperaturerhöhung wider eine Verkürzung der

005935

Oxydationszeit erzielt werden kann, ist noch nicht restlos klar. Die Ausbeute bei der Oxydation liegt in der Größenordnung von 85 %.

d) Direkte Oxydation verschiedener Primärparaffine

Die direkte Oxydation von Paraffin, das von der Synthese her bereits einen gewissen Prozentsatz von Olefinen enthält, wurde mit Erfolg durchgeführt. Man erhält beispielsweise aus Hartparaffin der Eisensynthese oder Hartparaffin aus der Wassergassynthese mit Kobaltkontakten durch zweimalige Oxydation mit Chromschwefelsäure, Produkte deren NZ zwischen 30 und 40 liegt und sich bei Zusatz von Kalium-Karbonat und Wasser direkt emulgieren lassen. Die direkte Oxydation von Hartwachs mit einer Jodzahl in der Größenordnung von 1 bis 2 ergibt im Gegensatz zu den eben genannten Produkten, deren Jodzahl zwischen 6 und 8 lag, erst nach viermaliger Oxydation Produkte deren NZ genügend hoch ist, um stabile Emulsionen zu gewährleisten.

c) Emulsionen

Die Emulsionsbildung zwischen Hartwachs und den Sulfonaten aus den Produkten der Oxo-Synthese lassen sich nicht so gut wie die seifenartigen Emulsionen allein durch Rühren herstellen, sondern man muß die Zerkleinerung des Materials mit Hilfe einer Emulgiermaschine vornehmen. Die dabei entstehenden Emulsionen sind flüssig, halbflüssig oder pastenförmig, d.h. nicht so fest wie die aus Fettsäuresalzen.

Die aus den Produkten der Oxo-Synthese und zur Verfügung gestellten Fettsäuren im C-Bereich 20 bis 24 eignen sich gut zur Emulgierung von Hartwachs. Man kann stabile Emulsionen herstellen, bei denen die Wachskomponente aus 20 % derartiger Fettsäuren und 80 % Hartwachs besteht. Ob diese Emulsionen allerdings schon direkt Bohnermassen darstellen, ohne den Zusatz ganz hochmolekularer Fettsäuren, muß noch festgestellt werden.

Wie oben bereits erwähnt, ließen sich die durch direkte Oxy-

995936

dation von olefinischem Paraffin hergestellten Produkte aus der Eisensynthese bzw. Kobaltwassergas-Synthese sehr gut auf stabile Emulsionen verarbeiten.

Einige Versuche mit reinen Produkten ergaben, daß die Fettsäuren zwischen etwa C_{17} , C_{18} bis etwa C_{30} besonders gut zur Emulsionsbildung geeignet sind. Die ungesättigten Säuren des gleichen C-Zahlbereichs sind nicht ganz so gut. Niedrigmolekulare Fettsäuren stören direkt die Emulsionsbildung. Desgleichen scheinen Chlorparaffine die Emulsionsbildung zu verhindern. (daher unsere Versuche zur restlosen Entchlorung der Chlorprodukte)

Die emulgierende Wirkung unserer aus dem Tafelparaffin und dem Kaltpreßöl hergestellten Fettsäuren ist noch nicht ganz befriedigend. Wir sind zur Zeit damit beschäftigt durch Ausmerzen der bereits erkannten Fehler die Qualität zu verbessern.

f) Oxydation mit Salpetersäure

Die Versuche zur Oxydation mit Salpetersäure wurden ebenfalls aufgenommen. Schon die ersten Versuche zeigten, daß schon 50 %ige Salpetersäure mit Hartwachs und den aus Hartwachs hergestellten Olefinen unter Bildung von Fettsäuren reagiert. Daneben entstehen aber auch sehr viele Esterartige Produkte, vermutlich direkt Salpetersäureester. Außerdem scheint die Salpetersäure bei der Oxydation stärker spaltend auf das Paraffin einzuwirken, als die Chromschwefelsäure. Ein Hauptproblem bei der Salpetersäureoxydation ist die Nachverarbeitung der Rohprodukte, die verseift und unter Umständen sogar hydriert werden müssen, da bei der Verseifung aus den bei der Oxydation als Nebenprodukte entstehenden Oxy Säuren, ungesättigte Fettsäuren gebildet werden, deren Emulsionskraft (s.o.) nicht so gut ist wie die der gesättigten Fettsäuren.

Da die Oxydation mit Hilfe von Salpetersäure anscheinend durch die entstehenden Stickoxyde besonders begünstigt wird, sind wir zur Zeit beschäftigt, Oxydationen mit Stickoxyden vorzu-

005937

bereiten.

3. Bleicherdenbehandlung von Benzin

Mit der Erde K 10 der Donau-Chemie wurde ein Dauerversuch durchgeführt, wobei gleichzeitig an einem Parallelversuch der Einfluß einer kontinuierlichen Wasserdampfzugabe (10 %) geprüft wurde. Ein Einfluß des Wasserdampfes war nicht zu erkennen, außerdem war die Dauerwirksamkeit der Erde K 10 nicht ganz so gut wie die von Granosil und Tonsiloptimum. Doch soll noch ein weiterer Versuch durchgeführt werden, bei dem K 10 direkt mit Granosil und Tonsiloptimum parallel geprüft wird. Außerdem sollen die Versuche zur Erhöhung der isomerisierenden Wirkung der Bleicherde durch Zusatz von Borylphosphat nochmals aufgenommen werden.

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

Kunw