

150
19. Oktober 1942

Abt. II - Cl./Fk.

Jl.-Nr. 42/10/14;

8524

000915

Herrn Professor Martin
Dr. Hagemann
Direktor Alberts
Dr. Schußf.
Dr. Coethel
Dr. Schaub

Betr.: Vorversuche zu der technischen Herstellung eines durch einen
Inhibitor stabilisierten Flugöls SS 2010 für RL M.

Die nachfolgenden Versuche sind als Vorarbeiten für eine Aufgabe
aufzufassen, die dem Betrieb in diesem Sommer gestellt wurde.
Aus einem bestimmten Anteil des Crackbenzins sollte für das RK
unter der Bezeichnung SS 2010 ein Flugöl mit folgenden Eigenschaften
hergestellt werden:

- 1) v_{50} = ca. $10^{\circ}E$
- 2) v_{10} = ca. 1,52
- 3) Cl alterungsfest d.h. Sauerstoff-stabil
- 4) Stockpunkt möglichst unter $-40^{\circ}E$.

Die von uns durchgeführten Versuche beziehen sich hauptsächlich auf
die Punkte 2) und 3). Die Alterungsfestigkeit wurde durch Zugabe
kleiner Mengen Methylanilin in der Form einer ölhaltigen Hochschmelze
erreicht. Die Herstellung der im Betrieb benötigten Menge Inhibitor
ca. 700 g - erfolgte im Hauptlaboratorium.

Darüber hinaus gaben die vorliegenden Versuche Gelegenheit zu Beob-
achtungen, die für die Kenntnis der Öle von Bedeutung sind.

Die unter 4) angegebene Bedingung konnte ohne weiteres dadurch
erfüllt werden, dass die den Stockpunkt durch ihren Paraffingehalt
ungünstig beeinflussenden tiefsten Siedeteile im Vakuum entfernt
und durch geeignetes Spindelöl ersetzt wurden. Auf diesem Wege konnte
gleichzeitig die Viskosität im Sinne der Lieferungsbedingungen
korrigiert werden.

Als Ausgangsmaterial für die Versuchsreihen dienten 3 unter sich
ähnliche Crackbenzine aus der Anlage, deren wesentliche Eigen-
schaften jeweils auf der ersten Anlage des betreffenden Abschnittes
beschrieben werden. Der Bericht umfasst Versuche

- 1) mit Benzin I (3360) Anlage 1 - 3
- 2) mit Benzin II (Pass 185) Anlage 4 - 8
- 3) mit Benzin III (Mstd. > 140, Tank 8) Anlage 9 - 12.

Das Material 2 sollte dem Betriebsdurchschnitt entsprechen, erwies
sich aber, gemessen an der Siedekennziffer, als zu hochsiedend,
Benzin II dagegen war dem im Betrieb für die Herstellung der
ersten 100 to vorbereiteten und dann tatsächlich verwendeten
Destillationsrückstand III sehr ähnlich.

Durchschrift

000910

II) Synthesen mit Crackbenzin 3366

Anlage 1 - 3

Anlage 1: Analyse und Destillation des Benzins

Die Werte für $NZ = 0,47$ und $VS = 0,58$ liegen auffallend hoch; wie erwartet wurde durch diesen hohen Gehalt an Verunreinigungen die Synthese störend beeinflusst. Vgl. z.B. Anlage 2.

In der Siecklage entspricht die Benzinprobe nicht dem im Betrieb anfallenden Normaltyp, denn die aus der Viglerdestillation abgeleitete Sieckkennziffer liegt wesentlich höher: bei 159,7 gegen 146,7. Es besteht also die Gefahr, dass der Benzinanteil, der schmierabdestilliert werden muss, um zu einem λ mit der $V \lambda = 1,52$ zu kommen, zu gering ankommen wird. Da wir schätzten, dass das Ausgangsmaterial für das Flugöl 33 2010 eine untere Siedegrade von etwa 140 haben müsste, destillierten wir das Benzin bei 130, 140 und 150 ab (Tabelle 2, Anl. 1). Der Rückstand bei 140 betrug 53,2 Gew.-% und enthielt 55 Olefine; die Sieckkennziffer war 190,5. -

Anlage 2: Synthesen mit dem undestillierten Benzin und den Fraktionen der Anl. 1

Wie aus Tabelle 2 hervorgeht, verläuft die Polymerisation nicht so glatt, wie wir es bei reaktionswilligen Crackbenzinen gewohnt sind. Wenn in den 3 aufeinanderfolgenden Synthesen fällt mit 2 $AlCl_3$ die Kontaktölmobilbildung rasch ab, während die nicht umgesetzten Olefine stark ansteigen. Wir haben in früheren Versuchsreihen nachgewiesen, dass die Mobilbildung begünstigt wird, wenn die hohen NZ und VS Wertend als Ausgangsbenzin über Petrolalk neutralisiert wird. -

Unsere Absicht, durch wenige Versuche die untere Siedegrade zu ermitteln, die eingehalten werden muss, um ein λ mit $V \lambda = 1,52$ zu erhalten, wurde bei der Tabelle 3b nicht erreicht. Die ermittelten Polhöhen ordnen sich nicht in eine mit der unteren Siedegrade fallende Reihe. Sie bei 130, 140, 150 erhaltenen Benzinrückstände liegen eben zu dicht nebeneinander, besonders wenn man bedenkt, dass die Polhöhe erfahrungsgemäss nur mit einer Genauigkeit von etwa 0,04 Teilen angegeben werden kann. -

Anlage 3: Umstellung der Polhöhe bei Verwendung des über Gesamtbenzin im Betrieb gewonnenen Kontaktöls

Der Betrieb behauptete, dass über dem undestillierten Benzin laufend gewonnenes Kontaktöl für die Sonderproduktion 33 2010 mit einzusetzen. Die Anl. 3 lässt erkennen, dass sich bereits nach 1 Synthese mit dem Sz.-Rückstd. > 140 die Polhöhe 1,53 einstellt hat. Eigentümlich ist auch hier, dass das Kontaktöl mit 2 $AlCl_3$ nicht zu-, sondern stark abnimmt.

370817

11) Synthesen mit Braubenzin, Probe vom 10.3.42.

Anlage 4 - 3

Anlage 4.5: Analyse und Destillation des Benzins

Dieses Benzinprobe ist ebenfalls durch stärkere sekundäre Polymerisierungen gekennzeichnet: $n_D = 0,47$, $V = 0,57$. Das Benzin liegt mit 17,8 tiefer als Benzin I. In eine weitere Probe zu erhalten, wurde ab 80 eine Reihe verschiedener Isomeren erst ab 180 hergestellt und polymerisiert. Der so erhaltene Destillationsrückstand 140 zeigt etwas günstigere Kationen als das im Betrieb für die Flugölfabrikation verwendete Material III:

	<u>Benzin II</u>	<u>Benzin III</u>
Ant. 140 ^o Refine	65,2	59,2
" 80 Differ	179,7	174,5

In dem durch Feindestillation abgetrennten Rückstand sind vor allem C₅- und C₇-Kohlenwasserstoffe, dann Stylien enthalten (Ant. 5).

Anlage 5: Abhängigkeit der Viskosität von der Siedehöhe des Benzins.

Wie mit den verschiedenen Destillationsrücken durchgeführten Analysen ergeben folgende Verhältnisse:

<u>Benzinstd.</u>	<u>Anteil v. lz.</u>	<u>V. H.</u>
80 ^o	85,3	1,52
100	70,4	1,52
130	64,2	1,58
140	61,1	1,52 (aus 9erten)
150	55,9	1,50
160	50,3	1,49

Es ist auffallend, dass die Verlagerung der unteren Siedehöhe von 100 bis 150 nicht mehr ausreicht, es können so ab 130 20% des Benins abdestilliert werden, ohne dass diese Annahme die Viskosität des Öles verbessert!

Ferner wiederholt sich in der Tabelle 4a die Beobachtung, dass bei der Polymerisation infolge mangelhafter Polymerisation die Austrefine rasch ansteigt und damit die Viskosität sinkt. Die normale Viskosität von 2 μ bei 40^o reicht also für die Polymerisation nicht aus. Diese Schwierigkeit in der Kontaktkohlenbildung tritt nach Tabelle 4b mit der Steigerung der unteren Siedehöhe des Benzins selbst bei reichlichem AlCl₃-Einsatz noch zu. Auch bei den verschiedenen Benzinrückständen trotz abfallenden Siedehaltens ohne Kontaktkohlensatz jeweils mit 4 μ AlCl₃ polymerisiert:

<u>Benzinstd.</u>	<u>Refine</u>	<u>Kontaktkohlen</u>
80 ^o	60	11,3
100	65	7,5
130	61	8,8
140	60	7,8
150	57	7,-
160	4	5,5

Durchschnitt

Die Erklärung für dieses Verhalten bzgl. Polhöhe und Kontaktsbildung, ist höchstwahrscheinlich darin zu suchen, dass das Crackerbenzin in seinen oberen Siedelagen noch Primärprodukte (Crackeinsetz) enthält. Während an sich die Polhöhe mit steigender Siedelage d.h. mit zunehmender Höhe der C-Ketten immer besser wird, wird sie durch den unteren Anteil immer zu deren Einfluss der Primärprodukte derart verschlechtert, dass fast eine Inversion eintritt.

Anlage 7: Herstell. des Crackerbenzins mit Kontaktsinteral

Setzt man wie bei anal. 5 aus dem Hauptbetrieb des Anlagen erhaltene, mit Katalysator gebildete Kontaktsinteral im Verhältnis 1 Gew.-%: 100 Gew.-%. Benzolstand $> 140^\circ$ ein, so ist auch hier der Wechsel der Polhöhe bereits nach einer Synthese vorhanden.

Anlage 8: Herstell. des für den Betrieb im Hauptbetrieb hergestellten Katalysators als Inhibitor.

Die Herstellung des für die ersten 100000 Liter erhaltene Inhibitors erfolgte in einem 100 Liter Fass mit folgenden Mengen von 74 g dargestellt, dass äquivalente Menge an von 1. Anilinamin und Schwefel unter Zusatz von 5 g. Anilin, zusammen mit dem liegenden Flüssigkeit durch Erhitzen auf $150 - 160^\circ$ auf Diäthylphenylamin umgesetzt, wurde. Die nach dem Erkalten erstarrte, ziemlich weiche ölartige Rohschmelze, der Zusatzgaben zugesetzt, wurde die Inhibitor. Die nach der Anlage 8 hervorgehoben, ist die Wirkung von 0,2% Rohschmelze gerechnet ohne Öl, auf 100 Gew.-% Benzolstand $> 140^\circ$ aus dem ersten Gang, zu ganz ausgefallen. Die Parameter sind 0 Std. 160° erfüllten alle Bewertungen. -

Die weitere Prüfung, der gesamten Katalysatoraktion erfolgte demselben Anlage 12.

11) Synthesen mit dem Benzolstand. Ausfall

Anlage 9 - 12

Die ersten beiden zur Polymerisation des Benzols, sind im Betrieb durchgeführten mit 100 Gew.-% Benzolstand verarbeitet wurde. Es war ein Benzolstand $> 140^\circ$.

Anlage 11: Analyse und Destillation des Katalysators.

Die beiden ersten beiden sind nicht die ersten beiden mit solchen Rohschmelze und 7 - 10 Gew.-% Benzol ein besonders weiches Benzol ab. Die sonst übliche Rohschmelze, einen grossen Anteil, hier 70 %, erneut abdestillieren, führte zu einem verbesserten Ausgangsmaterial für die Synthese: die 1. und 2. Siedelagen sind vorhoch.

Übrigens machte sich auch bei dem Benzol die unter Anlage 6 besprochene Abwesenheit von Primärprodukten in störender Weise geltend: Die Polymerisation des Benzolstandes (30 Gew.-%) ergibt trotz hoher Siedelage ein Öl mit der Polhöhe von nur 1,53!

110919

Anlage 10 und 11: Vergleich einer längeren Syntheseriehe mit und ohne Betriebskontaktöl.

Zur Klärung der Frage, welche Vorteile nun mit dem Benzol III erzielt werden kann und wieviel AlCl₃ benötigt wird, wurden nacheinander 10 Synthesen ungesetzt und zwar zunächst eine Reihe (Anl. 10) unter Zugabe von 300 g Kontaktöl auf 500 g Benzol, Pank 8, das aber normalen Desantersolbenzin in der Anlage gewesen war. Bildete sich neues Kontaktöl, so wurde die zusätzliche Menge entfernt, andererseits bei Vervollständigung des Kontaktes die fehlende Menge wieder ergänzt. Es blieb also der Katalysator dauernd auf konstant 300 g. Um man zu einer jedenmaligen Neubildung von Kontaktöl zu kommen, bedurfte es eines AlCl₃-Zusatzes von 23,4 g. Bei 5,9 Mestolefinen bildete sich n-1 in einer Ausbeute von 92,1 % mit der Viscosität, Höhe 1,55. Die Bedingungen des Reaktions sind also hier kaum erreicht. Die Umstellung mit dem Betriebskontaktöl ging rasch vor sich; sie dauerte nur 1 Synthese.

In der parallel hierzu geführten Syntheseriehe - Anlage 11 - wurde der Kontaktölzusatz 1:2 zur Synthese I unterlassen. Der Vergleich ergab: Bei einer Steigerung der AlCl₃-Zugabe bis 4 g, im Mittel 3,6 g, fiel zwar das Kontaktöl etwas reichlicher an (3,1 statt 2,4 g), indes blieb die n-1-Ausbeute nur 47,6 %, also 2:2 tiefer. Die Mestolefine stiegen entsprechend von 5,9 auf 7,5 g. Die Artweise des Betriebes (1 Teil Kontaktöl auf 2 Teile Benzol) wirkt sich also günstig aus. In dem Maße, wie die Menge des Katalysators in der Folge der Synthesen zunimmt, sinkt der Bestand an Mestolefinen ab:

Synthese Nr.	Kontaktölbestand	Mestolefine
II	5 g	10
IV	95 g	10
VI	127 g	4
VIII	238 g	3

Anlage 12: Prüfung der Inhibitorproduktion

In der Apparatur des Hauptlabors wurden insgesamt etwa 1000 kg des 8-karbitigen Nompenthiazins hergestellt. Um zu prüfen, ob die Schmelze den erreichten Stabilisierungseffekt zeigt, wurde ein Durchlauf mit der gesamten Produktion in verschiedenen Mengen des Benzol 140 Pank 8 vor der Polymerisation zugefügt. Die Anlage zeigt, dass 0,2 g, gerechnet ohne 1, einen ausgesprochenen Effekt geben, gemessen am Viskositätsanstieg 100 %, dagegen 0,15 g oder gar 0,1 g nicht genügen.

Vorversuche für die Umstellung des Betriebes auf Flugöl SS. 2010

. Crackbenzin Nr. 3366

Ausgangsmaterial bildete das Crackbenzin 3366 aus der Anlage, das allerdings etwas höher siedet, als der vom Betrieb angegebene Normaltyp. Um ein 1 Vol = 1,50 - 152 zu erhalten, wurde im Versuchslabor in der Fraktionierkolonne ein Teil des Benzins abdestilliert. Benzin 3366 hatte: $d_{20} = 0,730$, $n_D = 0,47$, $V_1 = 0,58$.

1) Engleranalyse

3319

	Normaltyp	Geest-	Dest. Ntd.	Dest. Ntd.	Dest. Ntd.
	lt. Betrieb	Benzin I	130°	140°	150°
siedet ab	-	50°	142°	150°	155°
5 Vol	64	71	154	160	165
10	75	88	158	165	169
20	95	108	167	172	175
30	115	128	176	179	180
40	137	151	183	185	187
50	153	171	190	191	192
60	169	186	197	198	196
70	182	198	201	203	201
80	193	205	207	208	206
90	208	215	213	214	213
95	218	223	219	220	217
Deckz.	146,7	159,7	188,-	190,5	191,-
Define	-	66,-	57	55	53

2) Atmosphärische Destillation

3320

	130°	140°	150°
Destillat	33,1	30,7	44,1
Rückstand	66,6	63,2	58,8
Verlust	0,3	0,1	0,1
	100	100	100

Durchschnitt

I. Crackbenzin Nr. 3366

3a) Synthesen mit dem undestillierten Benzin.

Es wurden 3 Synthesen ungesetzt; das bei 3. I anfallende Kontaktöl diente für 3. II usw. Dauer 8 Std. 95°.

	3. I	3. I	3. II
Einsatz Benzin	500 g	500 g	510 g
AlCl ₃	4	2	2
Kontaktölzusatz	-	69 g aus 3. I	73 g aus II
Kontaktöl neu	+ 0,2	-12	+ 0,2
Restolefine	7	12	22
n-1 Ausbeute	50,-	56,3	43,9
" V ₅₀	9,2°	7,0°	7,9°
V _H	1,64	-	1,63

3b) Synthesen mit verschiedenen Benzinfraktionen

Dauer 7 Std. 95°, Einsatz 400 g

	130°	140°	140°	150°
	3. I	3. I	3. II	3. I
AlCl ₃	4	4	2	4
Ktölzusatz	-	-	von 3. I	-
Ktöl neu	+ 5,7	+ 7,5	-4,5	+ 2,8
Restolefine	4	3	-	-
n-1 Ausbeute	48,-	45,7	33,7	41,5
" V ₅₀	15,3°	17,7°	13,9°	14,7°
" V _H	1,51	1,52	1,51	1,50

I. Crackbenzin Nr. 3366

30) Umstellung der Polhöhe bei Verwendung von Kontaktöl-Betrieb,

hergestellt aus Gesamtbenzin.

Es war festzustellen, wie rasch die Umstellung der Polhöhe auf 1,52 erfolgt, wenn man für die Polymerisation des Benzolrückstandes > 140 ein Kontaktöl des Betriebes verwendet, das bei der Umstellung mit Gesamtbenzin gewonnen war. (Versuch 3371/6):

Einsatz Crackbz. 140° 1000 g = 100 %

AlCl₃ 2 % = 20 g

Kontaktöl aus Betrieb 500 g

erhitzen 1 Std. 40°, 2 Std. 60°, 4 Std. 80°, 7 Std. 100°

Kontaktöl neu 100 g aufgenommen = -10

Kostolefine = 15 %

n-1 Ausbeute = 47,7 %

" d₂₀ = 0,853

" v₅₀ = 7,4°

" v₁₀₀ = 1,53

Die Umstellung ist hier also bereits nach 1. Synthese erreicht.

II. Wackbenzin, Probe v. 10.8.42 F 185

Am 10. August wurde im Betrieb eine Probe Bz. genommen, die dem Normaltyp (Anl. 1) näherkommt. Außer dem Destillationsstd. $> 140^\circ$ wurden auch noch verschiedene andere Anteile untersucht und zur Polymerisation eingesetzt. - Bz. hatte: $d_4 = 0,750$, $n_D = 0,47$, $V_1 = 0,57$.

1) Siedeanalyse

3399

	ges. Bz. $< 140^\circ$	> 80	> 100	> 130	> 140	> 150	> 160	
siedet ab	45°	37°	30°	104°	142°	143°	154°	180°
5 Vol	78	55	97	123	152	152	165	187
10	88	61	106	127	154	153	166	188
20	103	71	120	137	160	160	175	190
30	126	78	135	145	163	168	179	191
40	144	85	149	160	170	173	185	193
50	161	92	163	167	176	179	187	196
60	175	100	173	178	183	185	192	198
70	185	113	183	187	190	191	197	201
80	194	125	196	194	196	198	201	205
90	204	163	205	202	203	204	208	210
95	212	172	209	210	207	208	213	213
Satz	152,8	99,3	158,1	167,-	177,9	179,7	180,3	197,4
Olerine	70 %	85 %	68 %	65 %	61 %	50 %	57 %	49 %

2) Atmosphärische Destillation

3399

	80	100	130	140	150	180
Destillat	12,9	28,7	35,4	40,7	45,8	62,6
Restd.	86,3	70,6	64,2	59,1	53,9	36,8
Verlust	0,8	0,7	0,4	0,2	0,3	0,6
	100,-	100,-	100,-	100,-	100,-	100,-

II. Crackbenzin, Probe v, lo.8.42 P.185

3. Feindestillation

Fraktion	Gew. %	d ₂₀	Tiefkondensat
a) Gesamtbenzin d₂₀ = 0,725			
Kondensat	10,-	0,600	das Tiefkondensat enthält
67 - 82	6,7	687	C ₃ H ₈ 0,8 %
82 - 110	12,8	714	C ₄ H ₁₀ 3,1 %
110 - 135	13,2	729	C ₅ H ₁₂ 3,7 %
135 - 160	11,4	738	C ₄ H ₈ 14,2 %
160 - 184	12,9	745	1-C ₄ H ₈ 1,- %
184 - 205	15,7	751	C ₅ 32,7 %
205 - 224	16,2	755	C ₆ 44,5 %
Kstd. 224°	1,1	787	
	100 Gew. %		100 Gew. %
b) Feindestillat < 140° d₂₀ = 0,699			
Kondensat	15,8	0,600	das TK enthält
78 - 82	12,6	679	C ₃ H ₈ 2,1 %
82 - 110	28,-	712	C ₄ H ₁₀ 6,3 %
110 - 135	19,6	728	C ₅ H ₁₂ 2,5 %
135 - 160	21,4	740	C ₄ H ₈ 12,5 %
Kstd. 160°	2,6	755	1-C ₄ H ₈ 0,7 %
			C ₅ 40,8 %
			C ₆ 35,1 %
	100 Gew. %		100 Gew. %
c) Destillationsrückstd. > 140° d₂₀ = 0,752			
51a 110°	1,9	6,732	
110 - 135	13,7	735	
135 - 160	30,-	744	
160 - 184	23,4	752	
184 - 205	9,1	755	
205 - 229	13,2	760	
Kstd. 229°	8,7	780	
	100 Gew. %		

000926

II. Brackbenzin, Probe v. 10.8.42.

4a) Oligosynthesen mit dem Brackbestand > 140°

Kein Zusatz von Kontaktöl aus Betrieb oder Inhibitor. Dauer 7^h 95°
3372, 3399

	S I	S II	S III	S IV	SI	S II
Einsatz Bz.	500 g	500g	500 g	500 g	400 g	400 g
AlCl ₃	5 %	2 %	4 %	2 %	4 %	2 %
Ktölzusatz	-	von I	von II	von III	-	von I
Ktöl neu	+ 9,4 %	-9 %	+ 3 %	+ 2 %	+ 7,8 %	-5 %
Restolefine	7 %	18 %	28 %	43 %	-	39 %
n-Öl	52,6 %	44,4 %	37,8 %	35, -	43, -	28,5 %
" V ₅₀	16,2°	8,5°	16,4°	12,3°	13,9°	14,5°
" V ₂₀	1,53	1,54	1,55	1,52	1,53	1,54

Als Mittel von 9 Werten ergab sich die Polhöhe von 1,52

4b) Oligosynthesen mit den sonstigen Brackbestandteilen

Kein Zusatz von Kt-Öl aus Betrieb oder Inhibitor. Dauer 7^h 95°
3399

	<140°	>80°	>100°	>130°	>150°	>180°
Eins. Bz.	400 g	400 g	400 g	400 g	400 g	400 g
AlCl ₃	4 %	4 %	4 %	4 %	4 %	4 %
Ktölzusatz	-	-	-	-	-	-
Ktöl neu	+ 11,5 %	+ 11,8 %	+ 7,3 %	+ 3,3 %	+ 7, -	+ 3,5 %
Restolefine	18 %	4 %	5 %	-	-	5 %
n-Öl	64,7 %	53,2 %	54,5 %	48,3 %	40, -	40,7 %
" V ₅₀	16,4°	10,5°	10,9°	13,7°	15,9°	13,4°
" V ₂₀	1,73	1,62	1,53	1,50	1,50	1,43

000927

II. Crackbenzin, Probe v. 10.8.42

40) Umstellung der Polhöhe bei Verwendung von Kontaktöl-Betrieb
hergestellt aus Gesamtbenzin.

In der mit Kontaktöl-Betrieb durchgeführten Reihe wurden zunächst 2 Synthesen mit undestilliertem Benzin durchgeführt, dann wurde auf den Destillationsrückstand $>140^{\circ}$ umgestellt.

3571

	Ges.Bz. S I	Ges.Bz. S II	$>140^{\circ}$ S III	$>140^{\circ}$ S IV	$>140^{\circ}$ S V	$>140^{\circ}$ S VI
Einsatz Bz.	800 g	800 g	800 g	800 g	800 g	800 g
AlCl ₃	2 %	2 %	4 %	2 %	2 %	2,5 %
Etölkzusatz	400 g	400 g	325 g	401 g	430 g	418 g
" - neu	+1,3 %	-10,7 %	+3,9 %	+0,1 %	-1, -	+1, -
Restolefine	12 %	27 %	7 %	15 %	40 %	28 %
n-Öl	61,3 %	58, -	51, -	51,5 %	49,0 %	42,8 %
" V ₅₀	6,2 ⁰	5,1 ⁰	13,7 ⁰	8,4 ⁰	9, - ⁰	10,4 ⁰
" VPH	1,62	1,62	1,50	1,49	1,52	1,52

Beim Wechsel stellt sich die VPH sofort auf 1,50 ein.

II. Crackbrenn, Probe v. 10.8.42

1d) Prüfung von 3 Phentiazinproben durch Zugabe zum Ben: inrückstand >140° vor der Synthese

Bei der Herstellung des Inhibitors waren 2 Teile Öl auf 1 Teil Inhibitor vorgelegt worden. Es wurden auf 100 T. Bz. >140° 0,2 % (T.) Phentiazin, das Öl nicht gerechnet, als Nachschmelze zugesetzt. Anbei 2 getrennte Versuche je 3 Synthesen, Dauer 3 Std. 95°.

5372

	Inhibitorprobe Nr. 3			Inhib.1 Inhib.2 Inhib.3		
	S I	S II	S III	S I	S II	S I
Einsetz bz. 140°	500 g	500 g	500 g	500 g	500 g	500 g
AlCl ₃	5 %	2 %	4 %	4 %	4 %	4 %
Ktöl aus.	-	aus I	aus II	-	-	-
Inhibitor	0,2 %	0,2 %	0, %	0,2 %	0,2 %	0,2 %
Ktöl neu	+15,8 %	-12,6 %	-0,4 %	+0,2 %	+2,8 %	+ 2,2 %
h-Öl	48,-%	49,-%	48,-%	28 %	31,-%	40,6%
V ₅₀	13,-°	9,6°	13,8°	11,-°	10,7°	12,4°
VPH	1,49	1,53	1,52	1,53	1,55	1,50

die 3 Öle wurden vereinigt die 3 Öle wurden verein.

Alterung des Gemisches 6 Std. 160°

O ₂ verbr.	0 %	1,2 %
+ V ₅₀	7 %	6 %
VZ	4,5	2,1
+ DK	0,08	0,05
H ₂ O	2,-	1,2

III. Crackbenzin, Betriebsrückstand >140° Tank 8 (3.9.42)

1) Analyse

Mit diesem im Betrieb durch Cracking und Destillation erhaltenen Benzinrückst. sollten die ersten 100 t Flugöl im Grossen hergestellt werden. Das Material wurde 1) direkt aus dem Tank ohne Veränderung 2) nach erneuter Destillation (30 Std. Rest.) untersucht.

3399

	undestilliert Tank 8	im Vers.hab. 70 % Destillat	destilliert 30 % Rückstand
Olofine	59 %	67 %	40 %
NZ	0,75	0,65	0,67
VZ	0,94	1,-	1,39

Engleranalyse

siedet ab	132°	130°	186°
5 Vol %	144	137	192
10	148	140	193
20	155	145	195
30	159	152	197
40	167	157	198
50	174	163	200
60	181	168	201
70	187	175	204
80	194	182	206
90	203	190	210
95	206	195	213
Siedekennziffer	174,5	163,6	202,1

III. Crackbenzin, Betriebsrückstand 140° Tank 8 + Kt81 Betrieb

1) Synthesen unter Einsatz von Betriebskontaktöl

Synthese	AlCl ₃	Ktölmenge	Ktöl neu	Wass- ölsäure	n-Dl. Ausbeute	n-Dl. V ₅₀	3399/16 n-Dl. VII
I	3	300	-3	8	55,5	9,4	1,58
II	3	300	+2,7	6	50,5	11,9	1,54
III	3,5	300	+3,-	7	48,-	11,6	1,54
IV	3,5	300	+1,5	6	49,7	12,8	1,54
V	3,5	300	+4,-	5	51,6	13,-	1,54
VI	3,5	300	+4,5	4	49,5	13,6	1,57
VII	3,5	300	+4,2	5	50,2	13,9	1,55
VIII	3,5	300	+3,7	4	48,3	15,2	1,56
IX	3,5	300	+5,2	7	48,7	13,6	1,53
X	3,5	300	+1,5	7	49,4	15,3	1,56
Mittel	3,4	-	+2,4	5,9	50,1	13,-°	1,55

Der für die ersten 100 to Kt81 vorgesehene Destillationsrückstand wurde mit Kontaktöl aus Betrieb, das über normalem Desmators-crackbenzin erzeugt worden war, zur Synthese I - I angesetzt. Einsatz je 600 g Benzin; Wasser 7 Std. 95°

III. Craxtbensin, Betriebsrückstand > 140° Tank 8

2) kein Betriebskontaktöl zugesetzt

In der I - X wurde das bei der ersten Synthese gebildete Kontaktöl der zweiten zugesetzt usw.

Einsetz je 600 g Benzin; Dauer 7 Std. 95°

3309/12

Synthese	AlCl ₃	Katol- menge	Katol neu	Rest- olefine	n-1 Ausbeute	n-1 V ₅₀	n-1 VPH
I	4	-	+3,5	6	47,8	14,6	1,56
II	2,5	75	-3,3	16	46,8	10,-	1,53
III	3	70	+12	11	47,7	9,4	1,52
IV	3	95	-3,8	10	47,-	10,3	1,54
V	3,5	103	+1,-	12	46,7	12,5	1,54
VI	4	127	+4,3	4	48,5	13,8	1,54
VII	4	179	+5,8	4	48,7	12,6	1,53
VIII	4	238	+5,7	3	49,-	14,8	1,53
IX	4	296	+0,-	5	43,2	15,4	1,54
X	4	300	+2,3	4	49,7	15,6	1,54
Mittel	3,6	-	+3,1%	7,5	47,6 %	12,9°	1,54

Durchschrift

III. Crackbenzin Betriebsrückstand 140° Tank 8

3) Prüfung der gesamten Inhibitorproduktion

Ein Gemisch aus den gesamten Tagesproben der ölhaltigen Phenthiazin-Rohschmelze wurde in verschiedenen Mengen dem Benzin III vor der Synthese zugesetzt. Bei den Mengenangaben ist das l nicht gerechnet.

Zugabe zum Benzin III	Synthese	Alterung 15 l O ₂ /h 8 Std. 160°				
		O ₂ Verbr.	+ V ₅₀	V ₁₀₀	+ H ₂ O	Om
ohne Inhibitor	I	15,8	198	48,4	0,72	8,7
ohne Inhibitor	IV	11,1	171	40,3	0,96	7,4
0,1 Phenthiazin roh	I	13,4	140	62,9	0,88	10,5
0,1 Phenthiazin roh	IV	8,6	80	30,0	0,74	5,8
0,15 Phenthiazin roh	IV	5,6	51	15,4	0,47	2,2
0,2 Phenthiazin roh	I	0,-	0,-	1,6	0,09	1,2
0,2 Phenthiazin roh	III	0,-	2,-	2,8	0,12	1,-
0,2 Phenthiazin roh	IV	0,-	0	3,4	0,10	0,7