

, den 16. September 1940

V/Wk

Herrn Prof. Dr. Martin

Betr.: Monatsbericht August 1940

Sekretariat Hg.	
Eingang:	19. 9. 1940
Lfd. Nr.:	798
Beantw.:	<i>[Signature]</i>

I. Betriebsuntersuchungen

Die Betriebsuntersuchungen wurden in der üblichen Weise durchgeführt. Besondere Schwierigkeiten traten nicht auf. Insbesondere konnten die bei den Versandprodukten vorgesehenen Bedingungen bezüglich OZ usw. eingehalten werden, da die Spaltanlage eine lange Laufzeit hatte und infolgedessen genügend Polymerbenzin zur Aufbesserung unseres Primärbensins zur Verfügung stand.

Die Verringerung des Kohlenoxydwasserstoffverhältnisses bei der Mitteldrucksynthese ergab bei den A.K. Bensinen eine Erhöhung des Olefingehaltes auf 30 bis 35 %. Eine Verbesserung der OZ konnte trotz des höheren Olefingehaltes nicht eindeutig festgestellt werden, in Übereinstimmung mit früheren Beobachtungen, aus denen hervorgeht, daß geringe Änderungen im Olefingehalt nur geringfügige Veränderungen der OZ zur Folge haben.

II. Sonderuntersuchungen

1. Paraffinuntersuchungen

In der Paraffinanlage wurden sämtliche Zwischenprodukte an einem Tag gezogen, um den Siedeschnitt der drei Kolonnen zu kontrollieren. Die Fraktionierwirkung der drei Vakuumkolonnen ist nicht besonders günstig, da sich Destillat und Rückstand um 15 bis 20 % überschneiden. Die gemessenen Temperaturen stimmten mit dem aus den Siedeanalysen gefundenen Siedeschnitt nicht überein; für Ofen 3 wird n.B. 445° gemessen, während sich auf Grund des Siedeschnittes etwa 475° ergibt. Die Untersuchung soll gelegentlich noch einmal

005939

wiederholt werden, um die erhaltenen Ergebnisse zu bestätigen.

2. Untersuchung verschiedener Bensine

Die Produkte der einzelnen Öfen der Druckversuchsanlage wurden mehrfach untersucht zur Bestimmung der Eigenschaften von Benzin, Dieselöl und Paraffin, wobei besonderer Wert auf die Ermittlung des Olefingehaltes in den einzelnen Fraktionen gelegt wurde. In diesem Zusammenhang wurden auch verschiedene Eisenbensine geprüft. Die Untersuchungen sind jetzt abgeschlossen und sollen zusammengefaßt herausgegeben werden.

3. Untersuchung verschiedener Bleicherden

Bei Untersuchung einiger Bleicherden mit wechselndem Wassergehalt auf die Raffinationswirkung von Paraffin wurde gefunden, daß die Bleicherde mit dem höchsten Wassergehalt die beste Raffinationswirkung hatte. Dieses Ergebnis ist recht interessant im Hinblick auf die Wirkung der Bleicherden auf Benzin und soll deswegen noch weiter verfolgt werden.

III. Versuchsarbeiten

1. Abreißtemperatur

Bei Vergleichsversuchen zwischen Motor und Apparatur wurde gefunden, daß auch bei der Apparatur die gleiche Abhängigkeit von der Drehzahl besteht wie am Motor, d.h., Erhöhung der Abreißtemperatur bei höherer Drehzahl für gleichen Benzinverbrauch. Eine Sichtung des jetzt vorliegenden Versuchsmaterials soll zur Aufstellung einer allgemeinen Gesetzmäßigkeit über die Abreißtemperaturkurven benutzt werden.

2. Herstellung hochmolekularer Fettsäuren

Die Herstellung hochmolekularer Fettsäuren wurde in etwas größerem Umfang als bisher vorgenommen. Insbesondere wurde versucht, möglichst alle Einzeloperationen in Metallgefäßen durchzuführen; nur für die Chlorierung blieben wir bei dem bisherigen Glasgefäß.

005940

Die Ergebnisse der bisherigen Reihenversuche sind folgende:

a) Chlorierung

Die Chlorierung macht keine Schwierigkeiten. Bei Hartwachs können beinahe 20 % Chlor aufgenommen werden und ergeben ein weiches Material.

b) Dechlorierung

Die Entchlorung von Hartwachs wurde in einer Eisenschlange vorgenommen von etwa 500 - 600 cm³, in der stündlich 150 bis 200 g entchlort werden konnten. Bei diesen Versuchen wird auf die Korrosionsbeständigkeit des benutzten Materials geachtet. Zur Zeit wird noch zur Verstärkung eines evtl. Chlorangriffe mit der Rohrschlange gearbeitet, sie soll dann nach einiger Benutzungszeit aufgeschnitten und untersucht werden. Die Entchlorung bis auf 0,5 und 0,8 % bereitet bei den verschiedenen paraffinischen Produkten keine Schwierigkeiten und führt zu immer weicheren Produkten je höher die Jodzahl des entchlorten Materials ist und je niedriger das mittlere Molekulargewicht ist.

c) Oxydation

Für die Oxydation wird ein Bleigeäß benutzt von etwa 15 Liter Inhalt, in dem in einmaliger Operation 1 kg entchlortes Produkt oxydiert werden können.

Die Oxydation von entchlortem Hartwachs (ca. 8 % Chlor - 1 Mol) wurde bisher mit folgenden Variationen erprobt:

Veränderung der Schwefelsäurekonzentration

Die Verringerung der Säurekonzentration von normal 55 % auf 40 % ergibt lediglich eine Erhöhung der Reaktionszeit, während die Einwirkung auf die Eigenschaften der Produkte noch nicht vollkommen geklärt ist. Anscheinend steigt aber die Neutralisationszahl im Endprodukt mit Einwirkung der Säurekonzentration an. NZ und VZ liegen im ausoxydierten Produkt zwischen 80 und 90. Dabei beträgt die Penetrometerzahl etwa 10 und die Jodzahl 1 bis 2. Der Stockpunkt der Säurewachs liegt bei etwa 80 bis 82°. Die

335341

Ausbeute bei zweimaliger Oxydation liegt zwischen 87 und 89%, sodaß für die Gesamtausbeute an Fettsäuren, bezogen auf eingesetztes Hartwachs, 85 % angesetzt werden kann.

Zahl der Oxydationen

Wird die Oxydation anstatt zweimal nur einmal durchgeführt, so erhält man ein Produkt mit einer NZ von etwa 50 und einer Jodzahl von 8 bis 10. Die Ausbeute beträgt ca. 94 % in Übereinstimmung mit den Ergebnissen der zweimaligen Oxydation.

Veränderung der Arbeitsbedingungen

Gibt man nach Beendigung der ersten Oxydation direkt festes Bichromat zu, so erhält man die gleichen Ergebnisse wie bei der normalen Oxydation mit zweimaligem Zusatz von Bichromat-schwefelsäure. Man könnte also durch Zusatz von festem Bichromat den Schwefelsäureverbrauch verringern.

Gibt man dagegen sofort die gesamte, für zweimalige Oxydation erforderliche Bichromatmenge zu und setzt nur die Schwefelsäure in kleinen Mengen zu, so erhält man ein Endprodukt mit etwas geringerer Neutralisationszahl, d.h. die Säuremenge ist dann auf das eingesetzte Paraffin so groß, daß die Oxydation nur sehr langsam bis zu Ende weitergeht.

Die im Bleigefäß ermittelten Ergebnisse sind die gleichen wie im Glasgefäß. Es ist lediglich die Gefahr größer, daß Verfärbungen der Endprodukte auftreten; z.B. wurde beobachtet, daß kleine Spuren Eisen dem Endprodukt eine rot-braune Farbe verleihen, während Chrom einen Stich ins Grünliche verursacht. Die Originalfarbe der ganz reinen Fettsäuren scheint schwach gelblich bis weiß zu sein.

Oxydation von höher chlorierten Produkten

Die Oxydation von höher chlorierten Produkten ergibt, ebenfalls mit Ausbeuten in der Größenordnung von 86 bis 88 %, Fettsäuren mit einer NZ von 100 und darüber. Bei ganz hochchlorierten Produkten muß man allerdings dreimal oxydieren, wobei die Ausbeute voraussichtlich etwa 85 % betragen dürfte; dagegen liegt die NZ dieses Produktes bei etwa 150. Da die Produkte mit einer NZ von 150 ebenfalls aus Hartwachs

225912

hergestellt worden sind, müssen bei der Entchlorung oder bei der Oxydation Spaltungen zu etwas niedriger molekularen Produkten eingetreten sein; dem Schmelzpunkt nach liegt die C-Zahl der hoch oxydierten Produkte bei etwa 25.

Im Rahmen der zur Zeit durchgeführten Reihenversuche wird auch der Einfluß der Temperatur nochmals geprüft um evtl. zu erreichen, daß die Anwendung von 55 %iger Säure möglich wird, ohne daß die Reaktion zu schnell verläuft. Es sind auch weitere Versuche im Gange, um die Veresterung der Säurewaxse durchzuführen.

3. Bleicherdenbehandlung von Benzinen

a) Untersuchung verschiedener Bleicherden

Von den Erden der Donauchemie stand noch K 9 aus, deren Untersuchung inzwischen beendet wurde und ergab, daß sie sich schlechter verhält als Granosil.

b) Untersuchung verschiedener Benzine

Das zweite Brabagspaltbenzin hatte 67 % Olefine und eine mittlere OZ von etwa 47. Im Raffinat wurde eine OZ von 66 erreicht, während 68 dem Olefingehalt nach der früher ermittelten Kurve entsprochen hätte.

Verschiedene Dauerversuche mit Brabagsbenzin und den Bleicherden K 10, Granosil und Fonsil Optimum sind zur Zeit im Gange.

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

