

- 66 -
Tabella 45

	Nr.	Vorl. l	SS 01		150° i. V.		Fl. P.
			E/99	V J	St.P.		
16.9.42	I 2150	1500	3,87	113,7	- 39	210	
	VI 966	1200	4,27	116,0	- 36	214	
18.9.	IV 2047	1200	3,21	120,0	- 29	205	
	III 2126	1200	3,29	120,1	- 26	212	
	I 2153	1200	3,22	123,2	- 12	209	
19.9.	4 Öfen	1200	2,61	125,6	- 34	194	
21.9.	7 Öfen	1200	2,40	124,1	- 36	222	

Vor allem waren aber bei der Zersetzung der Rohöle die Schwierigkeiten besonders groß. Da die Qualität von Gas und Vorlauf in Ordnung war, konnten die Störungen nur durch das $AlCl_3$ hervorgerufen worden sein, obwohl keine Analyse keinerlei Unregelmäßigkeiten zeigte.

Eine Überprüfung der Herkunft der im Laufe der letzten Monate von Schkopau zur $AlCl_3$ -Erzeugung verarbeiteten Bauxite ergab, dass die brauchbaren $AlCl_3$ -Lieferungen aus französischem Bauxit hergestellt waren, später dann aber Mischungen von französischem und ungarischem Bauxit verarbeitet wurden.

Französischer Bauxit liefert ein Ti-armes $AlCl_3$ mit Gehalten von unter 0,5% $TiCl_4$. Die Verwendung oder Zumischung von ungarischem Bauxit ergibt dagegen Ti-Gehalte bis 3%. Die mit diesem $AlCl_3$ hergestellten Polymerisate zeigten die oben geschilderten Aufarbeitungsschwierigkeiten in besonders hohem Maße. (Nach Angabe von Dr. Paetsch, Schkopau, soll dieses Ti-haltige $AlCl_3$ bei anderen Verwendungszwecken zur Emulsionsbildung Anlaß gegeben haben).

Für die Herstellung von SS 903 wurde uns nun aus französischem Bauxit ein $AlCl_3$ mit einheitlichem Fe-Gehalt (K-Kontakt) von Schkopau geliefert. Die folgenden Tabellen zeigen einige Versuchsreihen, die in den neuen 4500-l-Autoklaven, die an sich bei gleichen Arbeitsbedingungen dünnere Öle liefern, durchgeführt wurden.

In Ofen I (V_2A) und Ofen VII (verchromte Oberfläche) wurden die Chargen mit eisenfreien und mit K-Kontakt bei wechselnden Maximaltemperaturen gefahren:

Tabelle 46a

Eisenhaltiges $AlCl_3$ (K-Kontakt) Ofen I, 4500 l, γ -A auftragschweiße
 Ansatz: 1200 l Vorlauf, 125 kg $AlCl_3$

Max. Temp.	Nr.	E°/99	V J	St.P.	Fl.P.
150	72	5,66	110,8	- 34	218
	73/74	5,14	113,6	- 35	209
	75	5,14	114,5	- 36	221
	76	4,24	113,0	- 36	207
	77	4,66	114,3	- 38	213
200	192	3,31	112,8	- 35	219
	194	2,24	110,3	- 38	211
	195	3,57	115,7	- 23	220
	224	3,23	116,0	- 26	210
220	196	2,86	115,5	- 20	214

Tabelle 46b

Eisenhaltiges $AlCl_3$ (Z-Kontakt) Ofen VII, 4500 l, verchromt
 Ansatz: 1200 l Vorlauf, 125 l $AlCl_3$

150	192	4,55	110,7	- 34	223
190	181	4,01	110,2	- 37	214
200	184	2,27	114,3	- 35	220
	191	2,96	117,5	- 37	208
205	201	3,06	114,7	- 31	231
	214	3,03	119,1	- 35	220
	219	3,12	109,6 ^{z)}	- 37	235
215	226	4,04	116,9	- 21	225

x) Durchschnittswerte der normalen Ofen (I-VI) an diesen Tage nur V J-Werte von 108.

Tabelle 46c

Eisenfreies $AlCl_3$, Ofen VII, 4500 l, verchromt.
 Ansatz: 1200 l Vorlauf, 125 kg $AlCl_3$

150	190	4,77	107,8	- 38	216
	202	4,62	113,4	- 33	228
	223	5,52	108,6	- 36	228
165	230	4,34	112,3	- 37	214
	180	3,80	118,5	- 33	216
180	182	3,63	107,0	- 41	217
200	196	3,18	121,6	- 14	198
	197	3,40	121,7	- 15	208
	198	3,27	122,2	- 17	204

Man sieht hieraus, dass auch bei Verwendung dieser Öfen aus anderen Materialien, die an sich dünnere Polymerisate als die entsprechenden N_6 -Öfen lieferten, eine Erhöhung der Maximaltemperatur auf 200° notwendig ist, um die für SS 903 Öle geforderte Viskosität von $3 - 3,5 E^0/99$ zu erhalten. Während aber eisenfreier Kontakt bereits bei 200° Produkte liefert, die mit Stockpunkten von -15 bis -20° nicht mehr brauchbar sind, zeigt der K-Kontakt diese Stockpunktverschlechterung erst bei Temperaturen über 210° .

Bei der Herstellung von SS 903 in den nicht aus N_6 -Material bestehenden Öfen ist außerdem die Reinheit des Gases von noch grösserer Bedeutung. Bereits im N_6 -Ofen ist mit einem Gas, das nur schwer ein SS 906-Produkt liefert, die Polymerisation bei hoher Maximaltemperatur zu SS 903 nicht mehr durchführbar. Noch schwieriger ist dieses in den 900er Öfen Nr. VII-X, die schon beim Fahren mit niedriger Maximaltemperatur sehr stark auf Gasqualitätsverschlechterungen ansprechen.

Über die betriebsmäßige Aufarbeitung der mit K-Kontakt erzeugten SS 903-Rohpolymerisate ist folgendes zu sagen: Die früher aufgetretenen Schwierigkeiten bei der Abtrennung und Weiterverarbeitung der Kontaktrückstände, wie z.B. besonders starke Verschmutzung der Schälzentrifugen und Verstopfungen der Rückstandsabdrückdüsen lassen sich beheben, wenn auch das Abdrücken des Rohproduktes in die Vorzersetzerkessel bei einer Temperatur von $125-130$ erfolgt und die Vorzersetzung mit Methanol nur soweit durchgeführt wird, dass man mit Säurezahlen von etwa $8 - 12 \text{ mg/KOH}$ aus dem Vorzersetzer fährt. Geht man wie bei der Zersetzung von SS 906-Rohprodukt auf eine Säurezahl die nur etwa halb so hoch ist, so scheidet sich die Additionsverbindung in griesiger Form aus, die dann Anlass zu Störungen im Schälger gibt.

Da die Additionsverbindung der bei hoher Maximaltemperatur gefahrenen Produkte schwerer zersetzbar ist, als die bei niedriger Temperatur erhaltene, muss das Abdrücken im Körting und die Behandlung des Schlammes im nachgeschalteten Rührkessel bei höherer Temperatur erfolgen. Auch ist es in diesem Falle zweckmäßig, die Aufkonzentrierung der Aluminiumchloridlauge nicht bis zu einer Dichte von $1,3 - \text{ca. } 40\%$ zu treiben, sondern sich mit 25% zu begnügen, um die Schlammzersetzung zu erleichtern.

Bei Anwendung des K-Kontaktes hat sich auch die direkte Filtration des Kalkschlammes ohne SS 906 Kalkunterlage als möglich erwiesen. Beim Einfahren in die Filterpresse ist auf die Einhaltung der Temperatur von $75-80^\circ$ besonders zu achten.

e) Vorlauf:

Daß die beim Ansatz einer Charge angewandte Menge Lösungsmittel einen gewissen Einfluss auf die Viskosität des erhaltenen Endproduktes ausübt, wurde bereits bei den Kleinversuchen festgestellt.

Auch im grossen Maßstabe konnte ein Effekt dieser Art festgestellt werden, wie die nächsten Tabellen 47 und 48 zeigen, die eine Reihe von hintereinander gefahrenen Chargen bringen, die in den beiden 1000 l bzw. den vier 4500 l -Autoklaven mit verschiedenen Vorlaufmengen durchgeführt wurden.

Tabelle 47

1000 l N₆ Autoklav; 30 kg AlCl₃
 Maximaltemperatur 200°
 Betriebstemperatur 130°

a) 250 l Vorlauf

	E°/99	V.J.	St.P.	Fl.P.
N 221	4,27	110,8	-37	214
S 215	4,04	114,3	-38	195
N 222	4,35	110,6	-36	216
S 216	3,98	108,1	-36	220
N 223	4,39	110,5	-40	205
S 217	4,00	112,5	-37	198
N 224	4,38	112,3	-34	205

b) 200 l Vorlauf

	E°/99	V.J.	St.P.	Fl.P.
N 227	5,04	116,4	-30	195
S 221	5,33	109,4	-30	221
N 228	5,39	113,1	-37	200
S 222	5,00	113,8	-36	203
N 229	5,26	113,8	-33	226
S 223	5,31	109,4	-34	211
N 230	5,87	110,0	-34	220

Tabelle 48

4500 l N₆ Autoklav I-IV; 125 kg AlCl₃
 Maximaltemperatur 160°
 Betriebstemperatur 120°

a) 1200 l Vorlauf

13.10.40.	E°/99	V.J.	St.P.	Fl.P.
13.40 IV 711	5,58	110,7	-34°	198
15.00 II 768	6,06	109,3		215
17.00 I 808	6,57	110,6		220
19.10 III 760	5,80	113,1		199
23.10 IV 712	6,21	112,6		205

b) 800 l Vorlauf

14.10.40.	E°/99	V.J.	St.P.	Fl.P.
23.30 IV 714	7,82	112,9	-35°	226
3.40 II 771	7,98	114,1		220
8.30 I 811	7,20	116,6		222
12.15 III 763	7,89	114,8		215
16.00 II 772	7,75	113,4		226

74 c

Tabella 49

Autokl.Nr.	II/1910	VI/541	VI/403
Vorlauf l.	1400	1200	1200
AlCl ₃ kg	120	120	120
Gas eingef.	13,20 h 20 atü	4,30 h 20atü	18,15 h 20 atü
angeheizt:	13,50	5,0	18,45
Max.Druck	14,15 19 atü	5,15 32atü	19,00 30 atü
Max.Temp.	14,25 150°	5,20 160°	19,15 180°

Zeit	Temp. °C				C ₂ H ₄ P atü m ³ /h	Zeit	Temp. °C				C ₂ H ₄ P atü m ³ /h	Zeit	Temp. °C				C ₂ H ₄ P atü m ³ /h
	1	2	3	4			1	2	3	4			1	2	3	4	
14.30	98	139	77	12		5.45	78	140	70	13		19.30	85	140	70	12	
45	80	120	61	10		6.00	72	139	52	12	350	45	15	115	75	20	
15.00	74	112	53	10	230	15	72	123	60	13		20.00	75	115	60	28	250
15	72	111	53	10		30	78	121	52	17		15	75	115	60	28	
30	71	111	52	10		45	80	125	53	20		30	80	120	60	33	
45	70	110	52	12		7.00	80	128	52	20	350	45	80	122	60	36	
16.00	75	110	52	15	300	15	82	122	51	22		21.00	75	115	60	38	260
15	87	112	52	16		30	82	125	51	23		15	75	110	60	40	
30	88	112	52	16		45	82	125	51	26		30	80	115	70	41	
45	85	111	52	17		8.00	85	128	51	27	430	45	80	112	60	42	
17.00	83	110	54	17	320	15	85	127	51	28		22.00	80	110	60	44	235
15	85	110	65	18		30	85	122	50	29		15	80	110	65	50	
30	90	115	60	19		45	87	122	50	30		30	80	110	60	52	
45	87	112	58	20		9.00	92	123	50	33	480	45	80	110	60	54	
18.00	87	110	62	21	350	15	102	128	50	35		23.00	80	110	60	58	265
15	88	110	64	21		30	123	127	70	39		15	85	110	65	60	
30	90	110	66	22		45	135	135	100	60		30	80	110	80	60	
45	95	110	68	24		10.00	130	130	115	60	430	45	90	110	90	60	
19.00	98	112	68	26	340							24.00	90	115	90	56	200
15	99	110	68	26								15	90	115	80	60	
30	100	110	67	26								30	95	115	80	60	
45	110	110	65	28								45	92	110	90	60	
20.00	110	110	62	60	350							1.00	92	110	90	60	200
15	110	110	110	60								15	95	110	95	52	
												30	100	115	110	52	
												45	100	115	110	52	
												2.00	100	112	80	58	-
												15	100	110	100	60	
												30	100	110	100	60	
												45	100	110	105	60	
												3.00	100	120	110	60	100
												15	100	118	100	60	
												30	100	110	100	50	
												45	100	110	100	60	
												4.00	100	110	100	60	-

Analyse des erhaltenen 150° i. Vak. siedenden SS-Öls:

	A II/1910	B VI/541	C VI/403
E°/99	5.93	5.60	4.64
V J	112,4	107,4	106,9
St.P.	-39°	-39°	-39°
Fl.P.	205°	223°	206°

Wie man sieht, bewirkt in den beiden 1000 l - Öfen, die bei Maximaltemperaturen über 200° gefahren wurden, eine Erniedrigung der Vorlaufmenge um 20% eine Erhöhung der Viskosität bei 99° von 3,8 - 4,40 auf 5,0 - 5,9. In den 4500 l - Öfen, die auf SS 906 gefahren wurden, ist der Einfluss bedeutend schwächer, hier bringt eine Vorlaufverringerung von 33% nur eine Viskositätserhöhung von unter 7 auf über 7 E°/99.

2.) Polymerisationsverlauf:

Über den äußeren Verlauf des Polymerisationsprozesses geben die folgenden drei Versuchsprotokolle Tabelle 49 von Chargen in 4500 l N₂-Öfen ein Bild. Hierbei zeigen:

- A.: Guten Reaktionsverlauf mit normaler Einfahrgeschwindigkeit.
- B.: Guten Reaktionsverlauf bei zu hoher Einfahrgeschwindigkeit.
- C.: Schlechten Reaktionsverlauf.

Die Beschickung der Öfen und das Anfahren geschah in der auf Seite beschriebenen Art.

Die für diesen Ofentyp festgestellte optimale Gaseinfahrtgeschwindigkeit liegt bei 250 - 350 m³/h, bei stärkerer Einfuhr bis 500 m³/h wurde meist eine qualitative Verschlechterung des erhaltenen Fertigproduktes festgestellt. Weiterhin hat es sich als günstig für die Qualität des Öles erwiesen, wenn man den Prozeß mit langsam steigender Gasmenge fährt.

Die nebenstehende Tabelle 49 enthält Drucke, Temperaturen und gebrauchte Zeiten. Hierbei ist T₂ die wichtigste Temperatur im unteren Teil des Ofens, T₁ die Kopftemperatur, die erst nach Füllung des Ofens anspricht (A und B) und T₃ die Temperatur des Autoklavmantel, die bei lebhafter, stark exothermer Reaktion niedrig ist, (A u. B), bei nachlassender oder gehemmter Reaktion entsprechend hoch gehalten werden muss, um die Temperatur im flüssigen Rohpolymerisat auf der gewünschten Höhe zu halten (C).

A stellt einen normalen Reaktionsverlauf dar, mit einer Maximaltemperatur von 150° und einer Betriebstemperatur von 110°. Der gesamte Prozeß von der ersten Zufuhr der 20 atü C₂H₄ bis zum Abstellen des Gases ist hierbei in 7 Std. beendet. Bereits nach 6 1/2 Stunden erkennt man durch Ansteigen von T₁ und durch den plötzlichen Anstieg des Innendruckes von 28 auf 60 atü, dass sich der Ofen mit flüssigem Reaktionsprodukt füllt. Erst in der letzten Viertelstunde muss mit der Außentemperatur T₃ hochgefahren werden, um T₂ zu halten, da wegen des erfolgten Druckanstieges kein Gas mehr eingefahren werden kann.

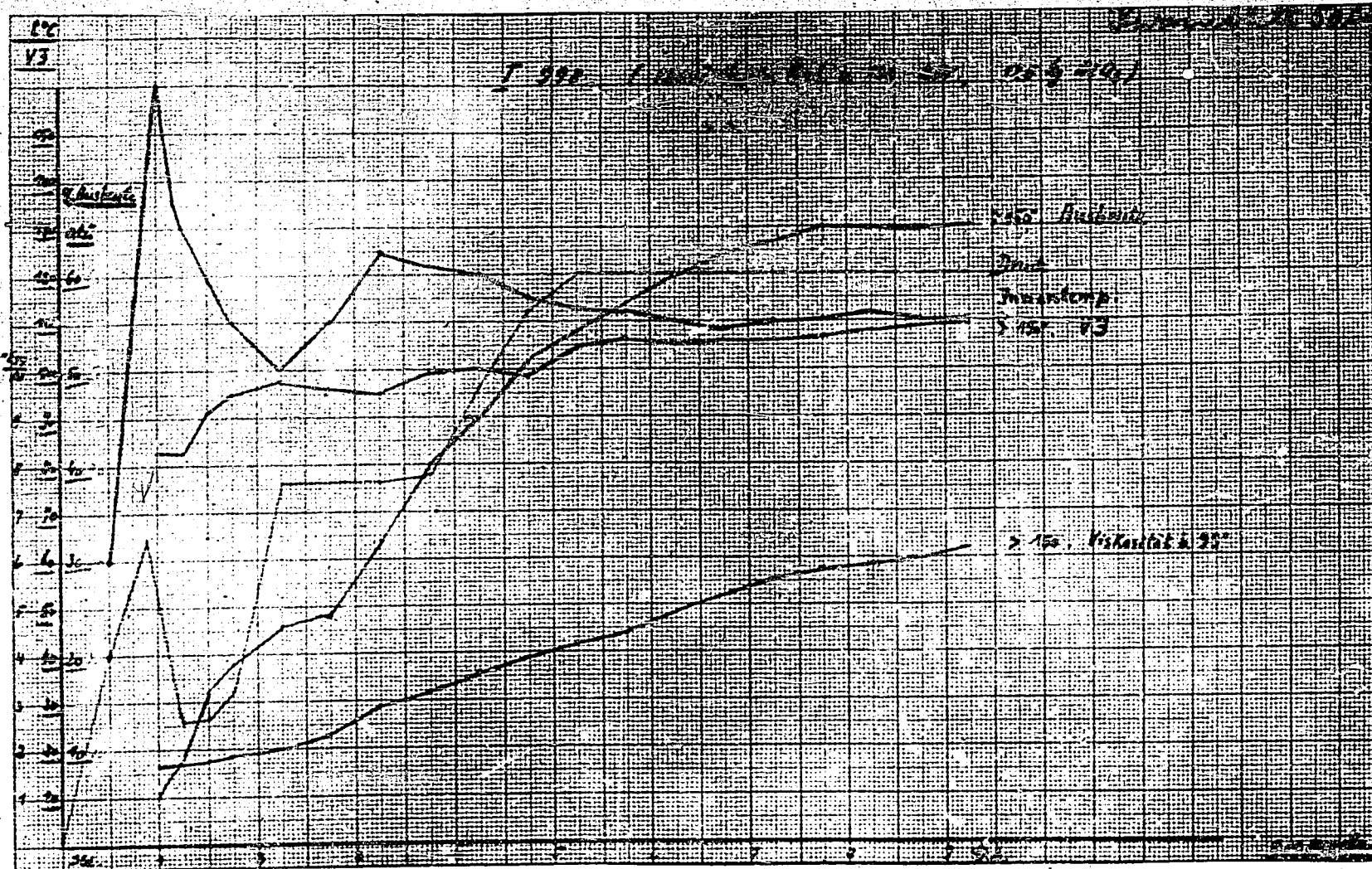
Während bei Beispiel A mit einer bis 350 m³/h steigenden Gasmenge gearbeitet wurde, wurde die Polymerisation bei B mit 350 m³/h begonnen und allmählich bis 480 m³ gesteigert. Bei einer Kühlwassertemperatur von 50° lag die Betriebstemperatur bei 120 - 130°. Die Chargendauer beträgt hierbei nur 5 1/2 Stunden, der V.J.-Wert des Öles sinkt aber ab auf ca. 107.

Beispiel C zeigt das Bild eines gehemmten Reaktionsverlaufes, wie er beispielsweise bei geringer Verunreinigung des Gases auftreten kann. Während bei A und B der Autoklavendruck trotz kräftiger Gaszufuhr erst in der letzten halben Stunde auf 60 atü ansteigt, geschieht das bei C schon in der Mitte des Prozesses und die gewünschte Innentemperatur muss infolge der schwachen Gasnachfuhr durch die Außentemperatur gehalten werden. Das bei C der Autoklav nicht voll geworden ist, erkennt man daran, dass bei T₂ und T₁ keine Temperaturgleichheit eintritt.



POOR
COPY

KODAK



POOR
COPY

Um auch den inneren Verlauf der Polymerisation kennen zu lernen, wurden in einem 4500 l - Ofen vom Moment der Maximaltemperatur an Proben entnommen, anfänglich in kürzeren Abständen, dann alle 30 Min.

IV 870 (Kurvenblatt 50a) wurde mit hydriertem hochsiedendem Vorlauf von 250 - 340° siedend gefahren, I 996 (Kurvenblatt 50b) mit hydriertem niedrigsiedendem Vorlauf von 130 - 250°. Neben dem Verlauf von Innentemperatur)₂ und Autoklavendruck erkennt man von der ersten Stunde an den Aufbau des Öles am allmählichen Ansteigen der Viskositäten und der Menge der über 150° im Vakuum siedenden Anteile. Das vorgelegte hochsiedende Öl liefert dabei das dickere Endprodukt.

Tabelle 51 zeigt eingehend den Verlauf der Polymerisation des Ansatzes T 998 in Zahlen.

Tabelle 51

Probe Nr.	Zeit Min.	Druck atü	Temp.		SS Öl 150° i. Vak. 0,4 mm			Jodzahl (n-Hann)				
			innen	auß.	%	E°/99	V.J.	St.P.	Fl.P.	Rohr.	Vorl.	Rückst.
1	60	25	160	120	4,5	1,6	86,1	-73	0,0	-	-	-
2	5		145		5,0	1,6	86,0		0,0	-	-	-
3	5		135		8,3	1,6	86,0		0,0	-	-	-
4	5	13	130	70	8,8	1,6	86,0		198	0,0	-	-
5	15	13	128	60	15,8	1,7	91,0	-47	188	0,0	-	-
6	15	16	110	60	19,1	1,9	94,7	-46	187	0,0	-	-
7	30	35	100	65	23,6	2,0	98,0	-45	200	0,0	-	-
8	30	36	110	60	24,2	2,2	96,0	-41	204	0,0	-	-
9	30	37	125	70	32,5	2,9	94,8	-37	219	0,0	-	-
10	30	39	122	65	40,8	3,2	100,2	-38	213	0,0	-	-
11	30	48	120	70	45,0	3,6	100,1	-36	217	0,0	-	-
12	30	56	115	72	52,4	3,7	98,3	-37	208	4,2	0,0	8,9
13	30	60	120	65	54,0	3,9	105,9	-36	213	-	-	-
14	30	60	112	80	57,4	4,1	107,3	-36	208	4,6	1,6	6,8
15	30	60	110	90	60,0	5,1	102,5	-35	227	4,2	2,0	6,4
16	30	60	108	82	63,0	5,1	106,4	-35	223	5,7	2,3	6,7
17	30	60	110	83	63,0	5,6	105,9	-31	226	10,4	7,5	10,7
18	30	60	110	92	65,0	5,8	106,3	-32	223	10,1	8,5	11,8
19	30	60	112	100	65,0	5,8	107,1	-32	224	8,5	4,6	9,2
20	30	60	110	100	65,0	5,9	107,5	-31	230	9,8	6,7	9,8
21	30	60	110	100	65,0	6,3	109,0	-32	226	7,3	4,5	8,8
22	30	60	110	100	65,6	6,3	108,6	-32	230	5,7	1,6	7,3

26

Betriebsverfahren bei der Polymerisation:

Es folgt nun eine Zusammenstellung von technischen Einzelheiten und Erfahrungen, die sich als wichtig für den Betrieb der Polymerisation herausgestellt haben:

Bevor zum Füllen des Autoklaven der Deckel von Kontakteinfüllstutzen gelöst wird, muss alles Gas aus dem Autoklaven entfernt sein, was folgendermaßen geschieht:

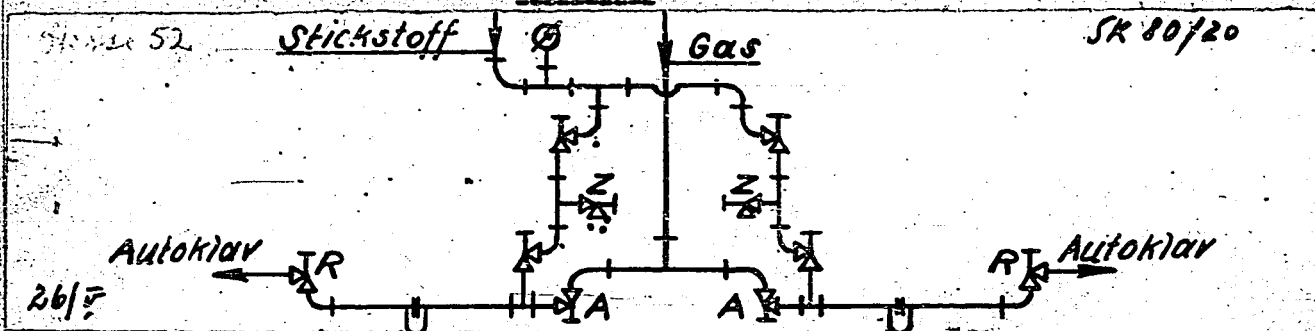
- 1.) Nachdem das Rohr fertig entspannt werden ist, wird die Hauptmenge Rückgas durch vorsichtiges Öffnen des Hochdruckventils (neben Laugewaschturm im Erdgeschoss) entspannt. Hierbei ist darauf zu achten, dass die danebenstehende Rückgaswaage nicht durch zu schnelles Entspannen durchschlägt.
- 2.) Der noch im Autoklav verbleibende Gasrest wird über Dach entspannt, auf keinen Fall in den Füllraum (Explosionsgefahr).
- 3.) Nun werden von den 12 Schrauben des Blindflansches von Einfüllstutzen 10 Schrauben entfernt, die beiden letzten werden nur gelockert. Der Blinddeckel wird jetzt gelüftet. Sollte noch ein erheblicher Gasdruck bemerkbar sein, wird der Deckel nochmals angesogen, bis sich auch der letzte Druck über Dach entspannt hat. Erst jetzt dürfen auch die beiden letzten Schrauben entfernt werden. Diese Maßnahme ist unbedingt zu beachten, da es vorgekommen ist, daß beim unvorschriftsmäßigen Öffnen der Deckel mit großer Gewalt hochgeschleudert worden ist, evtl. sogar unter explosionsartigen Erscheinungen und unter Flammenbildung.

Bricht am Autoklavkopf ein Brand aus, so ist folgendermaßen zu verfahren: Entsteht ein Feuer beim Öffnen des zuvor entleerten Autoklaven, so ist das Feuer mit dem Handlöcher zu bekämpfen.

Steht beim Ausbruch eines Feuers der Autoklav noch unter Druck, ist der Druck durch die "Schnellentspannung" im Erdgeschoss oder der "Über-Dach-Entspannung" im Füllraum abzulassen. Darauf muss in den Autoklav Stickstoff gefahren werden.

Folgendermaßen geschieht das Umschalten von Gas auf Stickstoff:

Skizze 52.



- 1.) Gas abstellen, also Regulierventil R und vor allem Absperrventil A schließen.
- 2.) Gaswaage absperren.
- 3.) Zwischenentspannungsventil Z schließen und beachten, daß das N_2 -Manometer 200 atü anzeigt.
- 4.) Beide K_2 -Ventile öffnen.
- 5.) Durch Regulierventil R Stickstoff einfahren.

Die Autoklavenfahrer sind laufend zu unterrichten, daß das Zwischenentspannungsventil zwischen Gas- und Stickstoffleitung dauernd geöffnet bleiben muss. (Kein Gas in N_2 -Leitung und umgekehrt).

Beim Kontaktsinfüllen ist zu beachten, daß das Auswechseln des Deckels vom Kontaktfäß gegen den konischen Einfülltrichter rasch zu erfolgen hat (Luft-eintritt) und daß der Kontakt erst nach Einfüllen des Vorlaufs eingeschleust werden darf und zwar nachdem kontrolliert wurde, daß der Rührer läuft. (Festsetzen des körnigen Kontaktes am Boden). Beim Füllen verstaubter Kontakt darf bei offenem Autoklav nicht mit Luft abgelassen werden, sondern ist aufzukehren.

Vor Schließen des Deckels: Nut und Feder gut reinigen, evtl. neue Dichtung einlegen. Beim Reinigen des Einfüllstutzens nicht mit Putzwolle arbeiten. Bevor der Füller den Autoklav an den Fahrer als "fertig" meldet, muß er sich davon überzeugen, daß am Kopf sämtliche Ventile geschlossen sind und der Kühlwasserkreislauf gefüllt ist, d.h. der Stand im unteren Schauglas am Expansionsgefäß zu sehen ist. Der Fahrer hat sich vor dem Gaseinfahren von der richtigen Stellung sämtlicher Ventile am Autoklavenboden zu überzeugen.

Beim Fahren des Autoklaven ist zu beachten, dass beim Herunterkühlen nach der Maximaltemperatur die Temperaturdifferenz zwischen Außen- und Innentemperatur aus Gründen der Sicherheit 100° nicht übersteigt. (Rißbildung im Hochdruckmantel). Wird mit einer Maximaltemperatur von über 200° gearbeitet, ist beim Herunterkühlen von der Maximaltemperatur und dann beim Gaseinfahren darauf zu achten, daß die Innentemperatur nicht unter 120° absinkt (Schädigung des Reaktionsverlaufes). Der Druck im Autoklaven soll 60 atü nicht übersteigen. Ist bei einem fertig gefahrenen Autoklav die Innentemperatur abgefallen und soll deshalb vor dem Abdrücken nochmals hochgeheizt werden, so ist vor dem Heizen der Druck zu beachten, denn würde bei 60 atü hochgeheizt, würde der Druck schnell unzulässig hoch ansteigen. Vor dem Heizen ist in diesem Fall der Druck bis ca. 40 atü über Dach zu entspannen. Bei jedem Anstieg des Druckes über 60 atü: Gas zu, Heizung weg und evtl. Schnellentspannung öffnen.

I g: Einfluß des Autoklavenmaterials auf den Polymerisationsverlauf.

Mit den in Leuna zuerst aufgestellten 2 Öfen 400 mm ϕ und den danach aufgestellten Öfen 800 mm ϕ (Nr. I-I'), die sämtlich aus N6-Material hergestellt waren, wurden sofort nach Inbetriebnahme Öle erhalten, die die verlangten analytischen Daten besaßen: $6^{\circ}L/99$ und V I-Werte über 108.

In gleicher Weise arbeiteten die nächsten beiden Öfen aus N6-Material (Nr. V und VI).

Autoklav VII und VIII konnten infolge von Materialschwierigkeiten nicht mehr aus N6-Material geliefert werden. Es wurde daher S2-Stahl mit einer inneren N6-Beräumung vorgesehen. Da sich jedoch nach Fertigstellung der Autoklaven herausstellte, dass die N6-Auftragsschweiße bis ins Grundmaterial gehende Haarrisse aufwies, wurde die Beräumung wieder abgedreht. Aus diesem Grunde besteht bei Autoklav VII und VIII die innere Oberfläche im Wesentlichen aus S2-Material mit Drehbearbeitung.

Obwohl Kleinversuche den schädlichen Einfluss von eisernem Wandmaterial gezeigt hatten, sollten die Öfen VII und VIII in der beschriebenen Ausführung aufgestellt werden, da inzwischen festgestellt worden war, dass bei größeren Reaktionsgefäßen der Einfluss der Gefäßwand stark zurücktritt. Diese Beobachtung war bei Durchführung von Polymerisationen in einem 4500 l fassenden N6-Rührautoklav (Nr. IV) gemacht worden. Der Autoklav war zur Durchführung dieser Versuchsreihe in einer Höhe von etwa 5 m mit Eiseneinsätzen aus N1-Material versehen worden, die nur die normalerweise vorhandene Walzhaut besaßen. Die in diesem Autoklav erhaltenen Polymerisationsergebnisse sind in Tabelle 1 zusammengestellt. Sie zeigt, daß von einer Verschlechterung der Öle durch die Eisenoberfläche der Schüsse nicht mehr gesprochen werden kann. Diese Ergebnisse rechtfertigen den Entschluss, beim Übergang der Öfen von 800 auf 1200 mm ϕ normalen Stahl zu verwenden, da aus Beschaffungsgründen die Öfen der SP-Anlagen nicht mehr aus hochwertigem Cr-Stahl geliefert werden konnten.

Wie sich dann jedoch die eiserne Oberfläche im Autoklav VII und VIII auswirkte, zeigt Tabelle 2. Die Viskositäten und V I -Werte der erhaltenen Öle lagen weit unter den Abnahmebedingungen. Es lag die Vermutung nahe, daß diese Verschlechterung von der frisch abgedrehten Oberfläche herrührt, während die seinerzeit im Ofen IV als nicht schädlich erprobten Fe-Einsätze gegläht waren.

Es wurden deshalb zunächst in 50 l N6-Ofen Versuche mit verschiedenen vorbehandelten Fe-Einsätzen gefahren:

- 1.) Fe-Futterrohr. Die Ergebnisse (Tabelle 3) sind besser als die der eisernen Öfen VII (Tabelle 2) und ähnlich denen bei Einsatz des Fe-Schusses im N6-Ofen (Tabelle 1).

- 77 -

Tabelle 1

Fe-Futterrohr im 600 mm ϕ N₆-Ofen IV

Nr.	T 1	E 99	V J	Fl. P.	St. P.
IV/208	160	5,16	110,4	203	- 31
209/10	160	5,33	112,8	198	- 30
211/12	160	5,34	111,2	205	- 27
213/15	160	5,65	110,3	220	- 32
216/17	160	5,40	112,2	213	- 34
218	220	4,04	118,9	203	- 30
228	220	2,89	123,2	200	- 26
225	220	3,08	121,7	210	- 19
229	220	3,44	123,3	224	- 25

Tabelle 2

800 mm ϕ - Fe-Ofen VII, unbehandelt.

Nr.	E 99	V J	Fl. P.	St. P.
1	4,75	107,1	223	- 35
2	4,05	108,9	227	- 39
3	3,67	109,5	207	- 41
4	3,51	104,3	213	- 39
5	3,66	108,3	218	- 39
6	3,57	110,8	215	- 44
7	3,86	110,9	199	- 39

Tabelle 3

Fe-Futterrohr im 50 l N₆-Versuchsöfen.

Datum	Nr.	T 1	E 99	V J	Fl. P.	St. P.
30.3.42	N 685	200	4,02	108,3	201	- 36
31.3.42	686	157	4,83	106,3	210	32
1.4.42	687	158	5,94	108,0	220	29
2.4.42	688	160	5,65	110,2	219	33
3.4.42	689	181	4,49	112,3	212	34
4.4.42	690	147	5,45	106,8	213	35
5.4.42	691	166	5,15	108,0	208	35

- 78 -

2.) Fe-Futterrohr, gestrahlt. Die Ergebnisse (Tabelle 4) sind schlechter als verlangt.

Tabelle 4
Fe-Futterrohr, gestrahlt im 50 l N₆-Ofen

Datum	Nr.	T 1	E 99	V J	Fl.P.	St. P.
10.4.42	693	205	4,17	115,4	198	- 37
10.4.42	694	230	3,25	124,6	200	-
11.4.42	695	160	6,03	110,0	208	28
12.4.42	696	160	4,39	112,2	-	29
13.4.42	697	160	6,07	110,0	209	31
15.4.42	698	173	4,54	109,6	206	36
16.4.42	699	160	3,94	110,7	198	33
17.4.42	700	160	4,39	107,1	192	35
18.4.42	701	155	4,65	105,7	207	38
19.4.42	702	190	3,68	107,5	199	38

3.) Fe-Futterrohr, geglüht. Die Ergebnisse (Tabelle 5) sind ähnlich Tabelle 3

Tabelle 5
Fe-Futterrohr, geglüht für N₂-Ofen.

Datum	Nr.	T 1	E 99	V J	Fl.P.	St.P.
24.4.42	N 705	150	3,37	98,2	-	-
25.4.42	706	148	4,07	106,4	194	- 33
26.4.42	707	142	5,40	105,7	211	32
27.4.42	708	153	4,15	109,3	178	38
28.4.42	709	170	5,18	105,8	208	36
30.4.42	710	180	5,06	108,6	207	33
3.5.42	711	180	4,75	107,0	198	35
3.5.42	712	171	5,10	103,6	203	37
4.5.42	713	180	5,63	112,7	208	37
6.5.42	714	180	5,77	110,6	215	30
6.5.42	715	175	5,73	110,1	206	32

4.) Fe-Futterrohr, geglüht und abgedreht (Tabelle 6). Die Hälfte der Versuche musste vorzeitig abgebrochen werden, der Rest ergibt kein klares Bild.

Tabella 6

Fe-Futterrohr, abgedreht für N₂-Ofen.

Datum	Nr.	T 1	E 99	V J	Fl.P.	St.P.
16.5.42	716)					
16.5.42	717)	abgebrochen				
17.5.42	718)					
17.5.42	719)					
18.5.42	720	172	6,10	101,2	224	- 30
19.5.42	721	159	5,72	106,8	213	36
20.5.42	722	162	7,11	110,5	220	31
21.5.42	723	182	2,40	80,2	178	41
22.5.42	724	180	3,52	95,4	193	35
22.5.42	725)	abgebrochen				
25.5.42	726)					
26.5.42	727)					
27.5.42	728	180	2,87	93,4	209	37
1.6.42	729)	abgebrochen				
	732)					

Diese Versuche wurden jetzt auf den 800 mm Ø Fe-Ofen VII übertragen:

1.) Fe-Futterrohr, stark gezündert (Tabelle 7): Kein Effekt gegenüber dem rohen Ofen.

Tabella 7

Fe-Blech gegläht, stark gezündert, im 800 mm Ø Fe-Ofen VII:

Nr.	E99	V J	Fl. P.	St. P.
24	3,77	111,9	199	- 36
25	2,94	114,1	210	27
26	2,53	113,1	207	30
27	2,77	108,0	187	41
28	2,34	101,3	190	42
29	2,96	102,8	207	38
30	2,68	112,5	199	39
31	4,93 ?	109,1	215	34
32	2,80	101,4	215	43

2.) Fe-Futterrohr, abgedreht (Tabelle 8), Ergebnisse sind deutlich besser (besonders VJ) als die des rohen Ofens, genügen aber noch nicht.

Tabelle 8

Eisenblech abgedreht 800 mm \varnothing Fe-Ofen VII.

Nr.	E 99	V J	Fl. P.	St. P.
76	5,51	110,6	227	- 37
77	3,74	108,4	197	36
78	4,37	110,9	212	37
79	4,15	100,5	218	35
80	3,94	110,4	216	37
81	4,61	113,3	218	38
82	6,55	110,0	246	32
83	5,23	113,2	223	35
84	5,39	114,2	213	36
85	5,05	111,8	212	37
86	5,40	112,7	214	38
87	5,01	112,4	206	36

3.) Fe-Futterrohr, atramentiert (Tabelle 9), Ergebnisse etwa wie die des rohen Ofens.

Tabelle 9

Eisenblech, atramentiert, 800 mm \varnothing Fe-Ofen VII

Nr.	E 99	V J	Fl. P.	St. P.
89	2,53	112,7	204	- 39
90	3,25	108,0	201	31
92	2,14	118,4	199	39
93	2,69	100,8	203	37
94	3,53	104,6	219	35
95	4,93	103,7	240	35
96	3,67	109,2	213	37
97	4,06	105,2	215	37
98	3,15	197,2	207	38
99	3,79	109,5	219	41
100	3,81	111,6	210	37
101	3,16	112,6	205	44
102	4,86	112,0	223	53
103	4,13	105,3	225	38

SAFETY

4.) Fe-Futterrohr, mit wässriger Chromsäure behandelt (Tabelle 10). Ergebnisse besser als roher Ofen, noch nicht genügend.

Tabelle 10

Fe-Einsatz mit Cr_2O_3 behandelt, 800 mm ϕ Fe-Ofen VII.

Nr.	E 99	V J	Fl. P.	St. P.
126	3,77	108,5	212	38
127	3,26	107,0	217	31
128	4,42	107,7	225	37
129	4,17	112,6	213	39
130	3,90	110,9	203	35
131	4,42	112,1	216	40
132	4,81	111,9	196	36
133	3,89	115,4	209	37
134	3,88	112,8	253	38
135	4,86	110,1	217	38
136	3,90	106,4	207	36
137	3,18	103,8	210	40
138	4,52	110,9	203	38
139	4,37	110,1	206	35
140	4,24	107,8	208	37
142	4,65	112,8	200	36
143	4,07	103,2	199	33

5.) Fe-Futterrohr, geschliffen und elektrolytisch verchromt, Verchromung war bald erodiert (Tabelle 11). Ergebnisse wie v. r. er.

Tabelle 11.

Fe-Einsatz, elektrolytisch verchromt, 800 mm ϕ Fe-Ofen VII.

Nr.	E 99	V J	Fl. P.	St. P.
178	3,61	110,7	210	41
179	4,19	113,4	226	36
180	3,80	118,5	216	33
181	4,01	110,2	214	37
182	3,63	107,0	217	41
183	4,11	104,9	223	39
184	2,27	114,9	220	35
185	4,63	117,2	215	39
186	4,96	115,1	218	42
187	4,91	111,1	208	41
188	4,66	108,2	214	35
189	4,77	107,8	216	38
191	1,96	117,5	208	27
192	4,55	104,7	223	34

6.) V_2A -Futterrohr im 800 mm ϕ Fe-Ofen VIII (Tabelle 12). Die Engler und besonders die V J-Werte sind die besten von allen Versuchen.

Tabelle 12.

Ofen VIII mit V_2A -Futterrohr, 800 mm ϕ wie Fe-Ofen VII.

Nr.	E 99	V J	Fl. P.	St. P.
281	3,06	122,7	206	- 19
282	3,27	107,1	207	38
283	4,52	114,3	220	35
284	3,41	117,4	225	31
285	3,97	113,8	215	40
286	4,18	116,3	215	38
287	5,14	109,2	208	32
288	2,00	112,8	204	29
289	3,66	116,4	228	31
290	3,16	119,7	215	21
291	3,66	112,2	215	38
292	4,67	115,4	229	36
293	4,49	110,6	228	36
215)	5,81	109,6	230	32
296)	4,30	112,0	214	34
297	5,03	111,3	208	33

7.) Ein Cu-Futterrohr war nach wenigen Versuchen total zerstört (keine exakten Daten).

8.) Ein Al-Einsatz war beim ersten Versuch bereits zerstört.

Mithin ergab sich, daß der Einbau von V_2A -Schüssen in die großen 1200 mm ϕ Fe-Öfen vorgenommen werden sollte, falls deren Cie dieselben schlechten Daten aufweisen sollten wie die der 800 mm ϕ Fe-Öfen. Die Richtigkeit dieser Absicht wurde bestätigt, als der Ofen X (900 mm ϕ , Fe mit V_2A beauftragt) seine Ergebnisse lieferte, die denen unter 6 gleichen (Tabelle 13).

Tabelle 13

Ofen X, 800 mm Ø, V₂A beraupt.

Fr.	E 99	V J	Fl. P.	St. P.
1	3,86	105,1	206	- 35
2	3,22	104,7	202	45
3	2,85	105,3	206	44
4	3,54	112,7	200	35
5	4,46	108,7	199	35
6	2,20	104,2	188	40
7	2,37	102,5	202	38
8	2,79	105,0	204	37
9	3,61	107,9	193	41
10	4,10	108,8	203	40
11	3,06	104,7	200	40
12	3,80	104,5	215	36
13	4,09	107,6	218	35
14	5,16	111,2	210	35
15	5,13	111,3	213	38
16	5,10	109,8	215	38
17	4,63	112,3	218	37
18	4,28	110,3	226	38
20	3,92	109,9	211	38
21	4,71	107,6	216	38
22	4,62	109,3	213	38
23	4,33	108,8	206	38
24	4,43	111,2	206	38
25	4,70	110,0	203	36
26	5,93	107,7	210	36
27	4,22	107,2	209	38
28	2,87	108,7	205	41
29	4,45	113,2	196	37
30	4,34	108,9	212	36
31	3,55	112,3	217	38
32	4,93	109,3	216	36
33	5,37	109,3	223	36
34	5,64	101,3	211	40

Da inzwischen ein weitere 800 mm ϕ Ofen aus N₆ Ergebnisse (Tabelle 14) lieferte, die mit denen der alten Ofen aus N₆ 1-4 nicht übereinstimmen, obwohl die Analyse des Mantelmateriale mit 6% Cr, 0,3 % Mo und 0,15 % V die normale Zusammensetzung eines N₆-Stahles aufwies, wurde in Analogie zu den Unterschieden bei Eisen gefolgert, dass die Unterschiede der Ölwerte von nicht erkennbaren Unterschieden der Ofenwandmaterialien abhängen.

Tabelle 14.

Ofen IX, 800 mm ϕ , N₆.

Nr.	E 99	V J	Fl. P.	St. P.
1	2,89	104,1	285	42
2	2,89	106,5	194	41
3	3,92	108,6	207	44
4	3,80	106,5	203	41
5	3,39	114,5	202	44
6	3,15	105,8	202	43
9	4,05	107,2	195	36
10	3,79	105,5	203	35
11	4,19	109,2	207	37
12	3,34	102,3	196	39
13	4,69	109,0	199	34
14	3,85	104,6	208	35
15	3,71	108,8	210	42
16	4,18	110,0	208	38

Als dann der erste der grossen 1200 mm ϕ Fe-Ofen eintraf (Ofen III), zeigten seine Werte (Tabelle 15) die richtigen Daten wie in den kleineren N₆-Ofen, dergleichen der 2. Ofen (Ofen III), der von einer anderen Firma stammte. (Tabelle 16).

Tabelle 15.

Ofen III, 1200 mm ϕ , Eisen.

Nr.	E 99	V J	Fl. P.	St. P.
1	4,17	96,4	208	37
2	5,55	110,7	231	34
4	5,78	107,0	228	34
5	6,56	107,0	224	35
6	6,15	108,0	220	34
7	6,55	107,7	225	33
8	5,37	107	228	32
9	4,12	95	215	33
10	5,50	111	230	35
11	5,19	108,9	223	35
12	5,35	108,7	230	35
13	5,42	105,8	231	36
14	5,89	109,8	228	37
15	4,53	108,8	218	36

Tabella 16

Ofen II, 1200 mm Ø, Eisen:

Nr.	E 99	V J	Fl. P.	St. P.
1	5,18	111,8	214	33
2	5,70	110,8	218	34
3	6,18	113,2	233	34
4	6,46	108,9	228	33
5	6,58	111,3	225	33
7	7,59	109,3	247	34
8	6,00	107,8	221	38
9	6,48	112,2	258	35
10	5,65	108,3	215	41
11	6,63	112,2	220	33
12	6,20	107,7	223	32
13	6,11	108,3	227	30
14	6,06	109,7	220	36
15	6,37	104,0	229	37
16	6,21	107,8	230	36
17	6,25	108,0	234	35
19	7,72	111,0	234	33
20	6,48	112,3	234	35
21	5,69	107,3	231	35
22	4,42	100,3	227	37
23	5,90	104,0	226	31
24	5,57	111,1	224	34
25	6,23	106,0	236	36

Die grossen Öfen konnten also ohne jede Oberflächenbehandlung (Aktivierung oder Passivierung) oder Einbau von anderen Einsätzen Öle mit richtigen Daten erzeugen. Die kleinen Fe-Öfen, von denen vermutet wurde, dass sie erst nach einer mehr oder weniger grossen Einlaufzeit richtig fabrizieren, haben ihre Werte zwar ganz langsam ein wenig verbessert (bis Charge ca. 300), bleiben aber doch erheblich unter den Anforderungen zurück. Da die grossen Fe-Öfen sofort richtige Daten lieferten, gleich welchen Fabrikats sie sind und welche Gas-Qualität, sie verarbeiten (die 4 Öfen in Schkopau zeigen dasselbe Bild), wird jetzt vermutet, dass die Unterschiede gegenüber den 2 kleineren Fe-Öfen nicht in der zufälligen Metall-Zusammensetzung des jeweiligen Ofen liegen. (Wenn die Öfen in Heydebreck und Moosbierbaum laufen werden, sind Öfen von 4 verschiedenen Firmen vergleichbar). Der wahre Grund des anomalen Verhaltens der 2 eisernen 800 mm Ø Öfen VII und VIII wird vielmehr darin zu suchen sein, dass an ihnen Herstellungs-Versuche vorgenommen worden waren, die nach Miblingen die Herstellerfirma zu beseitigen versuchte, so dass Verhältnisse vorliegen, die nicht mehr erkennbar und kontrollierbar sind.

Jene Öfen, die schlechtere Öle ergeben, sprechen nur äusserst wenig auf Variation der Versuchsbedingungen an. Die Hoffnung, mit den eisernen kleinen Öfen SS 903 sicher fabrizieren zu können, konnte auf die Dauer nicht ^{besser} verwirklicht werden als in den anderen Öfen. Ausserdem war die Farbe der anomalen Öle (SS 906 u. SS 903) sehr dunkel (undurchsichtiges blaugrün bis schwarzbraun) bei wenig erhöhtem Condensentest.

II. Die Rohpolymerisat-Aufarbeitung.

a) Alte Aufarbeitungsmethode:

Die Nachteile der auf Seite beschriebenen alten Aufarbeitungsmethode der Rohpolymerisate, Absitzenlassen der ungelöst gebliebenen Additionsverbindung in der Hitze und Ablassen des schweren Schlammes, waren folgende:

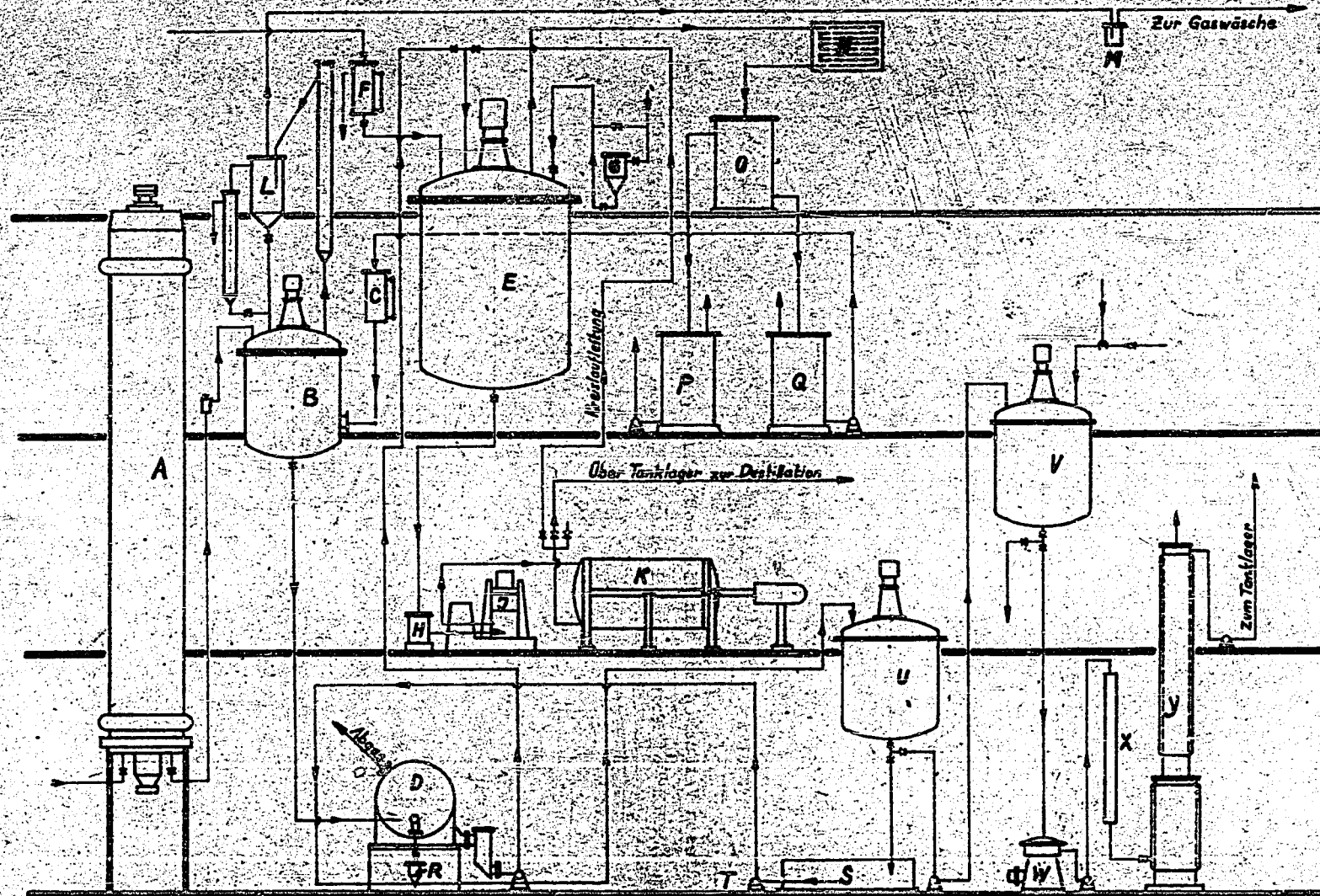
Es wurde viel Absitzraum benötigt und die Schlammablaßleitungen verstopften leicht. Auch das Einfüllen des Kalkes in die Zersetzerkessel zur Beseitigung der noch in Lösung befindlichen Additionsverbindung, war technisch noch nicht gelöst. Beim offenen Einfüllen in den Kessel trat starke Belästigung durch austretende Lösungsmittel- oder HCl-Dämpfe ein, Eintragvorrichtungen mit Förderschnecken versagten durch Zusammenbacken des Kalkpulvers infolge der Dämpfe des Kessels. Ferner war der mit dem Kalk ausfallende Schlamm schwer zu filtrieren und gab infolge stark ölhaltiger Filterrückstände hohe Ölverluste.

Um die Nachteile des Absitzens des Kontaktrückstandes zu beseitigen, wurde zusammen mit Alfa-Laval eine gasdicht geschlossene Tellerzentrifuge mit weiten Ausläufen entwickelt, die ein kontinuierliches Abtrennen des in der Wärme noch flüssigen Kontaktschlammes sofort nach der Polymerisation ermöglichte. Im Dauerbetrieb bewährte sich dann aber diese Art der Schlammabtrennung wegen nicht genügenden Durchsatzes infolge häufiger Reparaturen und ungenügenden Reinheitsgrades nicht. Vorschaltung einer Hauboldschen Schälzentrifuge zur Grobabtrennung des Schlammes gestattete zwar ein gleichmäßiges Arbeiten der Lavalschleuder, stellte aber auch noch keine befriedigende Lösung dar, da die Reinigung und Instandhaltung der Lavalschleuder viel Zeit erforderte und hohe Kosten verursachte.

Daher wurden laufend Versuche zur besseren Aufarbeitung des Rohöles durchgeführt. Versuche, das Öl durch Waschen mit Wasser, Laugen oder Salzlösungen zu zersetzen, ergaben durch ausfallendes Aluminiumhydroxyd immer sehr schwer filtrierbare oder zentrifugierbare Emulsion. Diese Art derausser Aufarbeitung wurde daher endgültig fallen gelassen.

Labor- und betriebmäßig wurde dann das Arbeiten mit methanolischen Lösungen von Alkalien und mit gasförmigen Ammoniak erprobt. Ausscheidung von NaCl bzw. Sublimation von NH_4Cl führte häufig zu Störungen durch Verstopfung von Leitungen oder bereitete Filtrationsschwierigkeiten, ausserdem machte sich die Löslichkeit von Chlorammonium im Öl sehr störend auch bei der anschliessenden Destillation bemerkbar.

Bei diesen Versuchen war nun die Beobachtung gemacht worden, dass durch geringe Mengen Methanol die im Öl gelösten Anteile der Additionsverbindung



6.6.44

ausgefällt werden können, ohne daß durch Hydrolyse Aluminiumhydroxyd gebildet wird und die im Schlamm enthaltenen unerwünschten Ölanteile in das SS-Öl gelangen, was bei Wasser, auch bei Verwendung geringer Mengen, der Fall ist.

Da diese Ausfällung auch bei Anwesenheit des an sich ungelösten Schlammanteiles durchgeführt werden kann, wurde die folgende Arbeitsweise eingeführt.
(O.Z. 13190).

b). Die jetzige Arbeitsweise ist in dem nebenstehenden Schema 53 dargestellt.

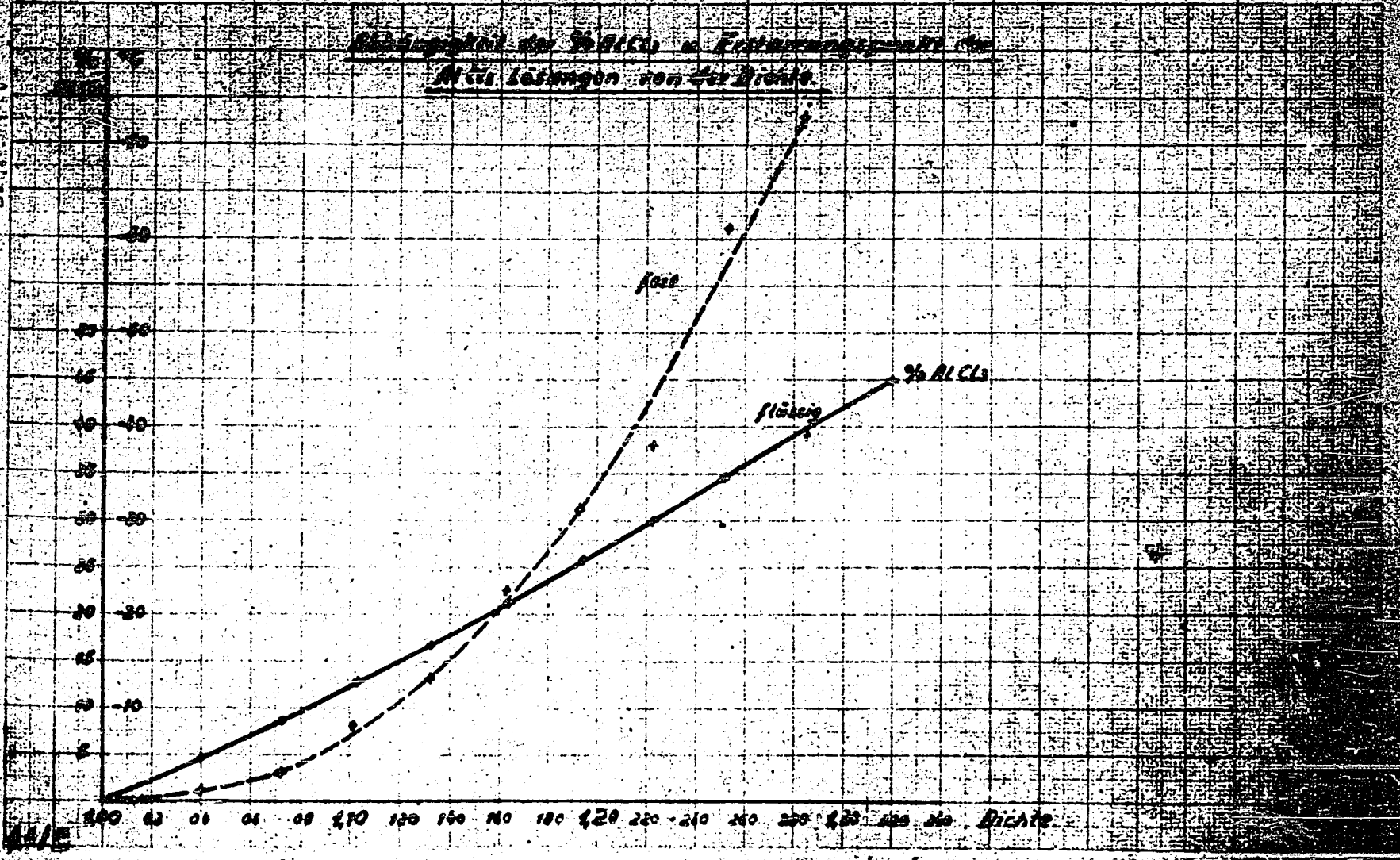
Das Rohpolymerisat des Autoklaven A wird bei 120° kontinuierlich in einen Rührkessel B, den sogenannten Vorzersetzer, entspannt, in den gleichzeitig Methanol aus C eingefahren wird. Hierfür wird das aus der Hauptzeretzung stammende Öl-haltige Methanol angewandt. Die Methanolmenge muss so dosiert werden, daß der dadurch ausgeschiedene Schlamm in den nachgeschalteten Schälzentrifugen D in der Wärme noch flüssig ausgetragen werden kann. Zu hohe Methanolmengen ergeben körnige Ausfällungen, was zu Störungen im Schälbetrieb Anlass geben kann, bei zu niedrigem Methanolzusatz verbleibt noch Rückstand im Öl, was dann bei der nachfolgenden Verarbeitung des Öles in der Hauptzeretzung zu schlecht filtrierbaren Kalkschlämmen führt. Als zweckmäßig hat es sich bei der Schlämmbtrennung in der Schälzentrifuge erwiesen, die nicht wie üblich im Chargenbetrieb zu fahren, sondern als Überlaufzentrifuge zu betreiben. Zur Sicherheit wurde daher ein zweiter Schäl nachgeschaltet. Alle 20 Min wird die Zufuhr vom Vorzersetzer B zum Schäl D unterbrochen, das in der Trommel überstehende Öl abgeschniffelt und der Rückstand durch Schäl entfernt. Die Menge des so aus der Charge eines 800er Autoklavens erhaltenen Rückstandes beträgt etwa 350 kg. Er besteht aus gleichen Gewichtsteilen $AlCl_3$ und KW-Öl. Mit kaltem Wasser zersetzt sich diese Doppelverbindung zunächst sehr träge. Nach einiger Zeit wird die Reaktion aber sehr stürmisch, so daß dabei das Wasser zum Kochen kommen kann.

Es wurde diese Zeretzung in einem Körting-Strahler mit gußeiserner Strahlröhre vorgenommen und zwar nicht mit reinem Wasser, sondern mit einer aus einer vorhergehenden Zeretzung stammenden Aluminiumchlorid-Lauge.

Der in der Schälzentrifuge D anfallende Öl- $AlCl_3$ -Schlamm wird aus dem Schlammbehälter R mittels des mit wässriger $AlCl_3$ -Lauge beschickten Strahlapparates fortgeführt. Diese $AlCl_3$ -Lösung wird aus der Laugewanne S mittels einer Ferroallicumpumpe T dem unter dem Behälter R befindlichen Körting zugeführt. Dieser fördert das entstehende Gemisch von $AlCl_3$ -Öl-Schlamm und $AlCl_3$ -Lauge in den Schlammzersetzer U. Hier erfolgt die vollständige Zeretzung des $AlCl_3$ -Öl-Schlammes durch ein 10-15 Minuten währendes Rühren.

Tabelle 53a

Abhängigkeit der Viskosität η von der Konzentration der AlCl₃-Lösungen von 0 bis 20%



POOR COPY

- 87a -

Nach dem Abstellen des Rührers trennen sich Öl und AlCl_3 -Lauge in 10-15 Minuten in zwei Schichten: oben das Öl, unten die Lauge.

Das Öl wird dem Rührkessel V zugeführt und dort nochmals mit heißem Wasser gewaschen zwecks Entfernung der restlichen geringen AlCl_3 -Mengen. Dann wird durch Dekantieren die Hauptmenge des Wassers und danach in einer Laval-Zentrifuge W das restliche Wasser abgetrennt. Das so erhaltene Öl hat noch einen Wassergehalt von 1 bis 1,5% und eine Säurezahl von 1 - 5. Es wird nun über den Vorheizler X, dem Laugeturm Y zur Neutralisation zugeführt. Dieser Turm wird mit einer 50%igen Natronlauge beschickt. Diese Lauge wird erneuert, wenn der NaOH-Gehalt auf 5% abgesunken ist. Bei dieser Neutralisation entsteht Aluminiumhydroxyd, das sich zum grössten Teil an der Wand des Turmes absetzt und dort abgestült werden kann. Der Rest geht zusammen mit dem noch 0,5% Wasser enthaltenden neutralisierten Öl ab zum Tanklager. Hier trennt sich das Wasser und das $\text{Al}(\text{OH})_3$ durch Absetzen gut ab und werden von Zeit zu Zeit abgelassen. Die Entnahme von Öl aus dem Tank zur weiteren Aufbereitung (siehe Abschnitt V) muss daher in einiger Höhe vom Tankboden erfolgen.

Die abgetrennte AlCl_3 -Lauge wird erneut dem Strahlapparat zugeführt. Dieser Kreislauf wird solange fortgeführt, bis die Dichte der Lauge 1,25 - 2,30 erreicht hat. Bei höherer Konzentration wird die Zersetzung des Öl- AlCl_3 -Schlammes unvollständig. Die ^{neben} nachstehende Tabelle 53b zeigt die Abhängigkeit der Dichte und des Erstarrungspunktes der AlCl_3 -Lösung von ihrem AlCl_3 -Gehalt.

Tabelle 53b

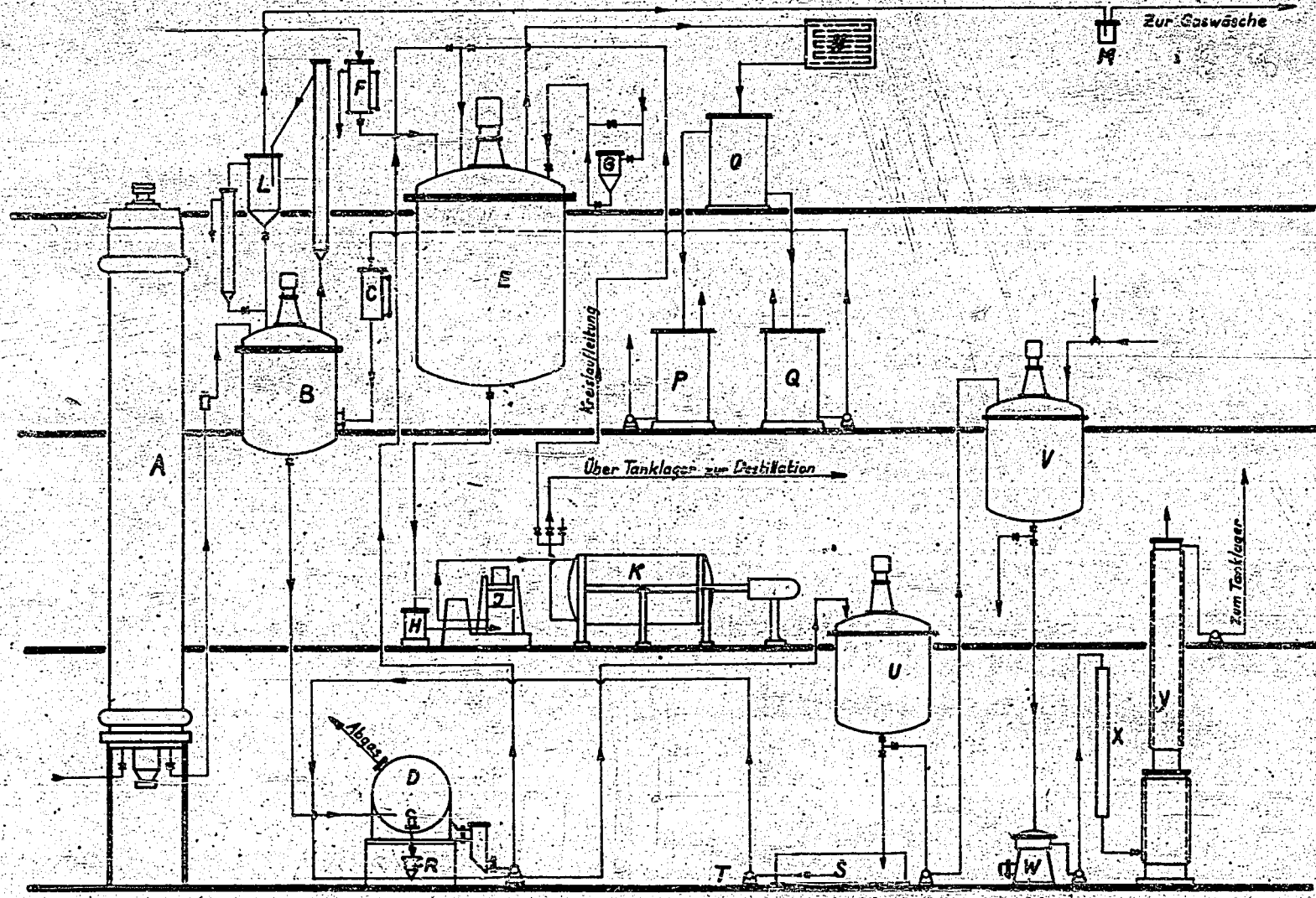
Korrosionen von Eisen -M₁- durch AlCl_3 -Wasser Gemische bei 20°C.

Gemisch	H ₂ O	9	8	7	6	5	4	3	2	1	0
Al-Lösung 40%		1	2	3	4	5	6	7	8	9	Lösung
Gewichts % Abnahme des M ₁ nach 785 Std.		0,69	1,50	1,52	1,0	0,91	0,76	0,41	0,2	0,1	0,08
Gewichts % Abnahme des M ₁ nach 1459 Std.		1,45	2,78	3,28	2,18	2,12	1,67	0,98	0,47	0,62	0,42

- 87b -

Die Tabelle 53b gibt Auskunft über das Korrosions-Verhalten der $AlCl_3$ -Lauge. Man erkennt, dass die stärkste Korrosion an Eisen durch 8-12%ige Lösungen bewirkt wird. Höher konzentrierte Lösungen wirken weniger korrosiv. Die obige Lauge mit der Dichte von 1,25 - 1,30 ist im allgemeinen gut haltbar. Nur bei längerem Lagern, etwa 3 Monate und mehr tritt infolge Hydrolyse die Bildung eines weissen Niederschlages an Oxychloriden und Hydraten auf. Von dem bei der Polymerisation angewandtem $AlCl_3$ wird auf die geschilderte Weise etwa die Hälfte wieder gewonnen. Die gewonnene $AlCl_3$ -Lauge wird weiter verarbeitet in der Gerbstoff-Fabrik des Werkes Ludwigshafen.

Schema 53



6.6.44

25

SK 80/2.5

Als vorteilhafteste Düsenkonstruktion dieses Strahlapparates hat sich die in der folgende Skizze wiedergegebene erwiesen: (Skizze 53a, siehe nebenstehend).

Beim Fahren mit einem Schälerepaar dauert die Verarbeitung einer Autoklavencharge (ca. 4,0 m³) etwa 1 1/2 Std.

Das geschälte Rohöl wird nun direkt in den Hauptzer-setzer E gepumpt (nicht mehr über den im Schema Seite 36 angegebenen Sammelbehälter). Das Öl, dessen Säurezahl von 2-3 mg KOH noch von Salzsäure herrührt, wird jetzt solange mit geringen Mengen Frischmethanol aus Meßgefäß F verrührt, bis alles HCl mit dem Methanol andestilliert ist. Die letzten Spuren werden durch Kalk neutralisiert, der auch die geringen noch vorhandenen Al (OH)₃-Mengen aufnimmt und eine gute Filtrierbarkeit bewirkt. Sehr bewährt hat sich eine pneumatische Förderung des Kalkhydratpulvers aus einem Einblastopf C₂ mit Stickstoff (s. Skizze 54 auf Seite 91).

Der Ölkalkschlamm wird danach über den vorgeschalteten Steinschneider H der Drillingspumpe I zugeführt und von dieser in die Filterpresse K gedrückt. Solange das Öl die Filterpresse unklar verläßt, soll das Trübfiltrat durch die Kreislaufleitung in den Hauptzer-setzer E zurückgefahren werden; erst nach Erreichen völliger Klarheit wird auf das Tanklager umgeschaltet, von wo aus dann das Öl in die Destillation gelangt.

Die bei der Entspannung des Rohpolymerisates in den Vorzer-setzer B freiwerdenden Gase gehen über die Vorlage L und die Öltauchung M zur Rückgaswaschung. (siehe Schema 53)

Die bei der Hauptzer-setzung entweichenden Dämpfe werden im Igelitkühler N kondensiert. In der Scheideflasche O trennen sich Vorlauf und Methanol. Der Vorlauf geht über den Anfallbehälter P in den Prozess zurück, das saure Methanol wird vom Anfallbehälter Q aus dem Meßbehälter C in der Vorzer-setzung zugeführt.

Die in den Filterpressen enthaltenen Kuchen enthalten noch ca. 50% Öl. Durch Extraktion mit Vorlauf, der dann mit dem Rohöl zusammen zur Destillation geht, und anschließendes Ausblasen des heißen Kuchens mit Stickstoff ist ein trockener, leicht entfernbarer Kuchen zu erhalten. Er scheint ölfrei zu sein, enthält aber doch noch beträchtliche Mengen Öl, wie mit den folgenden Methoden gezeigt werden kann.

1. Probe: Durch Extraktion mit Äther werden 40% ätherlösliche Teile extrahiert.
2. Probe: Durch Erhitzen im Vacuum destillieren 21,5 % Öl über; durch Tiefkühlung sind weitere 15,5 % Wasser und 10,0 % Vorlauf gewinnbar.
3. Probe: Nach Auflösen des Kalkes in verd. HCl verbleiben 27 % Öl über der CaCl₂-Lösung.

Bei der Durchführung der Versuche der letzten Art wurde beobachtet, daß der Filterrückstand beim Eintragen in Wasser von 90° eine Reaktion unter Aufschäumen zeigt, bei der Wasser in den Kalk geht und das Öl aus ihm verdrängt. Der reine ölfreie Kalk setzt sich im Wasser ab, auf ihm schwimmt das Öl (O.Z. 14 328). Eine völlig trockene, nicht zerkrümelnde Kalkprobe ergibt so 20% Öl, das bei der Destillation 62,5 % Dest.-Rückstand ergibt mit folgenden Werten:

Viskosität	38°C	:	68,5 E°
"	99°C	:	5,01 E°
V J			112,2
Stockpunkt			- 35,5
Flammpunkt			223
Coaradsontest			0,063

Das im Kalk zurückbleibende Öl ist daher wie das abfiltrierte SS-Rohprodukt zusammengesetzt und hat nach Andestillieren die Werte des SS-Öles, wobei die Farbe manchmal etwas dunkler als die des SS-Öles ist. Die Siede-Analyse des aus dem Kalk gewonnenen Öles erscheint überraschend, da bei einem anderen Versuch festgestellt wurde, dass (nach der im Betrieb üblichen Spülzeit der Filterpresse mit Vorlauf) der abgehende Vorlauf nur noch wenig Öl hatte:

Spülzeit	% Vorlauf des Spülfiltrates
15 Min.	64 %
20 "	77 "
30 "	83,3 "
40 "	95,5 "
50 "	94,4 "
60 "	97,2 "

Trotzdem enthält der Kalk mehr dickes Öl und weniger dünnen Vorlauf als der abgehende Spülvorlauf.

Im Betrieb wird der Kalk eingetragen in die dreifache Menge Wasser von 90°C in einem Kessel, in dem sich ein Ankerrührer knapp über Boden und Wand langsam dreht (20 Touren/Min.). Dabei wird der durch die Reaktion speckig werdende Kalk ohne Aufwirbelung langsam durchgeschnitten, so daß die Entmischung eintreten kann. Nach einer Absitzzeit von 1/2 - 1 Std. wird in die Wasserzone Wasser durch ein ringförmiges horizontales Rohr eingeführt, wobei der Ölspiegel gehoben wird. Das Öl wird so lange durch den Zulauf von Wasser aus einem am höchsten Punkt des konischen Deckels angebrachten Stutzen auslaufen gelassen,

bis Wasser überläuft. Nach Einschalten des Ankerrührers wird der Kalkschlamm durch den unteren Statzen am Kesselboden durch eine Kreiselpumpe in die Schlammeleitung zur Halde gepumpt.

Neben der Ölgewinnung wird so der Kalkschlamm auf eine saubere und bequemere Art beseitigt, als früher durch Verladen mit der Hand auf die Lore.

Am grössten ist die Reaktionsfähigkeit des Kalkschlammes mit heissem Wasser unmittelbar nach dem Ausräumen aus der Presse. Wenn der Kalkschlamm einige Tage liegt, verschwindet seine Reaktionsfähigkeit, wahrscheinlich durch Wasseraufnahme, wodurch die letzten Spuren von noch nicht abgelöstem CaO verschwinden (dessen Vorhandensein für das Gelingen der Reaktion vermutlich notwendig ist).

Diese Kalkbehandlung ist gerade lohnend bei Störungen an den Filterpressen (z.B. bei der Darstellung von SS 903), da dann die Filtrerrückstände besonders ölreich sind. Die auf diese Weise gewinnbare Ölmenge wird auf durchschnittlich 25% des anfallenden Kalkfilterkuchens geschätzt. Bei einem Verbrauch von 30 Moto trockenem Ca(OH)_2 entsprechend einer Kapazität von 10.000 Jato SS 906 wären dies ca. 10 Moto Öl. Vom 11. 9. 1943 bis 13.10.1943 (33 Tage) wurden in Me 126 25,740 m³ Öl gewonnen, das sind etwa 20 t pro Monat bei einem täglichen Anfall von 0,2 - 1,5 m³ (im Durchschnitt 0,78 m³). Diese Mengen wurden in das SS-Filtrat gegeben, da wiederholte Prüfungen dieselben Zusammensetzungen und gleiche Werte ergaben.

g) Betriebsverfahren: Für den Betrieb der Rohölaufarbeitung muss auf die folgenden Punkte besonders hingewiesen werden:

Da bei der Vorzersetzung dem Rührkessel das saure Methanol nur aus einem Messgefäß über ein Schauglas zugeführt wird und die Mengemessung des unter wechselnden Drucken zwischen 60 und 0 atü stehenden heissen schlammhaltigen Rohpolymerisates bisher noch nicht gelöst ist, kommt es an dieser Stelle auf besonders erfahrene und zuverlässige Bedienung an.

Beim Beschicken der Schäl器 muss auf möglichste Gleichmässigkeit des Zulaufs geachtet werden. Das gilt besonders für den jeweiligen ersten Schäl器 des Paares durch Kontrolle des Amperemeters, dessen angeordnete Ampèrezahl nicht überschritten werden darf, um den Motor nicht zu überlasten. Diese gleichmässige Zufuhr zum Schäl器 bewirkt ausserdem rückwärts eine gleichmässige Entspannung des Rohpolymerisates in den Vorzersetzer, da der Vorzersetzerfahrer nur einen konstanten Stand in seinem Kessel zu halten hat.

Während desfahrens ist bei beiden Schälern der Ölstand im Schauglas der Anfallbehälter dauernd zu beobachten. Sollte der Stand im Schauglas plötzlich ansteigen, ein Zeichen dafür, dass die Produktpumpe nicht arbeitet, ist als erstes sofort der Schälermotor auszuschalten, dann erst das Zulaufventil vom Vörsersetzer zu schliessen. Hierdurch kann vermieden werden, dass das plötzlich im Trommelraum angestiegene Öl auf die Schälertrommel als Flüssigkeitsbremse wirkt und der Schälermotor durch Überlastung durchbrennt.

Obwohl zur Vermeidung des Durchbrennes des Motors in die Produktvorlage eine Stickstofftauschung eingebaut wurde, in der bei Anstieg von Flüssigkeit der Druck ansteigt und den Schälermotor ausschalten soll, sind die Schälerfahrer über die Wichtigkeit dieser dauernden Kontrolle des Standglases zu unterrichten.

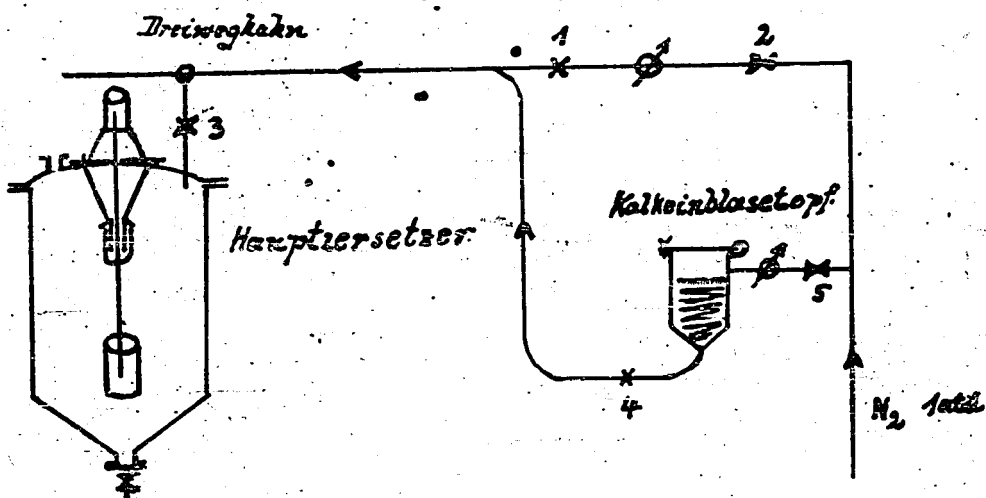
Das Schnüffeln hat langsam zu erfolgen, um eine saubere Trennung von Öl und Schlamm zu ermöglichen, ebenfalls danach das Schälen, um dabei zu hohe Stromaufnahme zu vermeiden. Auf keinen Fall darf ohne Anweisung die Feineinstellung an der Hydraulik von Schnüffelrohr und Schälermesser verstellt werden.

Zur Schmierung des Schälers ist zu beachten, daß im Ölkasten der Ölstand ausreichend, das Druckmanometer anzeigt, aber nicht über 0,1 atü steht und das Kühlwasser läuft.

Um ein einwandfreies Arbeiten der pneumatischen Kalkförderung bei der Hauptzersezung zu gewährleisten, hat das Einblasen des Kalkhydratpulvers in folgender Weise zu erfolgen:

Zeichnung 54

Pneumatische Kalkförderung.



26/E

SK 80/19

- 1.) Das Kalkeinblasgefäß wird gefüllt.
- 2.) Hahn 1 öffnen, dann langsam Ventil 2, bis auf der Leitung ein Überdruck von 0,1 atü steht.
- 3.) Hahn 3 öffnen. Stickstoff strömt schwach in den Hauptersetzer und verhindert damit ein Eindringen von Kohlenwasserstoffdämpfen in die Leitung.
- 4.) Hahn 4 öffnen und mittels Ventil 5 Druck von 1 atü auf den Einblasetopf stellen, bis das Gas ungehindert durchströmt. Dann 5 und 4 schliessen.
- 5.) Hahn 3 schliessen, denn Ventil 2.

Die Filterpressen sind laufend zu kontrollieren, damit beim Schliessen mit der hydraulischen Pumpe nicht auf über 250 atü gepresst wird. Um eine zu starke Beanspruchung der Filtertücher zu vermeiden, sollen die Überdruckventile an den Drillingspumpen bei 8 atü ablassen. Bei der Reinigung der Presse besonders auf Sauberkeit der Dichtungsflächen (vor allem unten) achten und Dichtungen vor Zusammenbau mit Öl-Graphit einreiben. Als Dichtung wurde anfänglich 8 m/m starke Lederschnur, dann jahrelang 3 m/m starke Pappe angewandt. Da diese jedoch infolge Qualitätsverschlechterung nur noch äußerst mangelhafte Haltbarkeit aufweist, soll zu 8 mm starken Dichtungsschnuren aus PC-Material oder Perbunan übergegangen werden.

Für die Filtration in den Pressen der Zersetzung werden doppelte Igelitttücher angewandt. Ein feines, sehr dicht gewebtes PC-Tuch, das auf das perforierte Blech kommt und darüber ein grobes PC-Gewebe, das die zum Abspachteln der Kuchen erforderliche mechanische Festigkeit besitzt.

Bei nachlassender Filtration oder bei Anfall von Trübfiltrat werden die Tücher ausgebaut und mit Salzsäure und Tetra gewaschen. Vor weiterer Benutzung werden die Tücher auf dünne Stellen oder Risse untersucht und geflickt. Auf diese Weise halten die Tücher 30 - 50 Waschungen aus.

Zur Reinigung der PC-Tücher hat sich die folgende Arbeitsweise bewährt:

Die von der Presse kommenden verschmutzten Tücher werden in Wasser von etwa 60° über Nacht eingeweicht. Dann werden sie auf einem Tisch abgspachtelt und mit Wasser nachgebürstet. Die Tücher kommen anschliessend einen halben Tag in 3%ige Salzsäure, wodurch der Kalk in den Poren des Gewebes gelöst wird, werden dann in Wasser abgespült und abtropfen gelassen. Die noch an den Tüchern haftenden Ölreste werden in Tetra abgewaschen und die Tücher danach zum Trocknen aufgehängt. Vor Wiedereinbau wird der Zustand der Tücher auf einer von unten beleuchteten Glasplatte kontrolliert, schadhafte Stellen werden unter Verwendung von spezialisiertem PC-Lösung geflickt.

2) Korrosionsschutz

Besonders gross waren anfangs im Zersetzerbau die durch Salzsäuredämpfe auftretenden Korrosionsschwierigkeiten, besonders in den Kondensationszonen, also an den Deckeln der Vor- und Hauptzersetzer und ihren Abgasleitungen. Die normalen Schutzmaßnahmen gegen Salzsäure versagten unter den hier vorliegenden Verhältnissen: salzsaures Methanol, Temperaturen von 90-120° und Anwesenheit von niedrigsiedenden aliphatischen Kohlenwasserstoffen.

Folgende Auskleidungen wurden an 2 m³ Rührkesseln im Betrieb ausprobiert:

- 1.) Ausspachtelung des Deckels mit Asplit und ein darauf angebrachter Überzug von Höchster Kitt S7 20 bewährte sich nicht, da der Kessel abwechselnd kalt und heiß gefahren wurde, platzte die Schutzschicht bald ab, besonders an den Schweißnähten und Kanten.
- 2.) Das Auftragen einer elastischen Zwischenschicht von Oppanol B 200 zwischen Deckel und Asplit-Höchster-Kitt führte durch Quellung des Oppanols bereits nach wenigen Chargen zu vollständigem Reißen der Schutzschicht.
- 3.) Ein Hartgummiüberzug aus Para Hart 28 (Naturkautschuk) begann sich bereits nach einma Tage vom Deckel abzulösen. Nach 8-tägigem Betrieb war die Gummierung vollständig zerstört.
- 4.) Bewährt hat sich in 12-monstiger Betriebszeit eine auf den Deckel aufgetragene 5 mm starke SFIL-Hartgummischicht (Naturkautschuk + 50% Graphit). Die Gummierung behielt während dieser Betriebszeit ihre volle Festigkeit und zeigte auch oberflächlich keine wesentliche Veränderung durch die salzsauren KW-Dämpfe. In gleicher Weise wurden auch die gefährdeten Rohrleitungen erfolgreich geschützt. Als Dichtungsmaterial wurde der gleiche Gummi, jedoch nicht voll ausvulkanisiert, verwendet.
- 5.) Als obiger Naturkautschuk nicht mehr geliefert werden konnte, wurde bei der Erweiterung der Zersetzeranlage zu den damals lieferbaren Bunasorten übergegangen. Sie erwiesen sich jedoch als völlig ungeeignet, sie wurden brüchig und platzten ab.

Folgende Korrosionsschutzmaßnahmen finden jetzt Anwendung:

Als Auskleidung der 5 und 10 m³ Rührkessel in der Flüssigkeitszone hat sich eine Ausmauerung mit säurefesten Formsteinplättchen seit mehreren Jahren bewährt. Die mit Nut und Feder versehenen Plättchen werden in 2 Schichten mit versetzten Fugen auf einer Gummiunterlage aufgebracht und mit Höchster Kitt S7D 20 verfügt.

Der Schutz der Deckel und Rührer geschieht folgendermaßen:

Vorzersetzer Deckel: Neoresit Einbrennlack und aussen Isolierung

Welle: Eibrennlack

Hauptersetzer Deckel: ausgemauert

Konus: Emaille oder Asplit

Welle: ungeschützt.

Korb für Tauchung : gummiert

Kühler an Hauptersetzer: Igelit (Ausführung Dr. Henning & Dipl.-Ing.
Gebauer, Leuna)

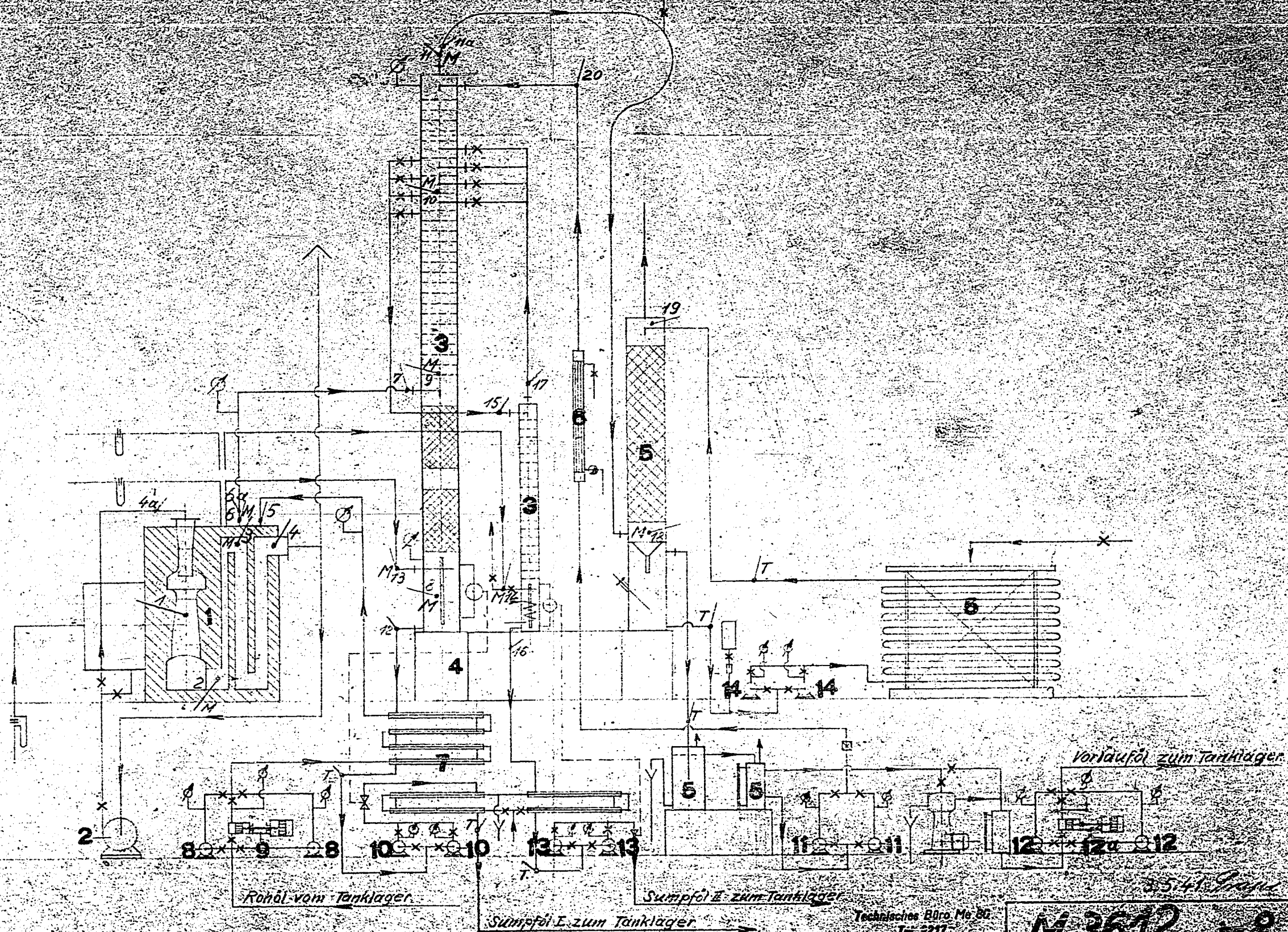
Gaswaschtürme: ausgemauert.

Als Material für alle gefährdeten Leitungen und Armaturen mit Temperaturen unter 80° wird mit bestem Erfolg Igelit angewandt, für kalte Gefäße wie Scheidflaschen, Tauchungen etc. Igelitanskleidungen.

Als Pumpen finden Anwendung:

Für saures Methanol Forzellanpumpen

Für sauren Vorlauf: Steinzeugpumpen, die jetzt jedoch durch die haltbareren Ferrosiliziumpumpen (Fesi) ersetzt werden.



5. Mai 1941

Technisches Büro Me 80
Tel. 5217
1.10.41/05

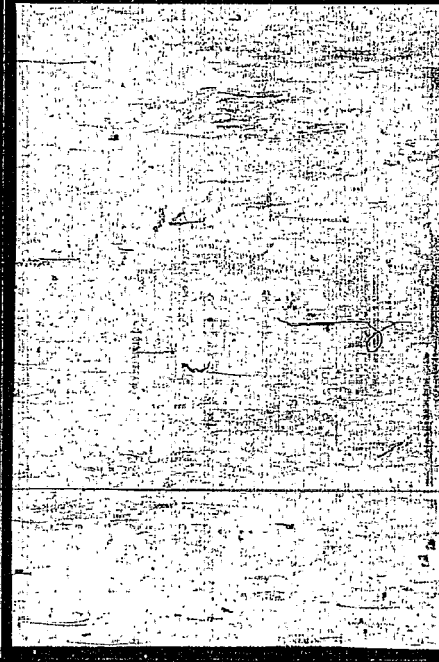
M 3612 - 8

POOR COPY

SAFE

III. Destillation.

Über die in Ms 126a befindliche Destillationsanlage IV gibt die beiliegende Zeichnung 55 (M 3542-8) und das nachstehende Bild 56 Auskunft.



Das vom Tanklager durch die Pumpen 8 oder 9 angesaugte Rohöl gelangt über den Wärmetauscher 7 und den Pipestill 1 zur Kolonne 3. Der Ofen ist als reiner Konvektionsofen mit horizontal gelagerten Rohren ausgestattet und wird durch einen selbst ansaugenden Brenner beheizt. Durch die Wälzgebläse 2 wird eine höhere örtliche Überhitzung der Rohre verhindert. Die Kolonne 1000 mm \varnothing ist von der Produktionseinspritzung an aufwärts mit 25 Glockenböden ausgerüstet, von der Einspritzung bis zum Sumpf ist sie zur leichteren Reinigung mit einer Raschigringfüllung beschiekt.

Das flammpunktgerichte Öl wird aus dem Sumpf über den Wärmetauscher 7, die Pumpe 10 und einem nachgeschalteten Kühler zum Tanklager abgezogen. Aus einem Boden in mittlerer Höhe kann eine höher siedende Vorlauffraktion

abgezogen und einem Stripper 3a zugeführt werden, einer Nebenkolonne von 500 mm ϕ mit 2 Glockenböden, wo sie mit Dampf ausgeblasen wird. Der Stripper wird periodisch eingeschaltet, wenn sich in dem zur Polymerisation verwendeten Vorlauf eine genügende Mengedieses als V Öl bezeichneten Zwischenfraktion etwa 20 - 30% des gesamten Vorlaufs angereichert hat.

Aus dem Rohpolymerisat wird in dieser Anlage das über 330° bzw. 300° siedende SS-Öl mit einer Viskosität von 6 E°/99 bzw. von 3 E°/99 als Rückstandsöl im Sumpf der Kolonne abgezogen. Die Ausbeute an diesem Sumpfprodukt beträgt ca. 50 - 55%. Um den gewünschten Flammpunkt von über 225° zu erhalten, werden in den Kolonnensumpf ca. 10% (bez. auf angewandtes Rohprodukt) überhitzter Dampf eingeblasen. Der Rest des Rohpolymerisates von 45 - 50% fällt als Kopfprodukt an. Durch im filtrierten Rohpolymerisat noch vorhandene Chlorverbindungen wird beim Destillationsprozess mit Wasserdampf in geringer Menge Salzsäure frei, die in den Kondensationszonen zu starken Korrosionen Anlass gab.

In den Kopf der Kolonne eingeblasenes Ammoniak beseitigte wohl die Korrosion, führte aber in den nachgeschalteten Wechselkühlern infolge Chlorammoniumscheidungen zu Verstopfungen, deren Beseitigung zu neuen Störungen Anlass gab.

In den Kopf der Kolonnen eingeblasenes Ammoniak beseitigte wohl die Korrosion, führte aber in den nachgeschalteten Wechselkühlern infolge Chlorammoniumscheidungen zu Verstopfungen, deren Beseitigung zu neuen Störungen Anlass gab.

Die Kondensation wurde daher in einem Einspritzkühler 5 vorgenommen, der einen schwach alkalisch gehaltenen Kühlwasserkreislauf besitzt. Zu beachten ist nur, dass der Kolonnenkopf und die Destillatübergangsleitung bis zum Kühler einwandfrei isoliert werden, sodass darin keine Kondensation stattfinden kann. Diese erfolgt erst im ausgesteinten Einspritzkühler. Da dieser Kühler normalerweise schwach alkalisch betrieben wird, durch Bedienungsfehler aber auch schwach sauer werden kann, muss die Verfügung der Steine mit Asplit A vorgenommen werden, das gegen beide Beanspruchungen widerstandsfähig ist.

Die Betriebsweise des Kühlers 5 ist die folgende: Das Gemisch aus Vorlaufdampf und Wasserdampf strömt in dem Einspritzkühler von unten nach oben, wobei er durch das herunterrieselnde im Kühler 5a gekühlte Kreislaufwasser kondensiert wird. Der grössere Oberteil des Kühlturmes ist mit Raschigringen gefüllt, das Unterteil ist als Scheideflasche ausgebildet. Dieser Unterteil des Turmes oder die am Boden angebrachte Abflussleitung für das Kreislaufwasser enthält die Elektrode, mit deren Hilfe vom Bedienungsstand aus der P_H -Wert kontrolliert wird. Die Regulierung der Alkalität des Wassers erfolgt durch Zutropfenlassen von möglichst schwacher, zweckmäßigerweise höchstens 5%iger Natronlauge auf der Saugseite der Wasserkreislaufpumpe 14. Durch diese

Leitung wird aus dem Unterteil der Kühlturmtrennflasche nur Wasser angesaugt und durch den Kühler 5a dem Kopf des Raschigteiltes wieder zugeführt. Das gesamte Destillat der Kolonne einschliesslich des Kondensates aus dem Einspritzdampf gelangt durch eine höher liegende Leitung aus dem Kühlturmsumpf zu einer Scheidflasche 5b. In dieser Flasche wird das Wasser vom Gesamtdestillat abgetrennt. In der nachgeschalteten Vorlaufpufferflasche 5c gewährleistet der untere Ablauf eine konstante Versorgung der Kolonne mit Rückfluss, der durch die Pumpe 11 und den Vorwärmer 6 dem Kolonnenkopf zugeführt wird. Durch die obere Ablaufleitung gelangt der angefallene Vorlauf über eine geschlossene Lavalschleuder 13 zum Tanklager, um von da aus erneut der Polymerisation zugeführt zu werden. Eine sorgfältige Entwässerung ist für die Brauchbarkeit des Vorlaufs zur Polymerisation unerlässlich.

Das nächste Schema 57 liefert die Betriebsdaten der Anlage bei einer Belastung von 4000 l/h.

Über die Wirkungsweise und den Zusammenbau der Lavalschleudern ist folgendes zu sagen: (siehe beiliegendes Schema 57a)

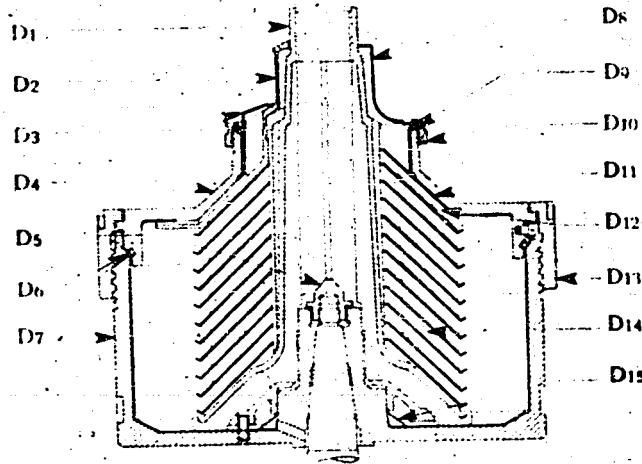
Die Trommel wird für beide Ölreinigungsmethoden gebraucht,

- als Purifikator zur Trennung von zwei Flüssigkeiten mit verschiedenen spezifischen Gewichten (R-Öl und Destillation)
- als Klarifikator zur Flüssigkeitsreinigung, also zur Ausscheidung von festen Stoffen, wie Schmutz und Bleicherde und (oder) auch von geringen Mengen Flüssigkeit, wenn diese Menge nicht grösser ist, als im Schlammraum der Trommel aufgenommen werden kann (Fischerei).

Der Zusammenbau der Trommel für die beiden Trennungsmethoden geschieht folgendermassen:

	Purifikator	Klarifikator
Oberteller	mit Hals	ohne Hals
Regulierscheibe	ohne Hals a)	mit Hals
Unterteller	mit Zulauflöchern	ohne Zulauflöcher
Wasserverschluss	ja b)	nein

Zeichnung 57a



für Purifikation
angeordnet.

für Klarifikation
angeordnet.

Abb. 4.
Die Separatortrommel.

- | | | | |
|----|---|-----|---|
| D1 | Verteller | D8 | Regulierscheibe mit Hals (nur für
Klarifikation) |
| D2 | Oberteller mit Hals (nur für
Purifikation) | D9 | Kleiner Gummiring |
| D3 | Regulierscheibe ohne Hals
(nur für Purifikation) | D10 | Kleiner Verschlussring |
| D4 | Trommeldeckel | D11 | Oberer Zwischenteller (nur für
Klarifikation) |
| D5 | Kapselmutter | D12 | Ergänzungsteller (nur für Klari-
fikation) |
| D6 | Großer Gummiring | D13 | Großer Verschlussring |
| D7 | Trommelkörper | D14 | Zwischenteller |
| | | D15 | Siebring |

10000.
26/8

85

SK 88/21

21 a) Die Purifikatortrommel wird für die Trennung von Gemischen mit verschiedenen spezifischen Gewichten eingestellt, indem man den Durchmesser der Auslauföffnung für die schwerere Flüssigkeit verändert. Dazu dienen die mit verschiedenen grossen Innendurchmessern versehenen Regulierscheiben. Die Öffnung soll umso kleiner sein, je schwerer und dicker die leichtere Flüssigkeitskomponente oder je grösser der Zufluss ist.

21 b) Bei Inbetriebsetzung der Maschine ist darauf zu achten, dass die Trommel mit der schwereren Flüssigkeit (gewöhnlich Wasser), gefüllt wird. Die Flüssigkeit wird (bei geschlossener Type nach Entfernung der Einfüllschraube) solange in den Separator eingefüllt, bis sie am Schauglas vorbei fliesst. Auf diese Weise ist der Flüssigkeitsverschluss in der Trommel gebildet, der nun verhindert, dass die leichtere Komponente zusammen mit der schweren durch den Wasserablauf entweicht.

Allgemein ist beim Zusammenbau darauf zu achten, dass die Teller in der richtigen Nummernfolge eingelegt werden (Nr. 1 unten) und dass die mit Linksgewinde versehenen Verschlussringe soweit anzuziehen sind, bis sich die Marken ϕ gegenüberstehen.

Rohprodukt: Siedebeginn 100°
 bis 330° ca. 45%
 d_{20} 0,820
 M.G. : 400°

	Vorlauf	V 120	SS Öl als Rückstand
Siedegrenze	330 - 250°	250 - 330°	330°
d_{20}	0,778	0,815	0,850-55
Mol.-Gewicht	155	238	800

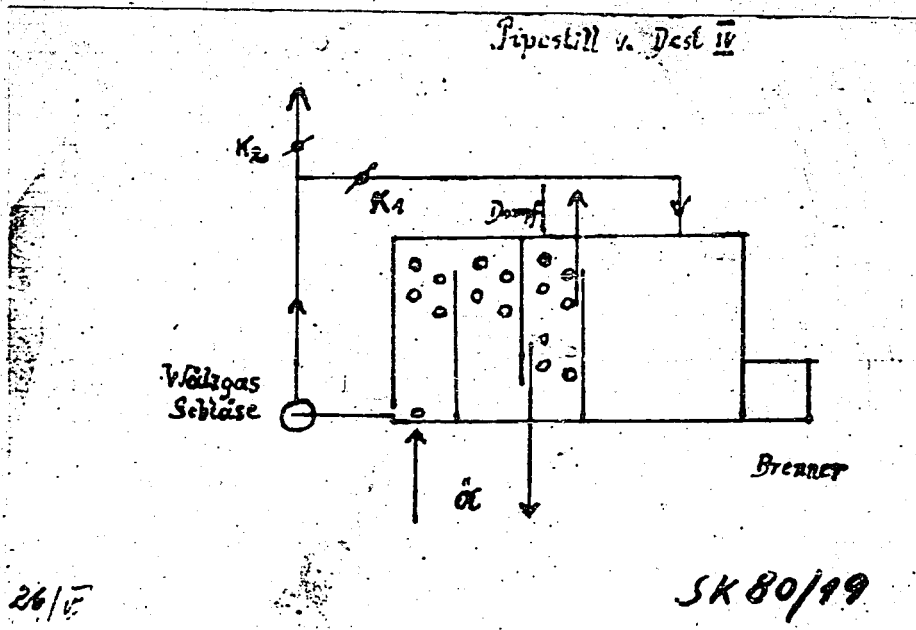
Die wichtigste Temperaturstelle die beim Betrieb der SS-Öl-Destillation besonders zu beachten ist, ist die Heizgastemperatur vor den Ölröhren, die 400° nicht wesentlich übersteigen soll, um Schädigungen des Öles zu vermeiden.

Im übrigen sind für den Betrieb noch folgende Erfahrungen zu erwähnen:

Soll der kalte CFM eingeschaltet werden, mit die Temperaturerhöhung selbstverständlich sehr langsam zu erfolgen (1-2 Tage), um Eisbildung im Ofenmauerwerk zu vermeiden.

Zünden des Ofens: nur in Gegenwart des Meisters. Vor jedem Zünden ist der Ofen 15 Min. mit Luft zu spülen. Bei Vorhandensein eines Wälzgasgebläses geschieht das folgendermaßen:

Skizze 58



- 1.) Wälzgasgebläse einschalten
- 2.) Ausgangsklappe K_1 schliessen.

Nach dem Spülen wird K_1 geöffnet und K_2 so stark gedrosselt, dass am Brennermanometer ein Unterdruck von höchstens 40 m/m herrscht. Jetzt erst wird die Lunte eingeführt und langsam das Gasventil geöffnet. Hat der Brenner gezündet, werden K_1 und K_2 auf die ermittelte Normalstellung gebracht.

Plötzliches Abstellen der Anlage:

- 1.) Gas so weit als möglich zurückfahren (Ülausgang bis 150°) oder ganz schließen.
- 2.) Rückstand auf Kreislauf stellen
- 3.)

Falls Stand in Kolonne verschwindet, mit Durchsatzpumpe Rohprodukt nachfahren bis Sumpf wieder erscheint.

Stromausfall:

- 1.) Gas abg.
- 2.) Für Rückstandsförderung Duplexpumpe einschalten.
- 3.) Rückstand am Kreislauf schalten.
- 4.) Duplexpumpe für Destillat einschalten.
- 5.) Sämtliche Schalter der ausgefallenen Pumpen, der Zentrifugen und des Gebläses ausschalten.

Plötzlicher Druckanstieg vor dem Ofen kann zurückzuführen sein auf Wasser oder Methanol im Rohprodukt, das plötzlich in der Rohrschlange verdampt, was bei Umschalten auf frischen Tank möglich ist. Umschalten auf nächsten Tank und Ablassen des vorhandenen Sumpfes.

Differenz Druckschreiber der Kolonne zeigt plötzlich Druck: Fallen dabei die Temperaturen der einzelnen Böden nacheinander von unten nach oben, so ist das ein Zeichen dafür, daß die Kolonne langsam vollläuft.

- Ursache z.B.:
- 1.) Rückstandspumpe setzt aus.
 - 2.) GST-Sumpfstandregler öffnet nicht.
 - 3.) Rückstandskühler fährt zu kalt.
 - 4.) Verstopfung am Sumpfeingang des Wärmetauschers.

Der Druckanstieg am Schreiber kann auch davon herrühren, dass eine der Meßleitungen verstopft oder zugefroren ist.

Elektrode: Das Zutropfen der Lauge in die Saugleitung vor der Wasserkreislaufpumpe hat in dem Tempo zu erfolgen, daß der MV-Schreiber nicht unter $(=27 \text{ MV})_{\text{PH}7}$ sinkt, da sonst das Kreislaufkühlwasser sauer wird und korrodierend wirkt. Auf Werte über 30 KV zu fahren, ist aber ebenfalls zu vermeiden, da bei zu stark alkalischen Wasser die Trennflasche infolge Emulsionsbildung nicht mehr arbeiten kann. Es ist zweckmäßig, die Konzentration der zutropfenden Lauge nicht über 5% zu wählen.

Am Kopf des Einspritzkühlers lassen Kohlenwasserstoffdämpfe ab: Wasserkreislaufpumpe fördert nicht oder Wasserkreislauf ist nicht gefüllt, Kondenswasser nachfüllen.

Durch die Wahl der Destillationsbedingungen hat man es einigermaßen in der Hand, Viskositätsschwankungen im SS-Öl, die durch Schwankungen oder Unregelmäßigkeiten von der Gas-, Kontakt- oder Badierungsseite her bei der diskontinuierlichen Fahrweise in gewissen Grenzen auftreten, wieder auszugleichen.

Um den Einfluss kennen zu lernen, den der Destillationsgrad auf ν , Stau-
punkt und Flammpunkt ausübt, wurden verschieden polymerisierte Öl-Öle ver-
schieden stark spezialisiert und die Daten der erhaltenen Rückstände be-
stimmt. Hierbei dienen die beiden ersten Tabellen, die dünner polymerisierte
Öle enthalten, vor allem zur Einstellung niedrigviskoser Kaltstartöle.

Tabelle 59

<u>Dest. i. Vak. bis</u>		Gew %	ν_{99}	VI	Fl.P.	St.P.
150°						
<u>3.4° E</u> <u>121-199</u>	110°	55,6	1,77	132,0	148	-53
	120°	64,8	1,84	130,8	158	-51
	130°	62,0	1,94	126,8	159	-48
	140°	59,0	2,08	123,7	176	-45
	150°	54,5	2,41	119,4	184	-41
<u>4.4° E</u> <u>121-199</u>	110°	77,0	2,42	128,5	160	-50
	120°	70,0	3,12	120,5	173	-48
	130°	67,4	3,52	117,8	190	-46
	140°	66,0	3,57	116,8	195	-45
	150°	62,0	4,43	114,6	210	-40
<u>5.5° E</u> <u>121-199</u>	110°	74,5	2,21	124,0	154	-50
	120°	71,2	2,39	119,2	170	-52
	130°	62,2	4,04	108,9	190	-41
	140°	56,6	4,75	107,5	208	-36
	150°	54,4	5,66	106,2	214	-34
<u>6.5° E</u> <u>121-199</u>	110°	73,2	3,97	115,0	195	-59
	120°	69,3	4,53	113,0	205	-35
	130°	66,2	5,31	110,0	213	-31
	140°	54,5	5,75	109,0	233	-32
	150°	62,8	6,52	109,0	247	-23
	160°	61,2	7,17	108,0	246	-27
	170°	59,7	7,49	108,0	254	-28

IV. R e f f i n a t i o n .

Die Raffination des SS-Öles wurde anfänglich mit Tensil AC der Bayerischen Bleicherdefabrik, dann anschliessend mit A Spezial von Koppfärberei durchgeführt. Die Bleichung findet bei Temperaturen von über 90° statt. Bei Verarbeitung sehr dicker Öle, wie z.B. SS 906, muss zur schnelleren Filtration mit der Temperatur auf über 120° gegangen werden. Das dünnere SS 905 erfordert ca. 3 - 5 % Bleicherde, bei SS 906 genügen 0,7 - 1,0 %. Zur Neutralisation der schwach sauren Erde wird ein Zuschlag von 10% Kalkhydrat gegeben.

Das Einfüllen des Bleichmittels erfolgt wiederum pneumatisch mit Stickstoff aus einem Behälter mit konischem Boden, nur sind hierbei nicht wie beim Einblasen des Kalkhydrates in die Hauptzerseizer irgendwelche Vorsichtsmaßnahmen erforderlich, da die Raffinationsrührkessel drucklos arbeiten und keine Dämpfe von niedrigsiedenden Kohlenwasserstoffen zugegen sind. Um ein Verstäuben der sehr feinpulvrigen Bleicherde zu vermeiden, wird das Einblasen erst nach vollständiger Füllung des Kessels mit Öl vorgenommen, wodurch das Einblasrohr abgestäubt wird.

Nach 30 Min. Rührdauer ist die Raffination beendet. Die Filtration der Bleicherde erfolgt wieder in Rahmenextraktionsfilterpressen. Da hierbei keine niedrigsiedenden Produkte verdampfen können, hat sich die Anwendung von Pressen mit offenem Anlauf an jeder Filterkammer als zweckmäßig erwiesen. Auf diese Weise ist die geringste Undichtigkeit durch Schwarzfärbung des Filtrates sofort feststellbar und gleichzeitig die defekte Kammer zu erkennen, was bei den geschlossenen Pressen des Zersezterbaues häufig sehr schwierig und zeitraubend ist. Ein weiterer Vorteil der offenen Bauart der Presse besteht darin, daß beim Auftreten von Trübfiltrat bei einer nur geringfügigen Verletzung des Filtertuches der Filtrationsprozess nicht abgebrochen zu werden braucht, wenn die Kammer noch nicht gefüllt ist. Durch Umschalten kann das Trübfiltrat der betroffenen Kammer auf den Rührkessel zurückgeführt werden, während die übrigen Kammer bis zur Füllung weiterlaufen, was für die nachfolgende Extraktion notwendig ist.

Als Filtertücher können wegen der erforderlich hohen Temperatur PC-Gewebe nicht in Frage, sind auch nicht erforderlich, da die Öle neutral sind, Es haben sich aber alle nicht zu dünnen Gewebe aus Baumwolle, Baumwoll-Zellwollgemisch und 100%iger Zellwolle als brauchbar erwiesen. Die Haltbarkeit des Tücher ist befriedigend, selbst bei der hohen Filtrationstemperatur von 120° bei SS 906. Das gute Tücher einer 1000 Ø Presse mit 24 Kammern (= ca. 50 m Filtertuch) hält einen Öldurchsatz von 1000 m³ aus.

Hat die Presse 8 atü Druck, sind normalerweise die Kamern gefüllt und die Extraktion mit Vorlauf durch Querspflung durch die Kuchen und anschliessendes Blasen mit Stickstoff kann beginnen. Für diesen Auswaschprozeß hat es sich als zweckmäßig erwiesen, den zulässigen Feuchtigkeitsgehalt der Bleicherde auf etwa 8% zu beschränken. Daher ist vor allem bei der Lagerung der Bleicherde der Zutritt von Feuchtigkeit zu vermeiden.

V. Rückstandsöl-Verarbeitung

In dem Abschnitt über die Aufarbeitung des Rohpolymerisates wurde auf Seite 86 die Aufarbeitung des Öl-Aluminiumchlorid-Schlammes beschrieben. Das so erhaltene rohe Rückstandsöl hat die folgenden Eigenschaften:

d ₂₀	0,8510
Viskosität b. 38°	.125,3 E°
	99° 5,39
V. I.	80,2
Flammpunkt	185
Stockpunkt	- 23
Kokstest	0,63
Säurezahl	0,1
Verseifungszahl	0,17
Jodzahl n. Hanus	122
Anilinpunkt	82

Auf Grund seiner hohen Jodzahl wurde zunächst versucht, das R-Öl zu hydrieren über den fest angeordneten Kontakt 3076 bei 10-18 KV. Es zeigte sich, dass der Kontakt sehr rasch erlahmte. Auch eine Erhöhung der Hydrierungstemperatur brachte keine Verlängerung der Lebensdauer des Kontaktes. Der ausgebaute Kontakt war zum Teil zerfallen und zum Teil durch Koksabscheidung verkrustet.

Es wurde daher die Veredelung dieses Rückstandsöles durch Hydrierung aufgegeben und dafür eine Nachbehandlung dieses Öles mit Aluminiumchlorid durchgeführt. (Anmeldung O.Z. 13 649). Das wasserfreie neutrale R-Öl wird zu diesem Zwecke mit 5 - 7,5% Aluminiumchlorid unter Rühren etwa 3 Stunden auf 120 - 150° erwärmt. Da bei geht das Aluminiumchlorid in Lösung, es bildet sich wieder eine Aluminiumchlorid-Kohlenwasserstoff-Doppelverbindung, die nach beendeter Rührung durch Absitzenlassen und dekantieren abgetrennt wird. Das noch saure Öl wird mit Kalk und Methanol neutralisiert, filtriert und dann durch andesillieren auf den gewünschten Flammpunkt eingestellt.

Bei der Neutralisation des vom Aluminiumchloridschlamm befreiten gereinigten Öles sind die Eigenschaften des Öles besser, wenn nur mit Kalk allein neutralisiert wird, als wenn Methanol gleichzeitig zugegeben wird, wie die folgende Tabelle 60 zeigt.

Tabelle 60

Werte bei Neutralisation mit u. ohne Methanol.

Datum	Vers. Nr.	Conradson Test	Jodzahl	
11.8.42	52 I	0,188	16,5	I Betriebsprobe saures Öl, im Lab. + Kalk
	II	0,216	17,1	
	IV	0,237	17,4	
11.8.42	53 I	0,157	16,6	
	II	0,200	27,5	
	IV	0,234	24,2	
12.8.42	54 I	0,242	27,3	III Betriebsprobe saures Öl, im Be- trieb + Kalk
	II	0,285	30,0	
	III	0,218	26,4	
9.42	55 I	0,169	15,3	
	II	0,204	15,7	
	III	0,180	15,2	
10.9.42	56 I	0,180	15,5	
	II	0,215	16,2	
	III	0,175	15,6	

Beim Andestillieren des behandelten R-Öls erhält man einen Vorlauf, der, wie die nachstehende Tabelle 61 zeigt, umso stärker ungesättigt ist, je höher der Siedepunkt der einzelnen Fraktionen liegt.

Tabelle 61

Jodzahl des R-Öl-Vorlaufs.

Fraktion bis	180	2,28
	180	4,80
(bei 0,1 mm)	190	5,25
	200	5,98
	210	7,32
	220	9,70
	240	12,55
	250	15,05
Durchschnitt der Proben		6,53

Dieser Verlauf kann wiederum mit dem normalen Verlauf der SS-Öl-Polymerisation in den Polymerisationsprozessen wieder eingesetzt werden.

Man erhält aus 100 Teilen rohem R-Öl 60 Teile raffiniertes R-Öl und etwa 27 Teile R-Öl-Verlauf. Ferner erhält man aus dem bei der R-Öl-Raffination anfallendem Aluminiumchloridschlamm durch Zersetzen mit heißem Wasser weitere 5 Teile eines sogenannten RR-Öles.

Das raffinierte R-Öl hat die folgenden Eigenschaften:

d ₂₀	0,8457
Viskosität b. 38°	60,4
99°	4,33
V I	106,3
Flammpunkt	194°
Steckpunkt	-39°
Kokstest	0,12
SZ	0
VZ	0,18
Jodzahl	32
Anilinpunkt	157

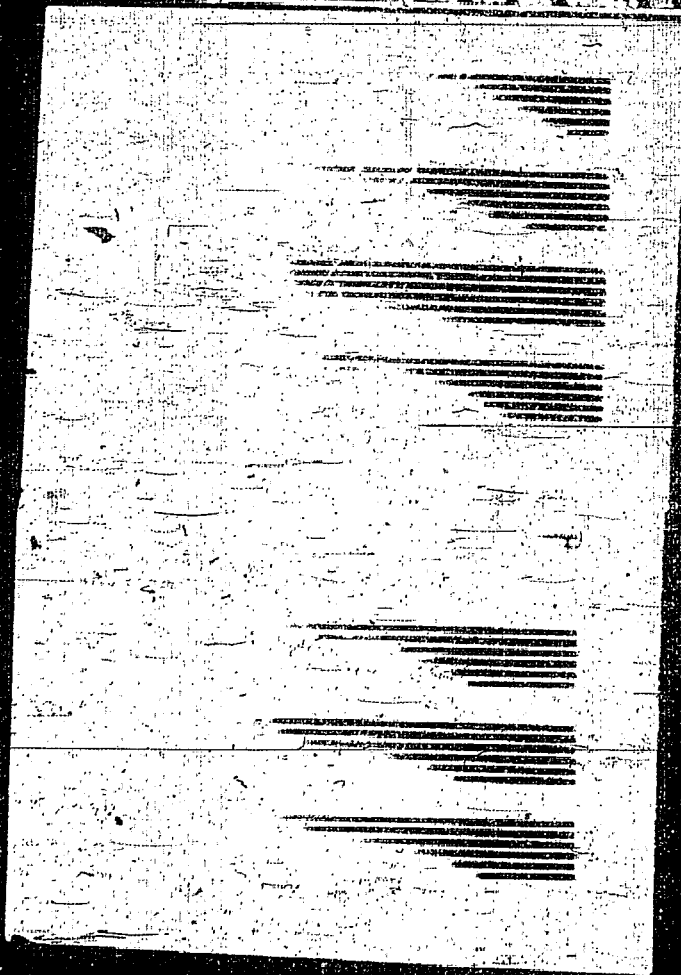
Es findet Verwendung zur Herstellung eines kältebeständigen Achsenöles für die deutsche Reichsbahn.

Der bei der Aluminiumchlorid-Behandlung des R-Öls anfallende Aluminiumchlorid-Ölschlamm besteht aus 65 Teilen Öl und 35 Teilen Aluminiumchlorid. Mit kaltem Wasser reagiert dieser Schlamm nicht, wohl aber erfolgt eine stürmische Zersetzung beim Zusammenbringen mit heißem Wasser. Man erhält so ein schwarzes, sehr zähflüssiges Öl, das die folgenden Eigenschaften hat.

d ₂₀	0,960
Viskosität b. 80°	2622,0 E°
99°	26,4 "
V I	67
Flammpunkt	1,88
Steckpunkt	- 1°
Kokstest	1,68
SZ	3,58
VZ	8,06
Jodzahl n. Harms	137
Anilinpunkt	60 - 69

Tab. 12

Spektralanalytische Untersuchung des Öls auf Gehalt an Aromaten und durch Ultraviolett-Absorption.



	§ Lichtdurchlässigkeit zwischen 2.500 u. 2.800
R-Öl roh	5,8
R-Öl hydriert mit 3096 im Öltrieb No 126a	27,5
R-Öl hydriert mit 3390 bei Fr. Becker (Hydrierung)	68,0
R-Öl mit AlCl ₃ gereinigt in Öltrieb No 126	39,7
NR-Öl roh	5,0
NR-Öl hydriert mit 3390 bei Fr. Wiedemann	40,5
NR-Öl (Ofen VIII/41)	50,0
NR-Öl (Ofen VIII/42)	47,5

257E

257

POOR
COPY

Dieses Öl lässt sich mit dem Kontakt 3390 bei 17 HV hydrieren. Dabei findet eine geringe Krackung statt. Man erhält in einer Ausbeute von 68% ein wasserklares, schwach blau fluoreszierendes Öl mit den folgenden Eigenschaften:

ρ_{20°	0,881
Viskosität bei 38°C	15,58
99 "	1,816
V-I	51
Flammpunkt	163
Stockpunkt	- 35
Kokstest	4,55
SZ	0
VZ	0
Jodzahl	137
Anilinpunkt	143

Man erkennt gegenüber dem Ausgangsmaterial, dass die Viskosität sehr stark abgenommen hat, der V I ist noch schlechter geworden, ausserordentlich hoch ist der Kokstest und die Jodzahl nach Hanna ist praktisch gleich geblieben. Bemerkenswert ist, dass der Stockpunkt von -1 auf - 35° abgesunken ist. Das wichtigste an diesem Befund ist, dass die koksbildenden Bestandteile des RR-Öls durch die Hydrierung nicht beseitigt werden konnten. Die beiliegende Tabelle 62 zeigt, dass das RR-Öl gegenüber dem R-Öl durch einen sehr hohen Gehalt an aromatischen Kohlenwasserstoffen ausgezeichnet ist. Diese sind die Ursache für den hohen Kokstest.

Die hohe Jodzahl des RR-Öl gab Anlass, dieses Produkt in unserem Lacklaboratorium durch Herrn Dr. Heidinger auf seine Eigenschaften als trocknendes Öl prüfen zu lassen. Es gelang mit seiner Hilfe, Lacke herzustellen, die je nach Wahl des Lösungsmittels nach 1/2 bis nach 12 Stunden staubtrockene glänzende Überzüge ergaben (O.Z. 13 650), woraus zu schliessen war, dass das RR-Öl als trocknendes Öl Verwendung finden kann. Jedoch die Beobachtung, dass die Trocknung durch Sikkative nicht merklich beschleunigt und die Tatsache, dass der aufgetrocknete Lack in den gleichen Lösungsmitteln aus denen er durch Verdunsten entstanden war, wieder löslich ist, liessen vermuten, dass hier kein Trocknungsprozess sich vollzieht wie er bei vegetabilisch trocknenden Ölen durch Sauerstoffaufnahme und dadurch verursachte Molekülvergrösserung und vernetzen zu einem Film sich vollzieht, sondern dass hier im RR-Öl ein bitumenartiges Produkt vorliegt. Wird beispielsweise das RR-Öl mit 2% Kobalt-Blau und Mangan-Seligen-Sikkativ versetzt und mit Luft 2 Tage bei 20° gelassen, so erfolgt nicht die geringste Entnahme von Sauerstoff, wie die nachstehenden Elementaranalysen zeigen:

RR-Öl unbehandelt RR-Öl 48 Std. mit
Luft geblasen

Kohlenstoff	87,60	87,10
Wasserstoff	10,89	10,72
Sauerstoff	1,25	1,23

Der bitumenartige Charakter des RR-Öls geht auch daraus hervor, dass es sich mit Vinoflex zu sehr stark glänzenden dichten Lacken verketten lässt. Ein Effekt, wie er für normales Bitumen charakteristisch ist.

Das RR-Öl wurde bei der Lack-Kommission unter dem Namen „Karboresin R“ angemeldet und angenommen. Es bildet die Grundlage für Anstriche auf Holz und Mauerwerk.

Das RR-Öl ist ferner als Plastikator bei der Buna-Verarbeitung gut verwendbar, wie eine Prüfung im Kautschuklabor des Werkes Schkopau gezeigt hat. Ferner kann man das RR-Öl zusammen mit mineralischen Füllstoffen, wie z.B. Schiefermehl, zu einer Spachtelmasse verarbeiten, die auf rauhen Zementfußboden aufgestrichen eine linoleumähnliche Decke ergibt. Diese ist zwar für sich allein noch nicht genügend druckfest, sie wird aber sehr hart, wenn sie mit einem harten Emulgierlack angestrichen wird.

VI. Versuche zur Nachbehandlung der fertigen
SS - Öle

a) Beeinflussung der Eigenschaften der Öle durch Nachhydrierung:

Es sollte festgestellt werden, ob durch Nachhydrierung des fertigen SS-Öles eine günstige Veränderung der Stabilität des Öles oder des Kälteverhaltens zu erzielen ist. Aus der grossen Anzahl von Versuchen, die bei verschiedenen Temperaturen und Belastungen über Kontakt 3390 3076 durchgeführt wurden, (Dr. Wiedemann Me 13a), soll nur eine charakteristische Versuchsreihe wiedergegeben werden:

Hydriert über K 3090 bei 150 atü H ₂ u. MV	nicht hydr.	5 MV	6 MV	7 MV	8 MV	9 MV	10 MV
Dichte bei 20°	0,848	0,848	0,846	0,846	0,847	0,847	0,847
Viskosität b. +99° C	2,95	2,92	2,94	2,96	2,96	2,95	2,99
+50 "	14,6	14,3	14,3	14,4	14,5	14,4	14,5
+38 "	26,2	25,3	25,3	25,7	25,8	25,8	26,0
+20 "	77,3	73,5	74,1	74,5	77,3	75,0	75,5
0 "	354	377		359			362
-10 "	841	1448		1344			1495
-15 "	1476	3375		2930			3430
-20 "	<u>2690</u>	<u>12580</u>		<u>10690</u>			10600
-25 "	<u>5180</u>	nicht meßbar		<u>20490</u>			nicht meßbar
Viskositätsindex	121,7	122,6	122,6	122,8	122,5	122,1	123,3
Stockpunkt	<u>-39°</u>	-16°	-17°	-19°	-15°	-17°	-16°
Flammpunkt	169°	174°	178°	190°	185°	184°	188°
Jodzahl	5,23	1,77	1,40	1,04	0,74	0,39	0,0
Conradsontest	0,114	0,038	0,034	0,036	0,030	0,028	0,024

Die bei 5 und 6 MV durchgeführte Hydrierung ergab noch schwach gelb gefärbte Produkte, erst von 7 MV an waren die Öle farblos. Zur völligen Absättigung waren unter obigen Arbeitsbedingungen 10 MV erforderlich. Interessant ist aber das Kälteverhalten der hydrierten Öle. Bei kontinuierlicher Fahrweise fällt der Stockpunkt bei 8 MV stark ab, bei obiger Arbeitsweise im Autoklav fällt er bereits bei 5 MV von 39° auf -16° ab und die Viskosität steigt beispielsweise bei -20° von 2700 E° auf 11000 bis 12000 E°.

Ausserordentliche Verschlechterung des Kälteverhaltens der SS-Öle veranlaßte uns zur Aufgabe der Versuche in dieser Richtung.

In diesem Zusammenhang ist die Möglichkeit, den Stockpunkt und das Kälteverhalten durch Paraflow zu verbessern, erwähnenswert.

1.)

Wird das in der letzten Tabelle bei 10 MV hydrierte Produkt mit Paraflow versetzt, läßt sich die Viskosität bei tiefen Temperaturen auf folgende Werte verbessern:

SS 903 mit 2,99 E°/99 hydriert bei 10 MV

°C	ohne Paraflow	+ 0,05% Paraflow
0°	362	340
- 10°	1435	952
- 15°	3430	1163
- 20°	10600	3190
- 25°	nicht meßbar	6960
- 30°		16800

2.)

<u>SS 903 hydriert ohne Paraflowzusatz</u>	St. P.	
		-20°
+ 0,02 % Paraflow	" "	-27°
+ 0,04 % "	" "	-30°
+ 0,06 % "	" "	-35°
+ 0,08 % "	" "	-35°
+ 0,10 % "	" "	-34°

3.)

Wirkung des Stockpunkterniedrigers Paraflow auf das Synthesöl SS 902 (F 25)

Paraflow-Zusatzmenge Gew. %	Stockpunkt °C	Viskosität in E° bei -30°
0	- 39°	10950
0,01	- 40°	9749
0,02	- 45°	6296
0,05	- 47°	4912
0,075	- 47°	4702
0,10	- 47°	4250

4.)

Wirkung von Oppanol und Paraflow
auf das Syntheseöl SS 902

Oppanol-Zusatz Gew.-%	Paraflow-Zusatz Gew.-%	Stockpunkt	Viskosität in E°	
			+ 99°	- 30°
0	0	- 39	2,13	4940
0,5	0	- 40°	2,42	6160
0,5	0,05	- 51°	2,42	4560

b) Beeinflussung der Öle durch Nachpolymerisation.

Um die Eigenschaften der SS-Öle zu verbessern, besonders die thermische Beständigkeit der SS-Öle zu erhöhen, oder das Eindicken einzuschränken, sollen die erhaltenen Rohpolymerisate, vor ihrem Abdrücken aus dem Autoklaven, in Gegenwart der gesamten noch reaktionsfähigen Additionsverbindung einer Nacherhitzung unterworfen werden.

Die ersten Versuche dieser Art wurden im 1000 l Autoklav im Februar 1938 durchgeführt. Nach Beendigung der normalen Polymerisation bei 110° wird der gesamte Autoklavinhalt unter dem verbliebenen Gasenddruck ohne weitere Gasnachfuhr einige Stunden bei 130 bzw. 140° nachgerührt. Die im Rohpolymerisat enthaltene $AlCl_3$ -Additionsverbindung (ca. 14% bezogen auf Fertigöl) soll hierbei als Kondensationsmittel wirken. Einige der ausgeführten Versuche zeigt die folgende Tabelle. Da keinerlei Veränderung der Öle analytisch nachweisbar war, wurden die Produkte keiner motorischen Prüfung unterworfen.

Tabelle 63

Nr.	Nacherhitzung Std.	°C	E°/99	V.I.	St.P.	Fl.P.	
N 254	0	-	4,14	116,1	-36	201	o.Nacherh.
	1	130°	4,05	116,6	-36	195	
	2	130°	4,15	115,8	-36	201	
N 257	0	-	4,23	118,1	-37	207	o.Nacherh.
	2	120	4,52	118,4	-37	197	
	3	120	4,27	116,1	-36	201	
	4	120	4,70	117,1	-34	205	
S 254	0	140°	4,54	114,7	-33	207	
	3	140°	4,29	113,3	-36	212	
	4	140°	4,07	113,4	-35	210	

In der gleichen Weise wurde später bei höherer Arbeitstemperatur und längerer Rührdauer eine Nachpolymerisation im 4500 l N₂-Autoklav durchgeführt. Die danach erhaltenen SS-Öle wurden auf ihre Oxydationsbeständigkeit geprüft. Die Oxydationsbedingungen waren dabei die folgenden: 255 gr SS-Öl wurden bei 170° während 200 Std. mit 10 l Luft pro Stunde behandelt. (I/1271).

Tabelle 64.

Nachpolymerisation	Oxydation	E°/99	V I	SS-Öl Analysen				
				St.P.	Fl.P.	SZ	VZ	C T
Probe nach Beendi- gung d. Polym. ohne Nacherhitzung	unbehand.	4,55	108,6	-34	218°	0,0	0,0	0,026
	200 st. oxydiert	8,37	103,2	-27	213	7,73	20,61	0,832
4 Std. nacherhitzt bei 155°	unbehand.	5,52	108,3	-33	221	0,0	0,0	0,030
	200 st. oxydiert	10,15	101,0	-25	198	7,06	19,38	0,817
10 Std. nacherhitzt bei 155°	unbehand.	4,49	108,5	-35	214	0,0	0,0	0,022
	200 st. oxydiert	8,92	96,3	-24	208	7,06	22,18	0,677

Obwohl die Nachpolymerisation über 10 Std. ausgedehnt wurde, ist ein günstiger Einfluss auf die Eindickung nicht festzustellen. Eine geringe Verbesserung des Verpackungsverses ist nach der Oxydation bei zunehmender Nacherhitzung festzustellen. Die Versuche sind bei noch höherer Nachpolymerisations-Temperatur fortzusetzen und die erhaltenen Produkte auch weiter auf ihre Stabilität zu prüfen.

VII. Überblick über die in den Jahren 1938 - 43
in Leuna erreichte Produktion.

Die nachstehende

Tabelle 65

	45 l	1000 l	4500 l
SS-61	78,4%	77,2%	76,0%
Vorlauf	10,3% 93,7%	8,6% 91,4%	7,7% 91,0%
Rückstandsöl	5,0%	5,6%	7,3%
nicht umgesetztes Gas	2,3%	3,2%	2,7%
Aufarbeitungsverluste	3,7%	5,4%	6,3%

zeigt eine Zusammenstellung der Ausbeuten an Ölen aus 100 Gewichtsteilen Äthylen in den verschiedenen Autoklaven. Die Werte vom 45 l Autoklaven entstammen einem im Jahre 1936 in Op 140 durchgeführten Abnahmeversuch. Die im 1000 l Autoklaven erhaltenen Zahlen entstammen mehreren vollkommen durchgewogenen Chargen und die Bilanz für den 4500 l Autoklaven stellt einen Monatsdurchschnitt dar.

Die nebenstehende Tabelle 66 gibt einen Überblick über die Verbesserungen der Ausbeuten und der Material- und Energieverbräuche, die in den Jahren 1938 bis 1942 erreicht werden. Das Absinken der Gesamtausbeute auf 83% im Jahre 1942 ist einmal zurückzuführen auf die zeitweise Umstellung der Produktion auf SS 903 und die damit verbundenen Aufarbeitungsschwierigkeiten und zum anderen auf Schwankungen in der Brauchbarkeit des erhaltenen Gases.

Bei den angegebenen Energie-Bedarfszahlen je t - SS 906-01 ist zu bemerken, dass hier der Verbrauch für die Versuchsarbeiten im Technikum Me-96 mit enthalten ist.

Die Tabellen 67 a, b und c geben einen genauen Einblick in die Aufarbeitung der Polymerisate beim 1000 l und beim 4500 l - Autoklaven.

Die Tabellen 68a und b zeigen Menge und Qualität des an die Wifo abgelieferten Öles. Es ist daraus zu ersehen, dass bis zum Jahre 1942 kein Kesselwagen mit einer Qualität unter einem V J-Wert von 107 zur Ablieferung gebracht wurde. Im Jahre 1942 mussten erstmalig 2,6% der abgelieferten Menge mit V J-Werten von 106 (nach den HLM-Lieferbedingungen wird mindestens 107 gefordert) abgesandt werden. In der ersten Hälfte 1943 war es nun nötig, zwei Wagen = 0,7% mit einem V J - Wert von 106 herausgehen zu lassen. Die Hauptmengen wurden

in allen Jahren mit V J-Werten von 108 - 110 abgeliefert, aber auch über 110 liegende Werte wurden erreicht. Das Ziel der weiteren Entwicklungsarbeit muss sein, die Hauptmenge auf einen Durchschnitts- V J - Wert von 112 und darüber zu bringen. Dieses Ziel kann erreicht werden durch eine Vervollkommnung der Gasreinigung einerseits und durch eine Verbesserung des Aluminiumchlorid-Kontaktes andererseits.

VIII. Zusammenstellung der Lieferbedingungen
für die einzelnen Produkte der
SS-Öl-Fabrikation.

1.) Das Hauptprodukt der Erzeugung war das Öl SS 906. Hierfür lauten die technischen Lieferbedingungen des RIM wie folgt:

Ansehen	Das Schmieröl muss klar sein, frei von ungelöstem Wasser und Mineralsäure und darf keine festen Fremdstoffe enthalten.
Dichte bei 20°	unter 0,862
Visk. bei +50°	334 - 350 cSt = 44 bis 46 E°
+100°	mindestens 42,3 cSt = 5,63 E°
Viskositätsindex	über 107
Richtungskonstante m	unter 3,05
Polhöhe V p	unter 1,73
Stockpunkt	unter -25°
Flammpunkt	über 225°
Brennpunkt	über 263
Neutralisationszahl mg KOH/g	unter 0,06
Verseifungszahl mg KOH/g	unter 0,30
Verdampfungstest nach Noack b. 250° G%	unter 8
Conradsontest "	unter 0,2
Aschegehalt "	0
Hartasphalt "	0
Wassergehalt "	0

Das SS 906 wird für die Verwendung im Flugmotor gemischt mit einem gleichen Gewichtsteil einer Mineralölkomponekte, welche die folgenden Eigenschaften haben soll:

Dichte bei 20°	unter 0,897
Viskosität bei +50°	51 - 60 cSt = 6,8 - 7,9 E°
" +100°	mindestens 9,35 cSt = 1,77 E°

Viskositätsindex	mindestens 88
Richtungskonstante	höchstens 3,66
Polhöhe	höchstens 2,08
Stockpunkt	höchstens -15°
Flammpunkt	mindestens $+225^{\circ}$
Brennpunkt	mindestens $+250^{\circ}$
Neutralisationszahl mgEÖH/g	höchstens 0,06
Verseifungszahl " "	höchstens 0,17
Verdampfungstest nach Noack	bei 250°C Gew. % höchstens 14
Conradsontest Gew. %	höchstens 0,25
Aschegehalt	0
Hartsaphalt	0
Wasser	0

Das fertige Gemisch (etwa 50 Gew.Tl. 906 + etwa 50 Gew.Tl. Mineralöl + 0,2 Gew.% Inhibitor) soll den folgenden Bedingungen entsprechen:

Dichte bei $+20^{\circ}$	höchstens 0,895
Viskosität bei $+50^{\circ}$	125 - 143 cSt
" " $+100^{\circ}$	mindestens 19,0 cSt = 2,75 E ^o
Viskositätsindex	mindestens 98
Richtungskonstante	höchstens 3,35
Polhöhe	höchstens 1,85
Stockpunkt	höchstens -20°
Flammpunkt	mindestens $+225^{\circ}$
Brennpunkt	mindestens $+225^{\circ}$
Neutralisationszahl mgKOH/g	höchstens 0,06
Verseifungszahl " "	höchstens 0,2
Verdampfungstest nach Noack	bei 250°C Gew. % höchstens
Conradsontest	höchstens 0,25
Aschegehalt	0
Asphaltgehalt	0
Wassergehalt	0

2.) Neben dem Öl mit 6 E^o/100 wurde ein Öl mit 3 E^o/100, ein SS.903 hergestellt.
Dieses Öl soll den folgenden Bedingungen entsprechen:

Dichte bei +20°	unter 0,860
Viskosität bei +50°	105 - 114 cSt = 14 - 15 E°
" " +100°	höchstens 21 cSt = 3 E°
Viskositätsindex	mindestens 115
Richtungskonstante	höchstens 3,20
Polhöhe	höchstens 1,60
Stockpunkt	höchstens -35°
Flammpunkt	mindestens 200°
Conradsontest	höchstens 0,20

Dieses SS 903-Öl wird nicht direkt eingesetzt als Schmierstoff, sondern es wird mit Estern vermischt zur Herstellung der folgenden Öle:

Luftzeredoöl: LTK 12
 Schmierstoff für LT-Geräte: VS 1
 Einlauf- und Kaltstartöl SS 1600

Die Zusammensetzungen und Lieferbedingungen für dieses Öl sind:

a) für LTK 12: Zusammensetzung: 40 Tl. SS 903
 57 " Ester 515
 3 " KSE

Dichte bei +20°	unter 0,910
Viskosität bei +20°	87 - 95 cSt = 11,5 - 12,5 E°
" " +100°	mindestens 6,25 cSt = 1,50 E°
Stockpunkt	unter -50°
Flammpunkt	über +180°
Neutralisationszahl mg KOH/g	unter 0,20

b) für VS 1 : Zusammensetzung: 25 Tl. SS 903
 72 Tl. Ester 515
 3 Tl. KSE

Dichte bei + 20°	unter 0,910
Viskosität bei +50°	16,7 - 18,5 cSt = 2,5 - 2,7 E°
" " +100°	mindestens 5,1 cSt = 1,4 E°
Stockpunkt	mindestens -60°
Flammpunkt	über +180°
Neutralisationszahl mg KOH/g	unter 0,20

c) SS 1600: Zusammensetzung : 45 Tl. 903
55 Tl. Ester 515

Zu 100 Tl. dieser Mischung kommt noch ein Zusatz von Mesulfol und KSE, deren Mengen noch nicht festliegen.

Dichte bei +20°	unter 0,900
Viskosität bei +50°	23,8 - 27 cSt. = 3,3 - 3,7 E°
+100°	mindestens 6,25 cSt. = 150 E°
- 30°	nicht über 7600 cSt = 1000 E°
Stockpunkt	unter -55°
Flammpunkt	über 200°
Neutralisationszahl mgKOH/g	unter 0,20

Für die weitere Entwicklung dieser unter 2a, b und c genannten drei Öleorten muss seitens der SS 903-Polymerisation das Ziel sein: den V J - Wert auf über 120 zu steigern bei einem unter -35° liegenden Stockpunkt und einem über +200° liegenden Flammpunkt. Die Viskosität bei +99° soll zwischen 2,5 und 3,0 E° liegen.

3.) Aus dem Gesamtdestillationsvorlauf des SS-Rohpolymerisates werden die hochsiedenden Anteile herausdestilliert. Sie zeichnen sich aus durch ein sehr gutes Kälteverhalten, sie sind bis unter -70° noch flüssig. Bezeichnet werden sie als V-Öle, mit einer Zahlenangabe, die sich auf den Flammpunkt bezieht. Diese V-Öle dienen als Mischungskomponente für die Herstellung der folgenden Öle:

- a) Fl.-Drucköl Do 2000
- b) Waffenöl blau 44
- c) Eismaschinenöle SV-Öle

Die Zusammensetzung und Lieferbedingungen für diese Öle sind:

a) Do 2000: Zusammensetzung: 73 Tl. V 120
25 Tl. Ester 455
2 Tl. KSE
0,006 Tl. Fluorel 5 G
und 10 g Phenolphthalein
je t Do 2000

Dichte bei +20°	unter 0,850
Viskosität bei +20°	über 9,1 cSt = 1,75 E°
" " -60°	unter 4940 cSt = 650 E°
Stockpunkt	unter -70°
Flammpunkt	über +120°
Verdampfungstest nach Noack	bei 120° unter 12 Gew.%
Quellung bei Fl.-Werkstoff	5385,7) ± 0 bis + 2 Vol.% nach 24 Std.
" " " " "	5344,7) bei +80°C
Neutralisationszahl mgKOH/g	unter 0,2
Verseifungszahl " " "	über 30

Das zur Erfüllung dieser Bedingungen erforderliche V 120 muss etwa die folgenden Eigenschaften haben:

Dichte bei +20°	0,816
Viskosität bei -60°	330 E°
" " +20°	1,71 E°
Stockpunkt	unter -70°
Flammpunkt	über 120°

b) ,Waffenöl blau 44: Zusammensetzung: 45 Tl. SV 20
45 Tl. Ester 455
3 Tl. S = 10 Tl. Mesulfol II
0,05 Tl. Sudanblau

SV 20 oder auch VK 20 ist eine Mischung von V 120 mit SS 906. Die Tabellen 69a, b und c geben die Eigenschaften der Mischungen von SS 906 mit V 120 bzw. mit V 140. (~~Seiten 119a, b, und c~~)

Dichte bei +20°	unter 0,895
Viskosität bei +20°C	nicht unter 10,8 cSt = 1,9 E°
" " -60°C	nicht über 7600 cSt = 1000 E°
Flammpunkt	über 125°
Verdampfungstest n.Noack	bei 120° höchstens 7,5%
Schwefelgehalt	mindestens 3 Gew.%S
Neutralisationszahl mg KOH/g	unter 0,3
Schmierleistung bei MG 17: bei 2 m Curtzug	mindestens 1150/Min.
" " MG 81: bei 4 m " "	1500/Min.

EA

Tabella 69a

Mischungen SS 906 + V 120

Mischung		Viskosität				V J	Flammpkt.	Stockpkt.
SS 906	V 120	20°	38°	50°	99°			
100 g	-	232,9	91,3	45,1	6,01	110,8	235°	- 34°
97,5	2,5	266,8	75,8	37,5	5,28	110,8	194	- 32
95,0	5,0	219,5	63,8	32,3	4,81	112,7	177	- 34
92,5	7,5	181,6	53,5	28,1	4,42	113,1	168	- 37
90,0	10,0	149,6	45,6	24,00	3,97	115,6	164	- 40
87,5	12,5	123,1	38,7	20,63	3,62	117,2	154	- 41
85,0	15,0	102,1	33,2	17,40	3,37	119,7	150	- 43
82,5	17,5	85,3	28,4	15,47	3,06	120,1	145	- 45
80,0	20,0	70,8	24,25	13,51	2,82	121,5	138	- 47
77,5	22,5	59,7	20,93	11,85	2,62	122,9	137	- 47
75,0	25,0	50,0	17,90	10,32	2,45	125,4	133	- 51
72,5	27,5	42,2	15,53	9,07	2,31	127,8	129	- 52
70,0	30,0	35,9	13,51	8,02	2,20	129,0	128	- 53
67,5	32,5	31,4	11,93	7,11	2,06	130,2	126	- 56
65,0	35,0	26,4	10,54	6,57	1,969	132,4	125	- 57
62,5	37,5	22,64	9,12	5,75	1,874	134,7	124	- 59
60,0	40,0	19,5	7,86	4,92	1,778	136,1	125	- 60
57,5	42,5	16,33	6,88	4,41	1,705	139,5	124	- 61
55,0	45,0	14,03	6,06	3,92	1,645	142,5	125	- 62
52,5	47,5	12,18	5,42	3,59	1,588	144,0	119	- 64
50,0	50,0	10,51	4,78	3,24	1,536	146,8	117	- 64

Tabelle 69b

Mischungen SS 906 + V 120

Mischung		V i s k o s i t ä t				V J	Flammpkt.	Stockpkt.
SS 906	V 120	20°	38°	50°	99°			
47,5 g	52,5 g	9,62	4,48	3,06	1,511	149,9	119°	- 67°
45,0	55,0	8,15	3,89	2,75	1,456	152,5	117,	- 69
42,5	57,5	7,13	3,50	2,53	1,420	156,1	117	- 69
40,0	60,0	6,12	3,10	2,31	1,372	157,7	117	- 72,5
37,5	62,5	5,28	2,77	2,08	1,329	157,2	116	unter - 73
35,0	65,0	4,60	2,51	1,972	1,305	167,3	117	"
32,5	67,5	4,02	2,32	1,873	1,279	171,8	116	"
30,0	70,0	3,58	2,17	1,780	1,256	175,2	117	"
27,5	72,5	3,16	2,02	1,695	1,237	185,7	114	"
25,0	75,0	2,83	1,881	1,612	1,210	187,6	114	"
22,5	77,5	2,55	1,783	1,559	1,191	192,4	117	"
20,0	80,0	2,35	1,700	1,527	1,171	188,2	118	"
17,5	82,5	2,16	1,616	1,443	1,154	-	116	"
15,0	85,0	2,02	1,556	1,402	1,140	-	115	"
12,5	87,5	1,892	1,498	1,360	1,123	-	116	"
10,0	90,0	1,794	1,446	1,329	1,111	-	113	"
7,5	92,5	1,697	1,403	1,296	1,099	-	115	"
5,0	95,0	1,615	1,358	1,263	1,086	-	115	"
2,5	97,5	1,546	1,324	1,239	1,078	-	114	"
V 120	100	1,502	1,302	1,221	1,058	-	113	unter -73°

- 119c -

Tabelle 69c

Mischungen SS 906 + V 140

Mischung		V i s k o s i t ä t				V J	Flammpt.	Stockpt.
SS 906	V 140	20°	35°	50°	99°			
100 g.	-	359,2	96,6	47,7	6,03	108,3	235°	- 33°
90	10	179,8	53,2	27,04	4,22	111,4	185	- 46
80	20	94,5	30,6	16,09	3,04	114,4	165	- 50
70	30	52,9	18,53	10,49	2,43	121,5	161	- 52
60	40	29,5	11,14	6,60	1,950	125,5	155	- 53
50	50	16,32	6,71	4,22	1,665	138,7	153	- 55
40	60	10,31	4,62	3,05	1,502	142,0	150	- 66
30	70	6,33	3,10	2,29	1,375	159,0	146	- 71
20	80	3,97	2,27	1,816	1,253	150,3	143	- 73
10	90	2,77	1,83	1,565	1,183	147,4	141	unter -75
-	100	2,08	1,55	1,389	1,123	-	139	" -75

Tabellen 6/10

Viskositätsindices des an die Wifo abgeführten SS. 906
und Zahl der Kesselwagen.

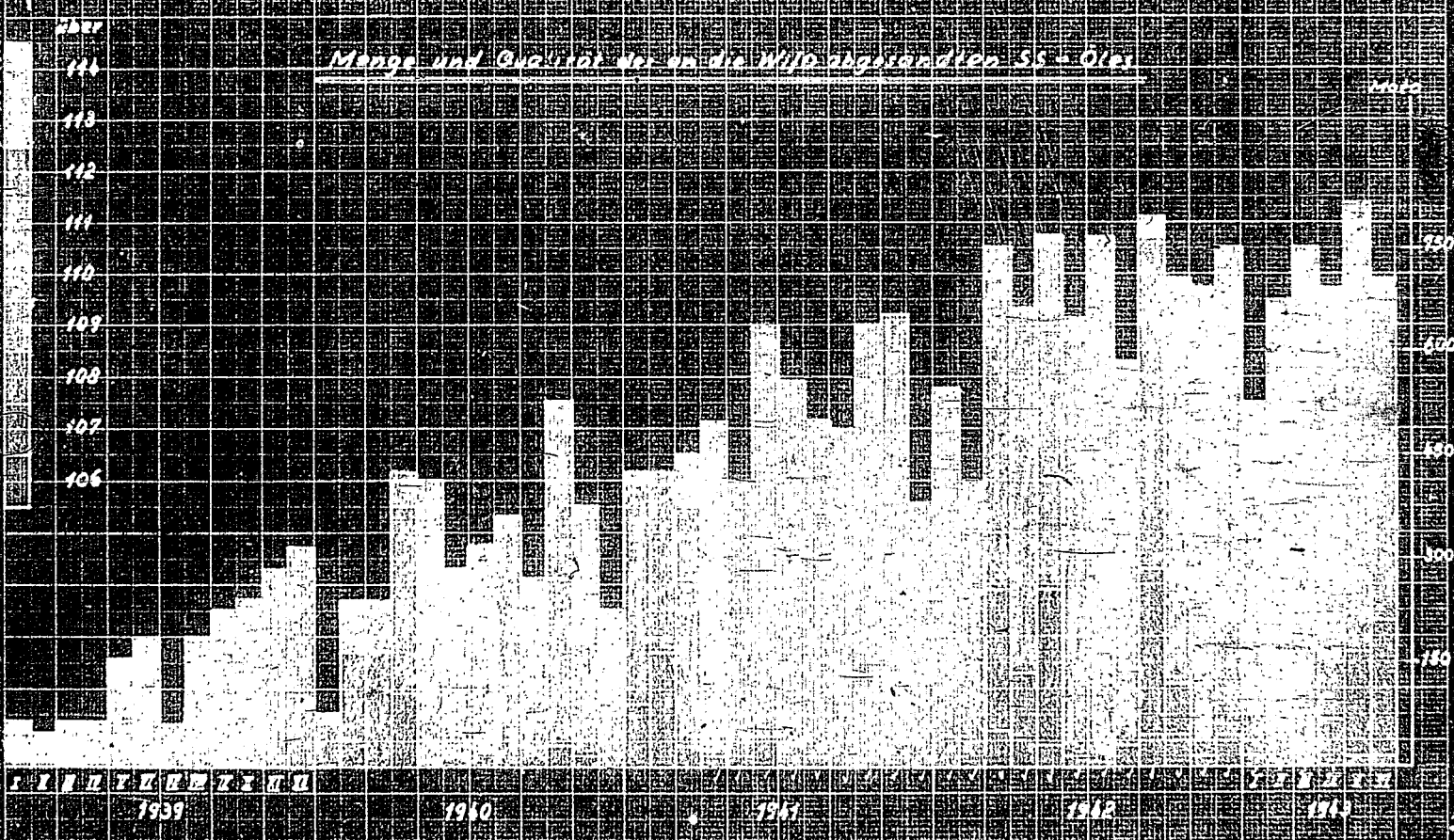
VI-Werte über		106	107	108	109	110	111	112	113	114	Sa. der K.Wg.
1939	Wg. Zahl	-	-	13	29	55	14	7	5	1	123
	%	-	-	10,6	23,6	44,7	11,4	5,7	4,1	0,8	
1940	Wg. Zahl	-	10	89	94	48	8	-	-	-	249
	%	-	4,0	35,8	37,8	19,3	3,2	-	-	-	
1941	Wg. Zahl	-	25	80	86	126	63	17	3	-	400
	%	-	6,2	20,0	21,5	31,5	15,7	4,2	0,7	-	
1942	Wg. Zahl	14	65	161	183	98	10	4	2	-	537
	%	2,6	12,1	30,0	34,0	18,3	1,9	0,7	0,4	-	
Januar Juni 1945	Wg. Zahl	2	28	52	70	76	42	7	-	-	277
	%	0,7	10,1	18,8	25,0	27,4	15,2	2,5	-	-	

KODAK

Tabelle 808

VJ-Werte

Menge und Qualität der an die UNO abgesetzten SS-Ole



Tab. 66

SS 900 - Produktion

		1938		1939		1940		1941		1942	
			%		%		%		%		%
Äthylen Gesamt	t	700		2.799		5.121		3.512		11.240	
Äthylen Rückgas	t					278		309		nicht gemessen 1)	
Äthylen Verbrauch	t					4.843		3.203			
<u>rcd. bez. auf verbrauchtes Äthylen:</u>											
SS 906	t	439	63,0	1.932	69,0	3.881	90,0	6.220	75,8	8.257	72,5
Verlauf	t	19	2,7	113	4,0	238	4,9	526	6,4	708	6,2
P-31	t	73	10,0	231	8,3	406	8,4	729	8,9	505	4,4
Gesamt Ausbeute	t	531	75,7	2.267	81,3	4.525	93,3	7.475	91,1	9.470	83,1 ²⁾
<u>Mat. Verbrauch bez. auf SS-01:</u>											
Aluminiumchlorid	t	39	9,0	151	7,8	291	7,5	454	7,5	621	7,5
Methanol	t	12	2,7	116	6,0	163	4,2	268	4,3	342	4,1
Kalkhydrat	t	36	9,6			90	2,3	163	2,6	270	3,3
Bleicherde	t	27	6,1	72	3,7	41	1,0	33	0,5	73	0,9
<u>Energien ^{0/0} kg SS-01:</u>											
Heizgas	m ³	265.000	500	750.000	390	890.000	223	1.290.000	206	1.273.000	158 ³⁾
HD-Dampf	t	16.225	36	31.395	16,2	7.613	2,2	9.699	1,5	12.000	1,5
HD-Dampf	t					41.067	10,5	50.406	3,1	34.818	4,3
Strom	Kwh			379.530	222	600.130	154	845.800	136	894.420	111
Wasser	m ³	320.130	730	468.360	242	657.630	170			292.460	- 4)

1) Rückgas seit 1942 nicht mehr nach 387 zurückgefahren

2) bez. auf gesamtbezogenes Äthylen, da Rückgas nicht mehr bestimmt.

3) n.T. Abgas v. 387 benutzt

4) n.T. Wasser v. 387 benutzt

67a/b

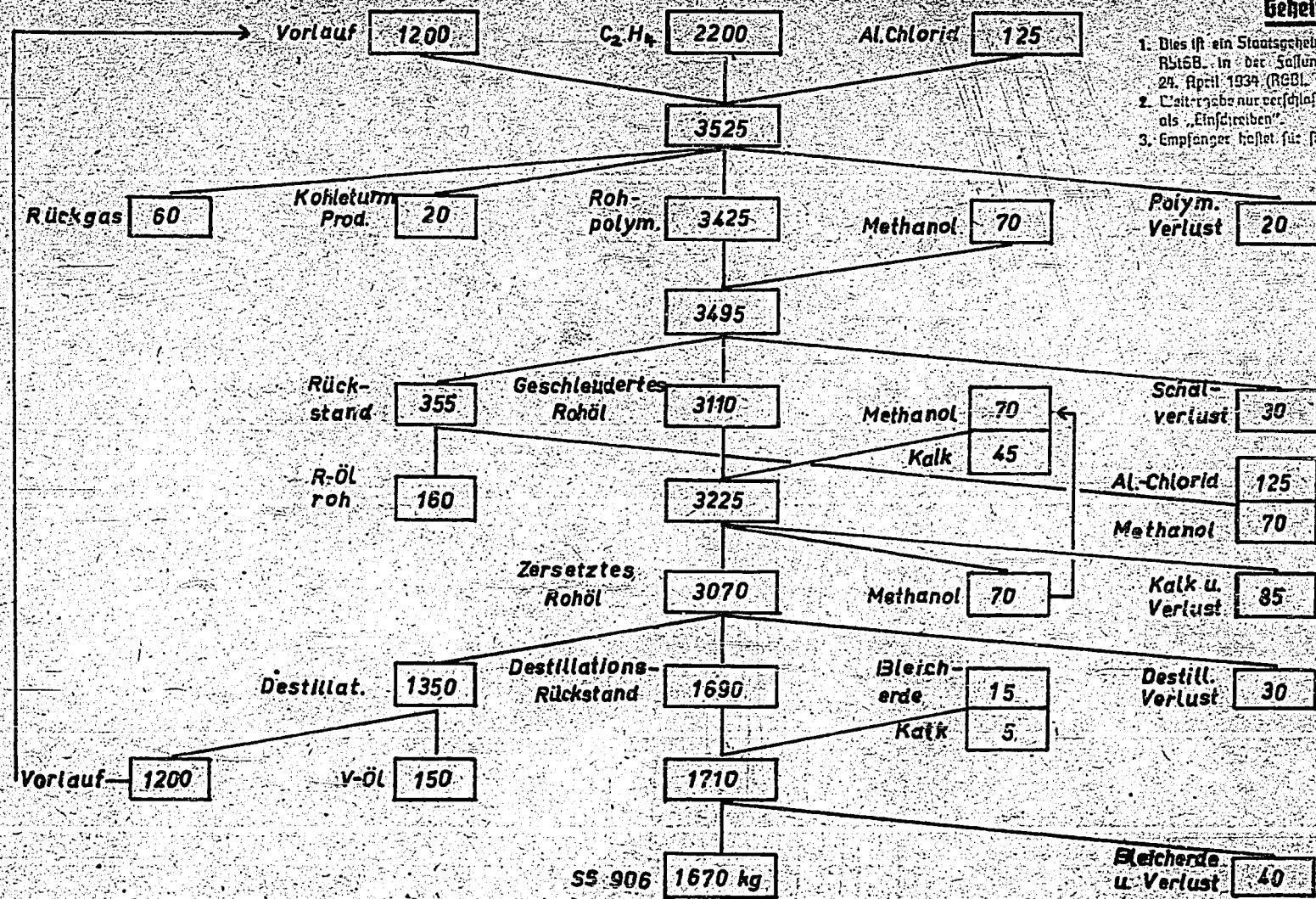
Autoklav	500 Ø (1000 Ltr.)	800 Ø (4500 Ltr.)
C_2H_4 / Ofen	470.0 kg = 100 %	2200 kg = 100 %
SS 906	362,8 kg = 77,2 %	1670 kg = 76,0 %
V-Öl	40,4 " = 8,6 %	150 " = 6,8 %
R-Öl	19,3 " = 4,1 %	160 " = 7,2 %
Masch.-Öl	7,2 " = 1,5 %	—
KT-Prod.	—	20 " = 0,9 %
Rückgas	—	60 " = 2,7 %
Asphalt	14,2 " = 3,0 %	—
Verlust	26,1 " = 5,6 %	140 " = 6,4 %
Bei 2 Chargen / d bei 80 % Betriebszeit / Ofen	28,200 kg/Mon C_2H_4 17,5 Moto SS 906 = 210 Jato SS 906 / Ofen	132,000 kg/Mon. C_2H_4 80 Moto SS 906 = 960 Jato SS 906 / Ofen

67b

SS-Polymerisation im 800 ϕ Autoklav (4500 Ltr.)

Geheim!

1. Dies ist ein Staatsgeheimnis im Sinne des § 89 Abs. 1 Nr. 1 des Grundgesetzes vom 24. April 1951 (RGBl. I S. 341 ff.).
2. Weitergabe nur per Post, bei Postbeförderung als „Einschreiben“.
3. Empfänger haftet für sichere Aufbewahrung.

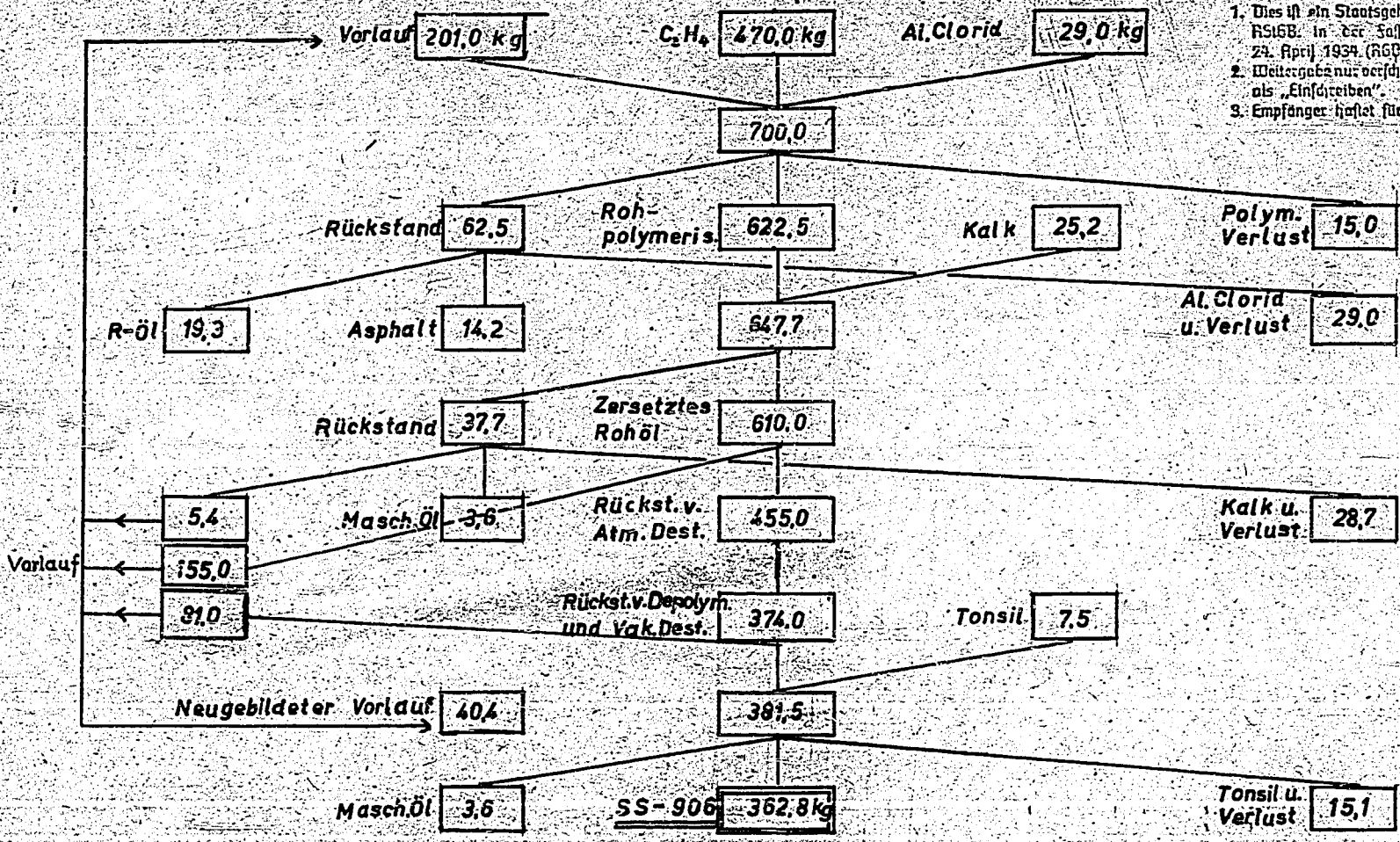


67a

SS-Polymerisation im 500^{er} Autoklav (1000 Ltr.)

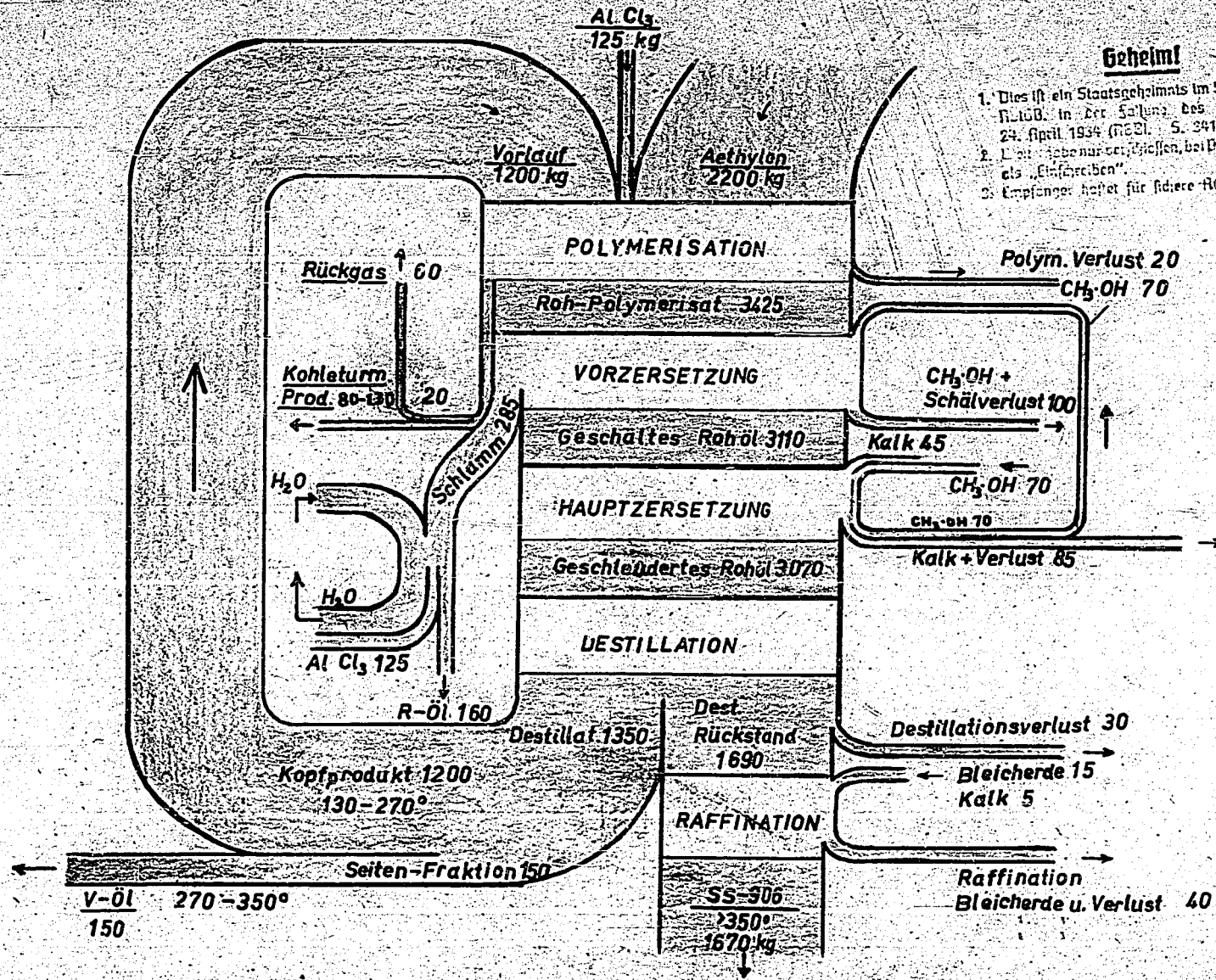
Geheim!

1. Dies ist ein Staatsgeheimnis im Sinne des § 90 RStGB. in der Fassung des Gesetzes vom 24. April 1934 (RGBl. I S. 341 ff.).
2. Weitergabe nur befristet, bei Postbeförderung als „Einschreiben“.
3. Empfänger haftet für sichere Aufbewahrung.



Tabille 70.

Kohle- turn Prod.	Vorl. f. R.Öl	Vorl. v. Dest. a. Strip- per	V 105	V 120	V 140	V 160	V 120H	RR-Öl	Rob- Polym	SS903	SS906	R-Öl 180°	R-Öl 155°	D-Öl	VK 20	SV 15	Min- Öl Komp- Inta- va	Rot- ring M43	2H f. g 71- Bruck Öl	T-Ach- sensl Rot	Maffra- blen	K-Öl Kalt- stent 51	Minlend- 51	For- pate- 51	
Nichte b. 20°	0,690	0,778	0,778	0,812	0,815	0,817	0,822	0,811	0,960	0,824	0,850	0,853	0,857	0,851	0,817	0,818	0,832	0,885	0,870	0,830	0,865	0,806	0,886	0,896	0,916
Siedeanalyse-Bg bis 100°	40° 72	74° 9	130° -	250° -	250° -	270° -	315	260	-	130	300	330	290	270	270	-	250	-	-	-	-	-	-	-	-
- 150°	-	84	33	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
- 200°	-	-	88	-	-	-	-	-	-	13	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
- 250°	-	-	95	15	-	-	-	-	-	25	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
- 300°	-	-	98	63	55	-	-	56	-	32	-	-	9	-	-	21	-	-	-	-	-	-	-	-	-
- 350°	-	-	-	90	93	-	-	-	-	45	11	13	20	33	-	60	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Schluss bei °C	140	174	300	360	360	360	360	330	-	-	-	-	-	-	360	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Viskosität °E:99 -	-	-	-	1,07	1,09	1,10	1,19	1,06	26,4	-	3,0	6,0	3,0	-	1,10	1,13	1,52	1,85	3,04	1,099	1,62	1,14	1,65	1,55	1,51
+ 50°	-	-	-	1,24	1,28	1,34	1,55	1,25	-	16	46	18	-	-	1,34	1,38	3,04	7	18	1,527	3,75	1,42	4,2	3,5	3,2
+ 38°	-	-	-	1,34	1,39	1,47	1,91	1,33	26,22	30	92	34	-	-	1,47	1,53	4,5	13	35	1,448	3,05	1,78	6,7	5,1	4,9
+ 20°	-	-	-	1,58	1,69	1,88	3,02	1,58	-	92	352	106	-	-	1,88	1,98	9,6	39	118	1,807	13,2	2,09	16	12	12
0°	-	-	-	-	2,70	-	-	-	-	481	2325	646	-	-	-	83	209	-	-	-	-	-	-	-	-
- 10°	-	-	-	-	-	-	14	3,3	-	1000	7280	1935	358	-	-	594	2305	-	-	-	-	161	-	104	
- 20°	-	-	-	-	-	-	32	5,5	-	4000	(-15° 14320)	6930	1018	-	-	175	(-15° 4060)	9460	-	-	-	457	-	294	
- 25°	-	-	-	-	-	-	-	-	-	22100	-	14420	1882	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
- 30°	-	-	-	-	-	-	108	11,2	-	-	-	-	3580	-	-	-	-	-	-	-	-	1560	963	975	
- 40°	-	-	-	14,9	-	-	251	24,3	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	2738	81	6099	3830	3830	
- 45°	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	5610	-	13030	-	6883	
- 50°	-	-	-	63,8	99,6	150	854	70	-	-	-	-	-	150	183	-	-	-	131	-	243	-	-	-	
- 60°	-	-	-	208	354	582	4470	234	-	-	-	-	-	582	696	-	-	-	335	-	1111	-	-	-	
Viskositätsindex	-	-	-	-	-	-	133	-	67	124	111	107	-	-	150	93	108	-	141	-	-	133	142	127	
Richtungsfaktor	-	-	-	3,73	3,66	3,87	3,76	3,89	-	-	3,15	3,03	3,24	-	3,87	3,59	3,23	3,6	3,29	3,76	3,2	3,6	3,3	3,4	3,5
Wicht. Fokihshyev	-	-	-	0,6	0,7	0,98	1,28	0,7	-	-	1,62	1,72	1,75	-	0,98	0,8	1,22	2,0	1,69	1,19	1,30	1,28	1,46	1,39	1,51
Siedepunkt °C	u.-73	u.-73	u.-73	u.-73	u.-73	u.-73	-70	u.-73	-1	-38	-36	-57	-54	u.-73	u.-73	-67	-20	-32	u.-73	-60	u.-73	-53	-57	-58	
Flammpunkt °C	-	-	-	105	120	146	163	123	188	58	190	230	179	155	146	124	224	228	133	153	127	199	182	215	
Charakt. ngKoh/	-	-	-	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	3,6	-	0,0	0,0	0,0	0,059	0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,22	0,0	0,0	0,0	0,47	0,17
Verasif-Sahl	-	-	-	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	8,0	-	0,09	0,0	0,2	0	0	0,0	0,0	0,0	42	81	(230)	141	148	181	
Commodentest	-	-	-	0,0	0,01	0,08	0,0	0,0	5,7	-	0,08	0,08	0,20	0,15	0,008	0,006	0,01	0,25	0,20	0,20	0,11	0,31	0,17	0,28	0,16
Wassahl (Bama)	3,3	-	1,4	4,1	-	-	-	-	137	-	-	8,5	32	14	0	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Bel. Gew.	101	-	155	238	-	-	-	-	-	640	826	327	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-



Geheim!

1. Dies ist ein Staatsgeheimnis im Sinne des § 88 StGB. In der Fassung des Gesetzes vom 24. April 1934 (RGBl. I S. 241 ff.).
2. Leichter abzugeben, bei Postbeförderung als „Einfachschreiben“.
3. Empfänger haftet für sichere Aufbewahrung.

Attachment VI

"Beschreibung der Schmierölanlage Rheinpreussen"

(Lurgi Gesellschaft - 31 May 1945)

Beschreibung der Schmierölanlage Rheinpreussen.

Die Zeichnung AS 1263 stellt ein Fließschema der Schmierölsynthese-Anlage dar.

Die erste Stufe des Prozesses ist die Chlorierung des etwa zwischen 200 und 350° C siedenden Rohdestillats aus der Fischer-Tropsch-Synthese. Es wird in unterbrochenem Betrieb gearbeitet. Eine Menge von etwa 1 cbm Rohdestillat wird mehrere Stunden auf den Chlorturm umgepumpt und durch einen Wärmeaustauscher zunächst eine Temperatur von etwa 80 bis 100° C eingestellt und dann später zur Abführung der Reaktionswärme durch Kühlung dieser Temperatur gehalten. Das Chlor wird in flüssigem Zustand dem Vorratstank, welcher unter dem Sättigungsdruck des flüssigen Chlors steht - etwa 10 - 15 Atm - entnommen und durch das Drosselventil entspannt und verdampft und in den unteren Teil des Chlorturms geleitet. Aus diesem entweichen im oberen Ende HCl-Gase, die in einem Kühlturm gekühlt werden und dann aus der Anlage in einem Gasometer abgeführt werden. Der Kühlturm wird indirekt gekühlt mittels Benzin als Kühlflüssigkeit, welches zirkuliert und in einem Kühler auf niedrige Temperatur gehalten wird. Das chlorierte Zwischenprodukt wird in einem Speichertank gespeichert und aus diesem in die zweite Stufe geleitet.

Die zweite Stufe ist die Synthese. Das chlorierte Rohdestillat wird in unterbrochener Arbeitsweise in Rührwerksbehältern mit Benzin und Naphtalin gemischt. Die Mengen werden in Messgefäßen vor dem Einfüllen abgemessen. Das Messgefäß für Rohdestillat hat ein Fassungsvermögen von 600 Liter, das für Benzin und für Naphtalin von 1400 Liter. Jeder der sechs Rührwerksbehälter hat einen Rauminhalt von 3 cbm. Zur Einleitung der Synthese wird durch den Heizmantel des Rührwerksbehälters der Inhalt auf etwa 120° C gehalten und Aluminium-Späne zugegeben. Die Reaktion findet unter Atmosphärendruck statt, die entweichenden HCl-Gase werden in demselben Kühlturm abgekühlt, in welchem die HCl-Gase der Chlorierung gekühlt werden, wie vorerwähnt. In 4 Absitzbehältern werden die bei der Synthese unerwünschten entstandenen Teerprodukte abgetrennt. Diese werden in einem Rührwerksbehälter erneut mit Benzin vermischt, welches den Teer extrahiert. Der übrigbleibende Teerrückstand wird entfernt. Der Rührwerksbehälter für die Vermischung von Teer mit Benzin hat ein Fassungsvermögen von 4 cbm.

Das bei der Synthese entstehende Zwischenprodukt wird aus dem Absitzbehältern in zwei parallel geschaltete Rührwerksbehälter geleitet, in welchen es bei einer Temperatur von 150° C mit Bleicherde und Kalk behandelt wird. Die Behandlung mit Kalk dient der Neutralisation. Die gebrauchte Bleicherde und Kalk wird mit Hilfe einer Filterpresse entfernt.

Die dritte Stufe der Anlage ist die Destillation, in welcher die in der Synthese gebildeten Zwischenprodukte fraktioniert werden. In einem Destillationsturm werden zunächst die leicht siedenden beigemischten Stoffe (Benzin und Naphtalin) destilliert. Die Destillation erfolgt unter einem absoluten Druck von etwa

200- 300 mm Hg. Die Destillierblase wird mit Wasserdampf unter etwa 100 - 150 Atm. Druck beheizt. Dieses Wasser wird in einem Ofen erhitzt und zirkuliert zwischen dem Ofen und der Destillierblase. Der Fraktionierturm arbeitet kontinuierlich und ist für maximal 1800 kg Zufluss/h und für eine Destillatmenge von maximal 1100/h bemessen. In einer nachgeschalteten Tiefkühlanlage wird das Destillat des Fraktionierturms in Naphtalin und Benzin zerlegt. Diese Tiefkühlanlage besteht aus 2 Chiller-Apparaten, welche mit verdampftem Ammoniak auf eine Temperatur von etwa -20° C gekühlt werden und einer Zentrifuge, die das Naphtalin ausschleudert.

Das Bodenprodukt des Fraktionierturms ist aus ^{den} produzierten Oelgebildet. Diese werden in einem Hochvakuumdestillations-Apparat in vier Fraktionen, Destillat I, Destillat II, Destillat III und Destillat IV, zerlegt. Das Destillat IV ist das gewünschte Schmieröl, während die Destillate I, II und III niedrigere Siedebereiche besitzen.

Die letzte Stufe der Anlage ist Entparaffinierung und Bleicherdebehandlung des Destillats I oder II oder III. Diese beiden Teile der Anlage sind nicht gebraucht worden und daher nicht in Aktion. Es war beabsichtigt, die Entparaffinierung mit Aceton als Lösungsmittel durchzuführen. Das Gemisch von Destillat und Aceton wird in Chiller-Apparaten tiefgekühlt und auf ein Trommelfilter von ca. 1,5 m² Fläche geleitet, welches maximal 500 kg Flüssigkeit (Aceton und Oel) aufnehmen kann. Das Filtrat wird mittels einer Vakuumpumpe abgesaugt. In einer Blasendestillation wird das Aceton vom entparaffinierten Oel abdestilliert. Zur Vermeidung von Explosionsgefahr sind diese Apparate mit Inertgas gefüllt. Schliesslich wird das entparaffinierte Oel in einem Rührwerksbehälter, welcher ein Fassungsvermögen von 5 cbm besitzt, mit Bleicherde behandelt. Die gebrauchte Bleicherde wird in einer Filterpresse abgetrennt.

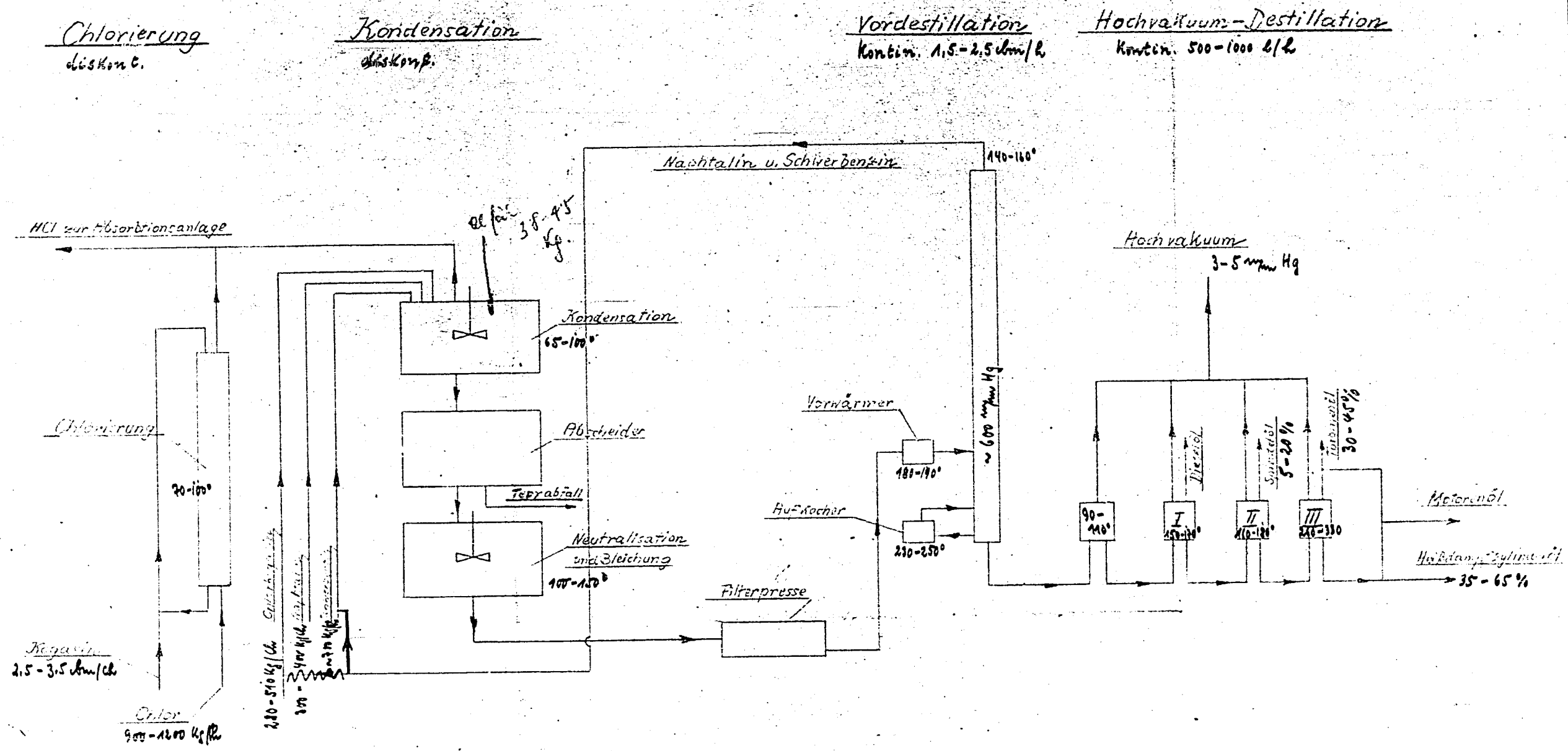
L U R G I
Gesellschaft für Wärmetechnik m.b.H.

St.
31. Mai 1945.
DrKt/Wa.

Attachment VII

"Fließbild der Schmieröl-synthese Rheinpreussen"

Fließbild der Schmierölsynthese Rheinpreußen



Attachment VIII

"Die wissenschaftlichen Grundlagen der
Schmierstoff - Synthesen"

(I. G. Leuna Dr. H. Zorn report of 14 May 1943)

VIII

Die wissenschaftlichen Grundlagen der

Schmierstoff - Synthesen.

von Dr. Heilmann Z o r n

Leuna-Verke, den 14. 5. 1943

Die wissenschaftlichen Grundlagen der Schmierstoff-Synthese.

"Wahrlich, es gleicht die Chemie dem wandlungsfähigen Proteus, oft erscheint sie als Göttin, oft als launisches Weib. Doch wir haben sie gern, denn hinter den trügerischen Launen birgt sie im neckischen Spiel künft'ges, ewiges Gesetz!"

Diese Worte sprach der große Experimentator Ludwig Claassen zum Neujahr 1927 an seinen Freund Anvers. Im gleichen Jahr wurde ich an das Schmierstoffgebiet herangeführt und lernte sehr bald die "trügenden Launen" dieser Stoffe kennen, die wirklich neckische Spiele mit den Chemikern zu jener Zeit ausführten. Ich will Ihnen in den folgenden Tabellen und Kurven Bilder vorführen, welche Gesetze hinter den neckischen Spielen verborgen sind und wie es uns gelungen ist aus dem Spiel ein ernstes Handeln, d.h. eine Synthese zu machen.

Die ersten Versuche zur Herstellung von Schmierstoffen auf ~~synthetischem~~ Wege reichen zurück bis in die Zeit des vorigen Weltkrieges. Damals hatte Dr. Schneider durch Polymerisation der ungesättigten Bestandteile von Braunkohlen-Generatoren versucht, Schmieröle herzustellen. An diese Art knüpften wir im Jahre 1926 wieder an in der Weise, daß wir gasförmige Olefine in Teerölen und Hydrierölen in Gegenwart von Aluminiumchlorid einleiteten. Diese Arbeitsweise wurde in den Jahren 1930/31 in großtechnischem Versuchsmaßstab hier in Leuna durchgeführt. Erhalten wurden dabei aber keine hochwertigen Kotofenöle, sondern nur Maschinenöle. Diese Versuche wurden aber der Anlaß zu einer eingehenden Beschäftigung mit der Frage, wie polymerisieren chemisch reine, in ihrer Konstitution wohlbekannte Olefine.

Bild Nr. 1 (Nr. 420 37)

Auf diesem Bilde sieht man ein Teilergebnis dieser Untersuchungen. Man erkennt, daß nur geradkettige Olefine mit einer endständigen Doppelbindung in guter Ausbeute Polymerisate liefern, die sich durch ein gutes Viskosität-Temperatur-Verhalten auszeichnen. Schlecht ist die Ausbeute und schlecht ist der V.I.-Wert, wenn die Doppelbindung in der Mitte des Moleküles sitzt, oder wenn ein Wasserstoff-Atom der endständigen Doppelbindung substituiert wird durch eine Alkylgruppe. Beachtenswert ist das *n*-Dimethyl-Oktin, das in guter Ausbeute ein Polymerisat mit sehr hoher Viskosität liefert. Die Resultate dieser wissenschaftlichen Untersuchung fanden ihre technische Auswirkung in dem Paraffin-Krack-Produkt-Polymerisationsverfahren^{26. 1943} 4943

Bei der Krackung von Paraffin in der Gasphase entstehen geradkettige Olefine mit einer endständigen Doppelbindung. Die Polymerisation dieser Olefine kann man sich nach dem in folgenden

Bild 2 (Nr. 45 106)

dargestellten Schema vorstellen. Um festzustellen, ob dieses Schema richtig ist, haben wir versucht, derartige Kohlenwasserstoffe wie sie auf dem obigen Bild dargestellt sind, synthetisch herzustellen. Von den Herren Dr. Heisinger und Dr. Hienburg wurde die auf dem

Bild 3 (Nr. 45 115)

wiedergegebene Synthese entwickelt und durchgeführt. Wir gingen aus von *n*-Oxyaldehyd das wir durch Aldolkondensation überführten in das *n*-Hexyl-*n*-heptyl-Acrolein. Dieses wurde mit Hilfe eines Nickel-Kieselgur-Kontaktes zum entsprechenden Alkohol reduziert; dann dieser mit Jod und rotem Phosphor in das entsprechende 3-Hexyl-1-Jod-Dekan übergeführt, das nun mit dem Natriumalkat

Nonyl-Malonsäure-Äthyl-Esters umgesetzt wurde. Der so erhaltene Ester wurde versetzt, decarboxyliert und die erhaltene Säure wieder zum Alkohol reduziert. Der erhaltene Alkohol wieder mit Phosphor und Jod in das Jodid über geführt. Dieses entweder zum Kohlenwasserstoff reduziert oder erstens mit dem Natriumsalz des Nonyl-Malonsäure-Äthyl-Esters zum Aufbau des nächsthöheren Homologen umgesetzt. Auf diesem, zwar etwas mühseligen, aber sehr exakten Wege wurden die auf der nachfolgenden Tabelle dargestellten Kohlenwasserstoffe erhalten.

Bild 4 (Nr. 57 088)

Man erkennt in der homologen Reihe 1-5, daß mit steigendem Molekulargewicht die Viskosität steigt, das Viskositäts-Temperatur-Verhalten sich aber stetig verbessert. Auch bei den Homologen 6, 7 und 8 gilt das Gleiche. Diese Kohlenwasserstoffe werden mit Hilfe der Wurtzschen Synthese aus den Jodiden erhalten. Auf diesem Wege gelang uns die Herstellung eines Kohlenwasserstoffes $C_{64}H_{130}$ mit einem Molekulargewicht von 899. Das ist die Molekulargröße wie sie im Mittel in Heißdampf-Zylinderölen, also in hochmolekularen mineralischen Ölen gegeben ist. Damit war erstmalig die exakte Synthese eines hochmolekularen Schmieröl-Kohlenwasserstoffes durchgeführt. Bemerkenswert bei all diesen Stoffen ist der tiefe Schmelzpunkt, besonders der zuletzt genannte Kohlenwasserstoff hat noch einen Schmelzpunkt von -39 .

Auf dem nächsten

Bild 5 (Nr. 57 089)

ist gezeigt, wie sich bei gleichbleibender Molekülgröße durch Variationen intramolekularer C-Atom-Kettenverzweigung das Viskositäts-Temperatur-Verhalten ändert. Man erkennt, wie mit Verminderung der Anzahl der Seitenketten das Viskositäts-Temperatur-Verhalten verbessert wird.

Das nächste

Bild 6 (Nr. 57 086)

zeigt ebenfalls den Einfluß der Verzweigungsart auf das Viskositäts-Temperatur-

Verhalten bei gleichbleibender Molekülgröße. Je stärker die Verzweigung, je schlechter das Viskositäts-Temperatur-Verhalten und je höher die Viskosität. Je mehr sich die Gestalt des Moleküls der Kugel nähert, umso ungünstiger wird die Einwirkung der Temperatur auf die Viskosität.

Das folgende

Bild 7 (Nr. 57 084)

zeigt die gleichen Erscheinungen bei den Kohlenwasserstoffen C_{16} und C_{24} . Sehr ungünstig sind kurze Seitenketten oder verzweigte Seitenketten, wie es die Kohlenwasserstoffe 10 bzw. 9 zeigen. Sehr bemerkenswert ist der Einfluß kurzer Seitenketten auf den Schmelzpunkt. Man vergleiche die Kohlenwasserstoffe 1-5. Hier bringt die Einführung einer Methylgruppe in das Hexadekan eine Senkung des Schmelzpunktes um 57° . Eine zweite Methylgruppe wirkt ihm weiter um 40° . Hierdurch unterscheiden sich aliphatische von aromatischen Kohlenwasserstoffen wie das nächste

Bild 8 (Nr. 51 105)

zeigt. Man vergleiche Benzol, Tolnol und die Xylole. Sehr ungünstig ist das Viskositäts-Temperatur-Verhalten, wenn die gerade C-Atom-Kette ganz oder teilweise zum Ring geschlossen wird, wie die nächste Tabelle lehrt.

Bild 9 (Nr. 57 081)

Hier sehen Sie, wie mit zunehmender Cyclisierung eine starke Erhöhung der Viskosität bei gleichzeitiger starker Verschlechterung des Viskositäts-Temperatur-Verhaltens eintritt; Beachtenswert ist der Kohlenwasserstoff Nr. 7. Eine Folge dieser durch mühselige und langwierige Synthesearbeiten gewonnenen Erkenntnisse veranlaßte uns, darüber nachzuforschen, wie sich diese Erkenntnisse technisch realisieren lassen. Das Paraffin-Krack-Produkt-Polymerisationsverfahren liefert uns stets ein Gemisch von Olefinen, dessen Zusammensetzung wir nicht beeinflussen können.

Verhalten bei gleichbleibender Mischgröße. Je stärker die Verteilung, je niedriger das Viskositäts-Temperatur-Verhalten und je höher die Viskosität, je mehr sich die Größe des Moleküls der Kugel nähert, wenn man die Kugelgröße zur Kugelgröße der Temperatur auf die Viskosität.

Das Ergebnis

(18) (19) (20) (21) (22)

zeigt die gleichen Erordnungen bei den Kohlenwasserstoffen C₁₀ und C₁₂. Sehr ungenau sind diese Kurven, da die Viskosität sehr empfindlich ist gegenüber den Viskositäts-Temperatur-Verhalten, wie es die Kohlenwasserstoffe C₁₀ bzw. C₁₂ zeigen. Sehr bemerkenswert ist das Verhalten dieser Kurven bei den Mischgrößen. Man vergleiche die Kohlenwasserstoffe C₁₀ und C₁₂ mit den Mischgrößen.

Mischgröße	Spez. Gew. bei 20°C	Viskosität in cP bei 20°C				Temperaturkoeffizient
		20	30	50	70	
C ₁₀ - C ₁₂	0,744	36,20	17,75	11,94	3,84	3,30 - 8
C ₁₀ - C ₁₄	0,748	37,00	18,00	12,20	3,94	3,37 - 69
C ₁₀ - C ₁₆	0,750	37,34	18,37	12,57	4,04	3,37 - 24
C ₁₀ - C ₁₈	0,759	38,79	19,80	13,59	4,73	3,50 + 7
Triäthylalohol	0,748	49,30	20,90	13,53	3,84	3,60 - 41
Tetraäthylalohol	0,748	44,82	18,28	12,09	4,17	4,02 - 50
Glycerin	0,958	40,87	17,39	11,10	3,71	4,31 - 44
Pentacyclol	0,964	143,7	58,03	39,94	6,17	3,71 - 17
Triäthylalohol	0,849	125,0	48,50	34,75	5,57	3,94 - 28
Tetraäthylalohol	0,858	144,7	50,20	38,60	6,30	3,97 - 69
Glycerin	0,954	94,4	34,0	20,7	4,93	3,96 - 60
Pentacyclol	0,961	435,0	117,8	75,5	10,66	3,60 - 11

in das Verhalten
Gruppe wirkt ein
on aromatischen Koh-
wässrigkeit ist das
Kette ganz oder teil-
fehlt.

ist die
eine sein
weiter
ferner
relativ
viskosität
weil sie

Hier sehen wir, wie mit zunehmender Viskosität eine starke Erhöhung der Viskosität bei gleichzeitiger Abnahme der Viskosität-Temperatur-Verhalten eintritt. Beachtenswert ist der Kohlenwasserstoff C₁₀. Eine Folge dieses durch die Viskosität und die Viskosität-Temperatur-Verhalten sind die Viskosität-Temperatur-Verhalten, wie sie hier zu sehen sind. Einem Vergleich zwischen diesen Kurven ist ein Vergleich von Glycerin, dessen Viskosität-Temperatur-Verhalten ein starkes Verhalten zeigt.

Unsere Überlegungen führten uns auf das Äthylen. Von Dr. Otto wurde zu jener Zeit gezeigt, daß man Äthylen in Gegenwart von geringen Mengen Borfluorid zu n-Butylen polymerisieren kann. Wir glaubten, daß bei Anwendung eines stärker wirkenden Katalysators es dann auch gelingen müßte, Äthylen höher zu vervielfachen, zu längeren Ketten mit langen Seitenketten. Durch Verwendung eines chemisch reinen Äthylens gelang es, mit Hilfe von Aluminiumchlorid Polymerisate zu erhalten, die ein gutes Viskositäts-Temperatur-Verhalten mit einem guten Kälteverhalten verbanden. So entstand die Äthylen-Schmieröl-Synthese.

Bei der Erprobung der Äthylen-Schmieröle in der Praxis zeigte sich bei extremen Schmierbedingungen, daß die Schmierfähigkeit nicht immer ausreichend zu sein schien. Es ist nun in der Mineralölindustrie bekannt, daß man mineralische Kohlenwasserstoff-Schmieröle durch Zugabe von fetten Ölen in ihrer Schmierfähigkeit verbessern kann. Fette Öle, das sind Ester des Glycerins mit hochmolekularen Fettsäuren, haben aber den Nachteil, daß sie thermisch außerordentlich empfindlich sind. Es wurde vermutet, daß diese thermische Unbeständigkeit ihre Ursache in der Empfindlichkeit der sekundären Hydroxylgruppe des Glycerins hat. Durch Vermittlung von Herrn Dr. Dr. Giesen wurde mir das Trimethyloläthan zur Verfügung gestellt. Die hieraus mit Leuna-Carbonsäure hergestellten Ester zeigten eine sehr gute thermische Beständigkeit. Es ergab sich also die Möglichkeit Ester herzustellen, die den hohen thermischen Anforderungen des Flugmotors entsprachen. Dieser Erfolg wurde mit ein Grund zu meiner Übersiedlung nach Leuna, wo nun auf breiter Basis zusammen mit Herrn Dr. Löwenberg, Herrn Dr. Metzger, Herrn Dr. Gönicke, Herrn Dr. Heidinger und Frl. Dr. Kössig der Zusammenhang zwischen der chemischen Konstitution und den Esterseigenschaften untersucht wurde.

Das nächste

Bild 10 (Er. 57 089)

zeigt Ester aus drei- und vierwertigen Alkoholen, verestert mit verschiedenen

Unsere Untersuchungen führten uns zur Kenntnis von der Wirkung von H_2O_2 auf die Polymerisation von $\text{C}_6\text{H}_5\text{I}$. Es wurde festgestellt, dass man H_2O_2 in Gegenwart von geringen Mengen $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ zu H_2O polymerisieren kann. Für diesen Fall ist die Anwendung eines Katalysators notwendig, es kann auch gelingen, H_2O_2 allein durch Erhitzen zu polymerisieren. Zu höheren Kisten mit langen Seitenketten. Durch Verwendung eines chemisch reinen H_2O_2 gelang es, die Hilfe von Ammoniumperoxydisulfat zu vermeiden, die ein gutes Molekulargewicht-Verhältnis mit einem guten Kristallverhalten verbunden. So entstand die H_2O_2 -Polymerisation.

Bei der Polymerisation von $\text{C}_6\text{H}_5\text{I}$ sind die Polymerisationsbedingungen nicht immer ausreichend zu berücksichtigen, dass man ein

einige in ihrer
 der den Polymeren ist
 die physikalischen
 thermische
 diesen Hydroxygruppen
 wenn wurde mir das
 Lanthan-Verbindungen
 fähigkeit zu zeigen

Nomenklatur	Mol. Gew.	Schmelzpunkt in $^{\circ}\text{C}$				Literaturwert
		20	30	50	70	
Triäthylaluminium	0,917	97,90	42,13	29,60	7,11	- 28
Triäthylaluminium	0,925	124,5	49,90	27,47	7,27	- 27
Triäthylaluminium	0,949	175	47,50	24,8	5,57	- 48
Triäthylaluminium	0,962	195	59,50	32,60	6,37	- 44
Triäthylaluminium	0,982	427	105	51,5	7,80	- 33
Triäthylaluminium	0,979	175,50	71,10	47,80	10,00	- 28
Triäthylaluminium	0,934	215,7	81,70	48,50	10,44	- 27
Triäthylaluminium	0,954	339,0	114,2	44,50	11,7	- 26

als die Möglichkeit einer Polymerisation, die den hohen Schmelzpunkt
 der Polymeren entspricht. Dieser Erfolg wurde als ein Beweis für
 die Überlegenheit des Polymeren nach Lanthan, was nun mit freierester Basis zusammen mit Herrn
 Dr. Löwenberg, Herrn Dr. Metzger, Herrn Dr. Gäncke, Herrn Dr. Heiderich und
 Herrn Dr. Böttger der Kommission zwischen der chemischen Kommission und den
 Katalysatoren untersucht wurde.

Das nächste

(Bild 10 Nr. 27 689)

Es ist eine dreier- und vierwertigen Alkoholen, verfahren mit verschiedenen

Säuren. Vergleichen wir zunächst die Ester mit der normalen Glycerinsäure. Es zeigen sich zwischen Trimethyloläthan und Trimethylolpropan in der Viskositätshöhe und im Viskositäts-Temperatur-Verhalten keine Unterschiede, wohl aber im Kälteverhalten. Hier ist der Ester des Trimethylolpropanes dem des Trimethyloläthans um 61° überlegen. Das Glycerin ist im Viskositäts-Temperatur-Verhalten den beiden Alkoholen gleichwertig, jedoch ist die Viskositätshöhe geringer und der Stockpunkt wesentlich höher als der des Trimethylolpropanes, aber niedriger als der des Trimethyloläthans. Das Pentaerythrit gibt einen Ester mit wesentlich höherer Viskosität, noch höherem Stockpunkt und etwas besserem Viskositäts-Temperatur-Verhalten. Sehr interessant ist nun der Vergleich der Ester der vier Alkohole mit einer verzweigten Säure: der 2-Äthyl-hexylsäure. Hier sind die Stockpunkte dieser vier Ester alle sehr tief. Zwischen Trimethyloläthan und Trimethylolpropan ist hier kein Unterschied. Der Ester des Glycerins hat die niedrigste Viskosität, das Pentaerythrit wiederum die höchste Viskosität und zugleich das beste Viskositäts-Temperatur-Verhalten. Nimmt man statt der 2-Äthyl-hexylsäure das Carbonsäure-Gemisch, welches aus den von $200-250^{\circ}$ siedenden Alkoholen des Isobutylöles erhalten wird, so erhält man Ester, die im Viskositätsverhalten den vorhergenannten gleichwertig sind, jedoch im Stockpunkt nicht ganz so günstig liegen. Bemerkenswert ist hier der Stockpunkt des Glycerinesters. Derartige Ester könnten in der Lackindustrie als Weichmacher und in der Elektroindustrie als Schaltöle zum Einsatz gebracht werden. Sehr interessant ist nun die Auswirkung einer unvollständigen Veresterung dieser Polyalkohole auf das Viskositäts-Temperatur-Verhalten. Diese Zusammenhänge zeigt nach nächste

Bild 11 (Nr. 57 982)

Man erkennt sowohl beim Trimethyloläthan wie auch beim Pentaerythrit, daß die Viskosität umso höher und das Viskositäts-Temperatur-Verhalten umso schlechter wird, je mehr freie Hydroxylgruppen im Ester vorhanden sind. Das ist durchaus verständlich, denn freie Hydroxylgruppen bewirken eine starke

Assoziation der Ester-Moleküle. Alle Alkohole sind ja bekanntlich stark assoziiert. Interessant ist, daß diese Assoziation, wie Versuche die Herr Prof. Dr. Wolff in Halle mit seinen Mitarbeitern auf meine Veranlassung hin durchgeführt hat, zeigten, daß diese Übermolekülbildung vollkommen gleichmäßig erfolgt. Es sind in der ganzen Masse gleich viele einer, zweier, dreier, vierer bis zwölfer Moleküle vorhanden.

Auf dem nächsten

Bild 12 (Nr. 57 083)

wird die Untersuchung von den Estern aus zweiwertigen Glykolen wieder gegeben. Als zweiwertige Glykole wurden Äthylenglykol, 1,4-Butylenglykol, 1,6-Hexylenglykol, 1,6-Methylhexylenglykol und Dimethylolpropan untersucht. Man erkennt bei den Estern der geradkettigen Glykole mit n-Oktylsäure ein Ansteigen der Viskosität und eine Abnahme, d.h. Verbesserung des n-Wertes mit steigendem Molekulargewicht. Interessant ist das Absinken des Stockpunktes beim Methylhexylenglykol und beim Dimethylolpropan. Hier macht sich wieder der Einfluß der Methylgruppe bemerkbar, wie wir ihn bereits kennengelernt haben beim Kohlenwasserstoff-Hexadekan. Sehr günstig wird der Stockpunkt, wenn man statt der n-Oktylsäure die Iso-Oktylsäure oder die Leuca-Carbonsäure nimmt. Jedoch wird bei diesen verzweigten Säuren das Viskositäts-Temperatur-Verhalten etwas ungünstiger.

Auf dem nächsten

Bild 13 (Nr. 57 090)

sind Ester der Adipin- und Methyladipinsäure untersucht. Bemerkenswert ist der Vergleich von n-Oktanol und i-Oktanol-Ester. Der letztere hat ein ausgezeichnetes Kälteverhalten, es ist der Einfluß der Äthyl-Seitenkette. Ganz analog ist die Wirkung der Methylgruppe beim Vergleich von Cyclohexanol und Methyl-Cyclohexanol. Diese beiden Ester zeigen verglichen mit dem Oktanol-Ester

Assoziation der Ester-Kohlensäure. Alle Kohlenhydrate sind in bestimmten Anteilen assoziiert. Interessant ist, daß diese Assoziation, wie Versuche die zeigen, nicht in allen Fällen mit einem bestimmten Kohlenhydrate verbunden sind. Durchgeführt hat gezeigt, daß diese Assoziationen vollkommen verschiedenartig sind. Sie sind in der ganzen Masse gleich oder in einer, zweier, dreier oder vier Kohlenhydrate vorhanden.

Am dem nächsten

Bild 12 (Nr. 27 083)

Wird die Assoziation von den Estern aus zweierlei Dingen wieder hergestellt.

4-Hydroxy-2-Pyridon

Molekulargewicht	Molekulargewicht	Molekulargewicht	Molekulargewicht in g					Molekulargewicht	
			20	30	40	50	60		
110	110	110	0,919	14,2	8,75	6,28	2,95	5,09	10
126	126	126	—	—	—	12,40	4,55	(3,05)	36
142	142	142	0,977	16,80	5,35	4,54	2,64	3,48	32
158	158	158	0,953	16,35	17,50	12,40	4,28	3,83	34
174	174	174	0,920	16,00	5,72	6,47	3,90	3,16	36
190	190	190	0,898	15,90	12,50	13,20	4,71	3,96	30
206	206	206	0,958	17,75	14,60	10,85	3,65	3,60	69
222	222	222	0,933	19,30	20,90	13,40	4,07	3,75	60
238	238	238	0,913	19,60	21,20	13,60	4,15	3,77	59
254	254	254	0,922	19,70	24,90	15,50	4,79	3,95	57
270	270	270	0,915	19,10	20,70	13,90	4,43	3,48	70
286	286	286	0,918	21,00	22,90	14,70	3,75	3,43	72
302	302	302	0,914	22,20	24,60	16,00	3,52	3,49	70
318	318	318	0,916	20,75	25,60	16,45	3,59	3,59	68
334	334	334	0,913	20,55	23,50	13,80	4,71	3,70	60

1. 4-Hydroxy-2-Pyridon
2. 4-Hydroxy-2-Pyridon
3. 4-Hydroxy-2-Pyridon
4. 4-Hydroxy-2-Pyridon
5. 4-Hydroxy-2-Pyridon
6. 4-Hydroxy-2-Pyridon
7. 4-Hydroxy-2-Pyridon
8. 4-Hydroxy-2-Pyridon
9. 4-Hydroxy-2-Pyridon
10. 4-Hydroxy-2-Pyridon

Assoziation der Ester-Kohlensäure. Alle Kohlenhydrate sind in bestimmten Anteilen assoziiert. Interessant ist, daß diese Assoziation, wie Versuche die zeigen, nicht in allen Fällen mit einem bestimmten Kohlenhydrate verbunden sind. Durchgeführt hat gezeigt, daß diese Assoziationen vollkommen verschiedenartig sind. Sie sind in der ganzen Masse gleich oder in einer, zweier, dreier oder vier Kohlenhydrate vorhanden.

ei dieser Temperatur-Variation etwas unregelmäßiger.

Am dem nächsten

Bild 13 (Nr. 27 083)

Die Assoziation der Ester-Kohlensäure. Alle Kohlenhydrate sind in bestimmten Anteilen assoziiert. Interessant ist, daß diese Assoziation, wie Versuche die zeigen, nicht in allen Fällen mit einem bestimmten Kohlenhydrate verbunden sind. Durchgeführt hat gezeigt, daß diese Assoziationen vollkommen verschiedenartig sind. Sie sind in der ganzen Masse gleich oder in einer, zweier, dreier oder vier Kohlenhydrate vorhanden.

eine höhere Viskosität und ein ungünstigeres Viskositäts-Temperatur-Verhalten. Das steht ganz in Übereinstimmung mit den Untersuchungsergebnissen an Kohlenwasserstoffen. Es sei erinnert an die Tabelle über die Cyclisierung der C-Atom-Kette des Kohlenwasserstoffes C 28 (Bild 9). Die entsprechenden Ester der Methyl-adipin-Säure sind im Viskositäts-Temperatur-Verhalten nur unwesentlich unterschieden von denen der Adipinsäure, jedoch im Kälteverhalten sind sie teilweise wesentlich günstiger. Besonders technisch sehr interessant ist der Cyclo-hexanol-Ester der α -Methyl-adipin-säure. Er findet Verwendung als Uhrenschmieröl, weil er sich dadurch auszeichnet, daß er auf einer Metalloberfläche nicht verläuft, sondern gut im Tropfen zusammenhält. Ferner findet er Verwendung als Zusatzstoff in unserem Flieger-Drucköl.

In dem folgenden

Bild 14 (Nr. 57 092)

ist der Einfluß der Methylgruppe in der Dicarbonsäure eingehender dargestellt. Man vergleiche *n*-Oktan- und *n*-Dodecanol-Ester der α - und β -Methyl-adipin-säure mit denen der Adipinsäure. Hier ist auffallend, daß die Ester der α -Methyl-adipin-säure im Viskositäts-Temperatur-Verhalten stets etwas ungünstiger liegen als diejenigen der β -Methyl-adipin-säure. Das ist ein schönes Beispiel dafür, wie wichtig die Stellung einer Seitenkette im Molekül ist. Verestert man die Säuren mit verzweigten Alkoholen, wie z.B. unseren Leuna-Alkoholen oder den Cycloalkoholen die man durch Oxidierung von Di-Isobutylon erhält, so erhält man Ester mit einem ganz hervorragenden Kälteverhalten. Besonders bemerkenswert sind hier die Ester der Sebacinsäure, die einen guten Stockpunkt mit einem ausgezeichneten Viskositäts-Temperatur-Verhalten verbinden und damit der Adipinsäure überlegen sind. Der Ester der β -Methyl-adipin-säure mit Leuna-Alkohol findet Verwendung bei der Herstellung von kältebeständigem Motorenöl und Schmierölen, auch sind einige als

Die folgenden Tabellen geben die physikalischen Eigenschaften der untersuchten Stoffe an.

Stoff	Formel	Dichte bei 20°C	Schmelzwärme in cal/g bei °C					Schmelzpunkt °C
			20	30	50	77	2010	
Aethylalkohol	C ₂ H ₅ OH	0,789	45,55	20,10	13,50	4,30	117	
1,2-Ethandiol	C ₂ H ₄ (OH) ₂	1,265	39,00	7,36	4,03	1,74	245	
1,3-Ethandiol	C ₂ H ₄ (OH) ₂	1,190	37,70	25,80	11,30	5,30	33	
1,4-Ethandiol	C ₂ H ₄ (OH) ₂	1,190	31,77	6,83	3,17	2,29	13	
1,5-Ethandiol	C ₂ H ₄ (OH) ₂	1,190	34,20	29,33	19,80	6,14	19	
1,6-Ethandiol	C ₂ H ₄ (OH) ₂	1,190	31,40	8,40	6,26	2,62	13	
1,7-Ethandiol	C ₂ H ₄ (OH) ₂	1,190	37,50	40,20	25,20	7,93	40	
1,8-Ethandiol	C ₂ H ₄ (OH) ₂	1,190	35,40	8,63	4,53	3,71	29	
Methylalkohol	CH ₃ OH	0,792	64,00	27,90	17,80	5,10	94	
Triethylalkohol	C ₃ H ₇ OH	0,800	34,50	8,12	5,87	2,34	32	
Triethylalkohol	C ₃ H ₇ OH	0,800	29	81,75	41,07	10,75	33	
Triethylalkohol	C ₃ H ₇ OH	0,800	37,44	17,75	11,54	3,64	8	
Triethylalkohol	C ₃ H ₇ OH	0,800	48	177,7	101,1	19,50	45	
Triethylalkohol	C ₃ H ₇ OH	0,800	50,79	21,80	15,19	4,75	7	

Die folgenden Tabellen geben die physikalischen Eigenschaften der untersuchten Stoffe an.

Die folgenden Tabellen geben die physikalischen Eigenschaften der untersuchten Stoffe an.

Die folgenden Tabellen geben die physikalischen Eigenschaften der untersuchten Stoffe an.

Tabelle 1 (Nr. 1 bis 10)

Die folgenden Tabellen geben die physikalischen Eigenschaften der untersuchten Stoffe an.

Die folgenden Tabellen geben die physikalischen Eigenschaften der untersuchten Stoffe an.

Stoff	Formel	Dichte bei 20°C	Schmelzwärme in cal/g bei °C					Schmelzpunkt °C
			20	30	50	77	2010	
1,9-Ethandiol	C ₂ H ₄ (OH) ₂	1,190	34,00	12,70	8,70	3,13	13	
2,0-Ethandiol	C ₂ H ₄ (OH) ₂	1,190	37,50	18,30	12,0	4,30	45	
2,1-Ethandiol	C ₂ H ₄ (OH) ₂	1,190	39,00	27,40	18,30	5,74	58	
2,2-Ethandiol	C ₂ H ₄ (OH) ₂	1,190	37,80	40,80	27,40	7,78	53	
2,3-Ethandiol	C ₂ H ₄ (OH) ₂	1,190	34,50	54,10	34,80	10,00	38	
2,4-Ethandiol	C ₂ H ₄ (OH) ₂	1,190	28,20	14,50	10,00	3,52	70	
2,5-Ethandiol	C ₂ H ₄ (OH) ₂	1,190	46,00	21,90	14,70	4,75	40	
2,6-Ethandiol	C ₂ H ₄ (OH) ₂	1,190	47,10	29,07	19,50	6,14	53	
2,7-Ethandiol	C ₂ H ₄ (OH) ₂	1,190	38,00	41,30	27,10	8,31	50	
2,8-Ethandiol	C ₂ H ₄ (OH) ₂	1,190	180,0	75,50	47,00	12,50	10	
2,9-Ethandiol	C ₂ H ₄ (OH) ₂	1,190	55,90	24,40	15,70	4,94	59	
3,0-Ethandiol	C ₂ H ₄ (OH) ₂	1,190	75,50	37,80	21,40	6,75	50	
3,1-Ethandiol	C ₂ H ₄ (OH) ₂	1,190	119,70	50,60	31,30	8,94	54	

Die folgenden Tabellen geben die physikalischen Eigenschaften der untersuchten Stoffe an.

Die folgenden Tabellen geben die physikalischen Eigenschaften der untersuchten Stoffe an.

Die folgenden Tabellen geben die physikalischen Eigenschaften der untersuchten Stoffe an.

KOD/

Weichmacher für Igelit geeignet befunden worden.

Auf dem nächstfolgenden

Bild 15 (Nr. 57 096)

ist nun die Auswirkung einer Molekülvergrößerung auf das Viskositäts-Temperatur-Verhalten dargestellt. Es wurden hier mehrwertige Alkohole einmal mit einer normalen Oktylsäure verestert und zum anderen mit den langkettigen Halbestern der Adipinsäure mit der Leuna-Alkohol Fraktion 140-150, das ist im Wesentlichen C6- und C7-Alkohol. Man erkennt, daß diese letzteren Ester wesentlich höher viskos sind und in Viskositäts-Temperatur-Verhalten sogar etwas günstiger sind, als die Ester der normalen Oktylsäure. Da im Halbestern der verzweigte Leuna-Alkohol enthalten ist, so ist selbstverständlich das Kälteverhalten dieser Ester ausgezeichnet, wie die Stockpunkte zeigen. Auch die Schmierfähigkeit derartiger Ester ist sehr gut. Sie haben als Schneideöl einen praktischen Einsatz gefunden. Man kann eine geradkettige Molekülvergrößerung nun auch in der Weise durchführen, daß man einen Alkohol äthoxyliert.

Auf dem nächsten

Bild 16 (Nr. 57 095)

ist das Ergebnis der Untersuchung dieser Frage wieder gegeben. Als Alkohol wurde zunächst das durch Oxidierung von Di-Isobutylol gewonnene 1-C₉-Alkoholgemisch benutzt. Die Äthoxylierung wurde durchgeführt durch Einleiten von Äthylendioxyd in den wasserfreien Alkohol. Wichtig ist hierbei, daß alle Alkohol-Moleküle gleichmäßig Äthylendioxyd aufnehmen. Dieses gleichmäßige Verteilen des Äthylendioxydes gelang nur mit Hilfe von Borfluorid als Katalysator. Man erkennt auf dem obigen Bild 16, daß mit steigendem Äthylendioxydgehalt die Viskosität sich erhöht und das Viskositäts-Temperatur-Verhalten verbessert wird. Dagegen wird das Kälteverhalten umso schlechter, je mehr Äthylendioxyd