

den 13. Nov. 1939

005984

Sekretariat Hg.	
Eingang:	15. 11. 1939
Lfd. Nr.:	2531
Beantw.:	-

Herrn Prof. Dr. M a r t i n !  
-----

Betr.: Monatsbericht Oktober 1939.

I. Betriebsuntersuchungen.

Die Betriebsuntersuchungen wurden in der gewohnten Weise durchgeführt. Die Umstellung auf Dieselölversand machte eine verstärkte Überwachung der Fraktionierung, der Destillation und des Tanklagers erforderlich. Da als Dieseltreibstoff eine Fraktion zwischen 150 und 280° verwandt werden sollte, musste das Leichtbenzin der Fraktionierung wegen seines Gehaltes an niedriger siedenden Bestandteilen erneut destilliert werden. Über die genauen Untersuchungen vergl. den nächsten Abschnitt. Die übrigen Teile der Anlage blieben von der Umstellung unberührt und ergaben die normalen Produkte.

Einige Sonderuntersuchungen waren bezgl. der Filtrierfähigkeit und Entaschung von Ofenparaffin erforderlich, über die ebenfalls im nächsten Abschnitt Näheres mitgeteilt wird.

II. Sonderuntersuchungen.

1.) Untersuchung des Versanddieselmotorkraftstoffes.

Zum fertigen Versanddieselmotorkraftstoff wurden zuerst folgende Produkte vermischt:

- 1.) Bodenprodukt von der Destillation mit einem Siedebeginn von rd. 140 - 150°.
- 2.) Schwerbenzin und Petroleum-Fraktion der Fraktionierung, Siedebeginn 183°, Siedende 276°

Als sich herausstellte, daß das fertige Produkt einen Flammpunkt von ca. 16° hatte, der entweder durch Benzinreste, die im Tank verblieben waren, verursacht worden war, oder von Störungen bei der

Destillation herrührte, wurden zur schnelleren Verbesserung des Flammpunktes die Gasöl-Fractionen zugegeben, sofern diese Produkte ein Siedende von annähernd  $320^{\circ}$  hatten.

Im Verlaufe der für die Dieselkraftstoffe notwendigen Untersuchungen wurde gefunden, daß der Flammpunkt normalerweise genau so von der Siedekennziffer der Produkte abhängig ist, wie Cetanzahl, Viskosität, Stockpunkt usw., deren Veränderungen z.T. bereits früher festgestellt waren. Beim Flammpunkt tritt eine Schwierigkeit auf, die für die anderen Untersuchungen nicht in gleicher Weise zu beobachten ist, daß ganz geringe Anteile wesentlich niedriger siedender Produkte die Zahlenwerte ausserordentlich stark beeinflussen. Durch die Zugabe von Gasöl-Bestandteilen konnte der zuerst  $16 - 17^{\circ}$  betragende Flammpunkt im fertigen Dieselkraftstoff auf rd.  $21^{\circ}$  erhöht werden bei einem Stockpunkt von  $-27,5^{\circ}$ .

## 2. Neutralisierung von Primärprodukten.

Bei der im vorigen Abschnitt beschriebenen Herstellung des Dieselkraftstoffes sind die Primärprodukte ohne vorherige Laugung vermischt worden. Die Neutralisationszahlen dieser Produkte sind aber durch die Anteile der Drucksynthese ausserordentlich hoch. Sie schwanken zwischen 0,5 für Gasöl der Fraktionierung bis über 1 mg KOH/g für das Destillat der Top-Anlage. Der fertige Dieselkraftstoff hatte infolge dessen eine Neutralisationszahl von 0,78 und entsprach bei weitem nicht den Anforderungen des Zentralbüros bzgl. Korrosion. Die Laugung des Produktes führte infolge Emulsionsbildung zu einigen Schwierigkeiten, die aber bei genauer Einhaltung gewisser Bedingungen überwunden werden können. Einige Neutralisierungsversuche im Labor hatten folgendes Ergebnis: Mischt man Lauge und Primärprodukt kalt zusammen, so tritt eine klare Trennung auf; ebenso trennen sich die beiden Produkte klar, wenn man bei  $70 - 80^{\circ}$  die Laugung vornimmt. Mischt man dagegen kalt zusammen und heizt während des Vermischens, so tritt bei etwa  $45 - 50^{\circ}$  eine sehr starke Emulsionsbildung ein, die keine klare Abtrennung der wärmsten Schicht gestattet.

Die Laugenwäsche muss aber stets bei solcher Temperatur durchgeführt werden, bei der das Primärprodukt klar geschmolzen ist.

Einsatzprodukt in Fraktionierung bzw. Top-Anlage müssen also auf über 90° erhitzt werden, bevor die Laugung durchgeführt werden kann und auch dann muss man immer mit Auftreten von Emulsionen rechnen, solange noch Aschebestandteile in den Produkten enthalten sind.

### 3.) Filtration und Entaschung von Ofenparaffin.

Beim Anfahren einzelner Öfen wurde das Auftreten von dunkel gefärbten Produkten beobachtet, deren Filtration im Betrieb grosse Schwierigkeiten bereitete. Bei den Untersuchungen im Labor stellte sich heraus, daß der Aschengehalt dieser Produkte sich z.T. überhaupt nicht durch Filtration verringern liess. Offensichtlich handelt es sich entweder um Kobaltseifen, die in den Produkt gelöst sind, oder um kolloidal gelöste Metalle oder Metalloxyde. Zur Reinigung dieser Produkte muss also eine Vorbehandlung durchgeführt werden, um die Kobaltseifen zu zerstören bzw. das kolloidal gelöste Metall auszufällen. Liegt der Aschengehalt nur in der Grössenordnung von 0,1 - 0,3 %, so kann durch Zusatz von einigen Prozent Tonsil eine weitgehende Entfernung der Asche erreicht werden. Bei höherem Aschengehalt müssen aber schon Tonsilmengen von 10 - 20 % und darüber angewandt werden, deren Verwendung durch den hohen Preis des Tonsils unwirtschaftlich ist. Versuche mit weiteren Zusätzen ergaben, daß festes Aluminiumchlorid, festes Zinkchlorid und Essigsäure eine teilweise Entaschung gestatten. Fast vollständige Reinigung (Aschengehalt unter 0,01 %) kann bisher nur mit der bereits bekannten Schwefelsäure erreicht werden und zwar sowohl mit 10 %iger als auch mit höher konzentrierter Säure, beispielsweise 70 - 80%iger. Der notwendige Schwefelsäurezusatz beträgt bei 75 %iger Säure ca. 5 %. Die Versuche zur möglichst genauen Festlegung der Arbeitsvorschrift bei Anwendung von Schwefelsäure sind noch im Gange.

### 4. Hartparaffinuntersuchungen.

Die Hartparaffine für die Sidolwerke wurden nach der bereits im vorigen Monat erwähnten Methode mit Chloroform-Aceton untersucht bzw. auf ihre Härte im Penetrometer geprüft. Die bei uns anfallenden Hartparaffine entsprechen fast ausnahmslos den Bedingungen der Sidolwerke. Dagegen war das Paraffin der Katorfabrik

infolge des hohen Gehaltes an Weichparaffinen und Ölen unverändert unbrauchbar. Das uns von Witten übersandte Hartparaffin aus der Hoesch Produktion hatte zwar die Härte unserer Produkte, enthielt aber etwas mehr chloroform-acetonlösliche Anteile, wahrscheinlich infolge niedrigeren Siedebeginns. Anfang November wurden diese Untersuchungen im wesentlichen abgebrochen und die neuen Arbeiten zur Auffindung eines geeigneten Emulgators aufgenommen.

#### 5. Untersuchung von Extraktionsparaffin.

Je 1 Ofen der Normaldruck- und Drucksynthese wurde bei der Schlussextraktion überwacht und das anfallende Paraffin untersucht. Bei der N-Synthese waren im ablaufenden Extraktionsöl 14,4 % paraffinische Anteile und bei der Drucksynthese 7,4 %. Das Siedeverhalten der Paraffine war aber recht verschieden, da bei der N-Synthese wesentlich mehr unter 400° siedende Produkte vorhanden waren. Die Ergebnisse werden s.St. aber noch überprüft an weiteren Öfen, da nach Angaben von Rheinpreussen und der Brabag im Extraktionsparaffin nur sehr geringe Anteile unter 450° enthalten sein sollen.

#### 6. Untersuchung von Bensen- Benzolmischungen.

Einige Angaben von Rheinpreussen über das Mischungsverhältnis von Motorenbenzol zu A.K.-Bensen zur Erreichung einer Oktanzahl 74 veranlasste uns erneut den Blendwert für Reibenzol und Motorenbenzol zu bestimmen, der in Übereinstimmung mit früheren Daten zwischen 100 und 108 gefunden wurde.

### III. Versuchsarbeiten.

#### 1. Herstellung von Mischdieseldieselkraftstoff.

Zwecks Herstellung eines Einheitsdieseldieselkraftstoffes in Deutschland wurden bei uns einige Vorversuche durchgeführt und dazu Dieselöle verschiedener Herkunft gem. ihren Produktionskapazitäten zusammengemischt. Dabei wurde gefunden, dass die deutschen Gasöle einen Mischdieseldieselkraftstoff herzustellen gestatten, der eine Cetanzahl von über 50, einen Stockpunkt von unter -20° und eine Viskosität über 1,1°E hat. (Weitere Einzelheiten vergl. meinen Bericht vom 3.11.39) In diesem Zusammenhang wurde auch die Möglichkeit zur Herstellung eines Flugdieselöles aus Synthese-

005988

produkten geprüft. Zur Erreichung eines Stockpunktes von  $-40^{\circ}$  muss der Dieselkraftstoff aus Primärprodukten der Synthese eine Siedekennziffer von annähernd 195 haben, dann liegt die Cetanzahl bei 69, der Flammpunkt im geschlossenen Tiegel bei ca.  $40^{\circ}$  und die Viskosität bei  $1,065^{\circ}\text{E. (20}^{\circ}\text{)}$  Zur Vergrößerung der Viskosität, die den Anforderungen an Dieselkraftstoff nicht entspricht, wurden 20 % Schwerbenzin der Schmierölanlage und Schmierölvorlauf zugesetzt. Während Flammpunkt, Cetanzahl und Stockpunkt nur unwesentlich verändert wurden, stieg die Viskosität auf ca. 1,095 und entspricht damit annähernd den Anforderungen an Flugdieselöle. Eine erste Probe dieses Kraftstoffes wurde an die Junkers-Werke zur Überprüfung versandt, dazu eine zweite Probe, der 50 % eines deutschen Gasöles mit einem Stockpunkt von unter  $75^{\circ}$  zugemischt wurde. Die Viskosität dieses Mischdieselöles liegt bei  $1,19^{\circ}\text{E (20}^{\circ}\text{)}$

## 2. Raffination von Schwelbenzin aus Brankohle.

Das unangenehm riechende Produkt wurde mit Natronlauge und 70 %iger Schwefelsäure gewaschen, ergab aber, trotzdem der Verlust ca. 40 % betrug, kein einwandfreies Benzin, sondern dunkelte im Licht stark nach. Es wurde daher versucht, durch Raffination mit Bleicherde ein besseres Ergebnis zu erzielen. Dazu wurde das Material zur Befreiung von Schwefelverbindungen, Pyridin, Kresolen usw. mit 10 %iger Natronlauge und 20 %iger Schwefelsäure gewaschen. Dabei trat schon ein Verlust von annähernd 10 % auf. Die Raffination mit Bleicherde wurde bei  $300^{\circ}$  durchgeführt, um den Polymerisationsverlust möglichst gering zu halten. Trotzdem betrug er noch annähernd 10 % des durchgesetzten Materials für jeden Durchsatz. Nach zweimaligen Durchsatz wurde ein helles Benzin erhalten, das allerdings trotz Inhibitorsatz am Licht etwas nachdunkelte. Man müsste also das Material zur Erreichung eines einwandfreien Produktes bei noch geringerer Strömungsgeschwindigkeit und noch längerer Aufenthaltsdauer mit Bleicherde behandeln. Die Versuche wurden aus Mangel an Material eingestellt.

## 3. Bleicherdenbehandlung von Benzin.

In Fortsetzung der Versuche wurden nochmals verschiedene Benzine geprüft u.a. ein Dubbs-Benzin mit 76 % Olefinen, ein Schwerbenzin der Spaltanlage mit 51 % Olefinen und einer Kennziffer von 157 und Mischbenzin aus einer Spaltperiode mit Gasöl. Bei Dubbs-Benzin

Durchschrift

*Rehrbenzin-Fabrikgesellschaft*  
*Übersee-Station*

345989

wurden in Übereinstimmung mit den früheren Zahlen Oktanwerte von 76 bei einer Kennziffer 121,6 erreicht. Das Schwerbenzin der Spaltanlage hatte vor der Behandlung eine Oktanzahl von 29,5 und kam auf ca. 45, d.h. es ergab die gleiche absolute Erhöhung, die ein Spaltbenzin mit der OZ 60 hat.

Für das Mischbenzin wurde neben Granosil - Normal, das für die kontinuierliche Raffination erforderliche feinkörnige Granosil angewandt. (0,1 - 0,6 mm) Die Oktanzahl des Mischbensins stieg von 61 auf 69 - 70. Merkliche Unterschiede zwischen den beiden Bleicherden sind nicht zu verzeichnen.

Z.Zt. laufen einige Versuche mit Carburol-Spaltbenzin und verschiedenen A.K.-Benzinen.

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