

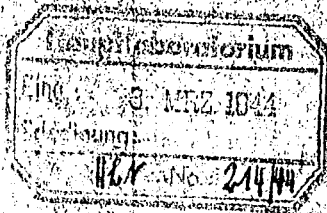
HAP 11
Karlsruhe

Archiv Nr 110/12 g

Seite 1

Dieser Bericht umfaßt
7 Blatt
mit 1 Zeichnungen
und 1 Abbildungen

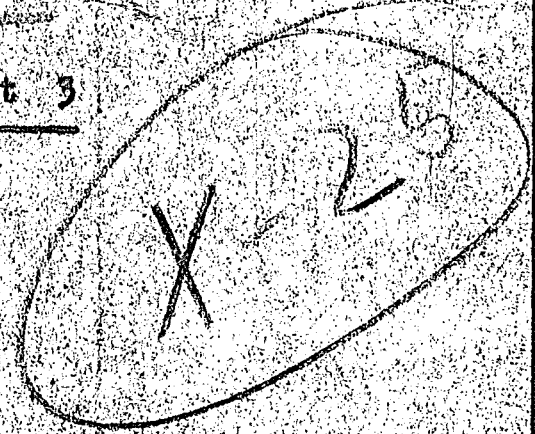
FD 393
17.2.1944



A. D. ...

4. Austerlegung
J. G. ...
M. ...

Labor - Sonderbericht 3



Optol - Brennstoffe

1. Teilbericht: Gemische mit "Brenzöl O"

Sachbearbeiter:
Ing. Rüsler

Laborleiter:
Dr. Techinkel

Abteilungsleiter:
Dipl. Chem. Heller

Vorgeschichte:

Der Übergang von Hokoensäure auf 10 %ige Mischsäure (M-Stoff 10) als Sauerstoffträger beim Gerät "Wasserfall" machte es nötig, neue Brennstoffgemische zu entwickeln, da die bisher gegen Hokoensäure benutzten Gemische von Visolen + Anilin gegen M-Stoff 10 nicht befriedigend zündeten. Im Juli v.J. wurde von seiten des G.B.Chem. auf das sogenannte Brenzöl hingewiesen, das sich voraussichtlich zur Erhöhung der Zündwilligkeit von Visolstoffen gut eignen würde und in ausreichender Menge zur Verfügung stünde. In einem Brief des Herrn Prof. Lutz an Herrn Dir. Dr. Reppe von der I.G. Farbenindustrie Ludwigshafen (Bh. Nr. E 1037/43 gK) wurden einige Vorversuche mit reinem Brenzkatechin, dem Hauptbestandteil des Brenzöles, im Gemisch mit Visol und Spiritus mitgeteilt und die Vereinbarung festgehalten, daß die Bearbeitung dieser Brennstoffe dem HAP II vorbehalten ist. Die Versuche beim HAP II, TD 3951 Chemielabor, laufen seit dem 1.8.1943.

Natur und Benennung der Brenzöle:

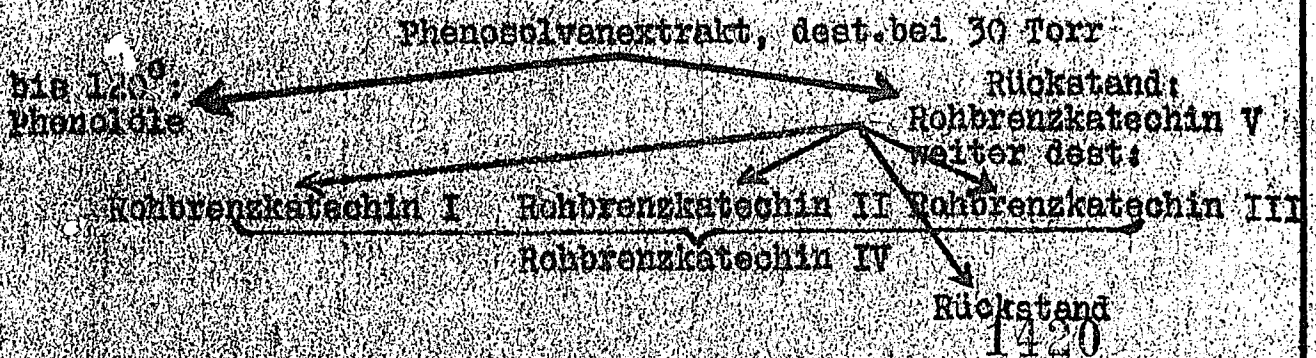
Die Brenzöle sind Destillate aus dem sogenannten Phenosolvanextrakt, der bei der Kohlenhydrierung gewonnen werden kann. Dieser Extrakt besteht durchwegs aus ein- und mehrwertigen Phenolen und deren Homologen, und ist bei Normaltemperatur eine breiförmige, dunkle Masse. Er wird bei einem Druck von etwa 30 Torr destilliert und dabei in folgende Fraktionen aufgeteilt (Angaben des Herstellers, Ammoniakwerke Meranburg):

- 1.) Destillate bis 120° Phenole (einwertige Phenole)
- 2.) Rückstand = Rohbrenzkatechin V

Rohbrenzkatechin V wird durch Destillation weiter aufgeteilt in:

Rohbrenzkatechin	I	= Brenzöl	60
"	II	= "	40
"	III	= "	0

Die Gesamtheit der Destillate Rohbrenzkatechin I + II + III heißt Rohbrenzkatechin IV.



Später wurde für die Brenzölfractionen die Bezeichnung *O p t o l e* eingeführt und bestimmte Optole festgelegt, die sich mit den Rohbrenzkatechin-Fractionen allerdings nicht decken.

Das zu den vorliegenden Versuchen verwendete Brenzöl O müßte nach Aussage der Ammoniakwerke Merseburg dasselbe sein wie das später gelieferte Rohbrenzkatechin III. Dies scheint jedoch nicht der Fall zu sein, da es sich sowohl durch den niedrigeren Erstarrungspunkt (es ist breiförmig) als auch durch die unvollständige Löslichkeit unterscheidet. Das spätere Rohbrenzkatechin III war starr und ohne Rückstand löslich. Man wird also beim Vergleich der vorliegenden Versuche mit den späteren vorsichtig sein müssen.

Aufgabe:

Untersuchung von Brenzöl O auf seine Verwendbarkeit gegen Mischsäure als Brennstoffkomponente in visolhaltigen Brennstoffen für das Gerät "Wasserfall". Diese Untersuchung beabsichtigt nur eine erste Unterrichtung über das Gebiet. Weitere Berichte folgen.

Ausgangsstoffe:

Brenzöl O :	Probe von 5 kg geliefert von Ammoniakwerke Merseburg über Vermittlungsstelle W der I.G., Berlin (Dr. Hager) im August 1943.		
HAP Labor Nr. 502)	Kp von 250 - 270° C H _o = 6560 H _u = 6200		
Visol 1 roh:	Faß Nr. 19 L 7816/1 d = 0,781 Kp = 94° C	H _o = 8930 H _u = 8310	I.G. Ludwigs- hafen
Visol 4 roh:	Faß Nr. 19 L 7803/4 d = 0,902 Kp = 143° C	H _o = 7790 H _u = 7170	
Visol 6 roh:	Kanne 10 kg Nr. 19 L 7719 d = 0,751 Kp = 36° C	H _o = 8216 H _u = 7610	
Visol 6 rein:	Kanne 10 kg Nr. 19 L 7718 d = 0,752 Kp = 36° C	H _o = 8197 H _u = 7602	
Anilin:	Faß Nr. 2784003 d = 1,017 Kp = 182° C	H _o = 8820 H _u = 8415	
Fantol 5 S: (HAP Labor Nr. 316)	Kanne I.G. Lu 97 B 5550 d = 1,14 Kp = 170° C	H _o = 6230 H _u = 5930	

Versuchsdurchführung:

Die Dichte und Viskosität der Gemische wurde in der üblichen Weise mit Aräometer und Ubellonde-Viskosimeter bestimmt. Die Zündverzögerungen konnten nur subjektiv mit dem Tropfenfallgerät ermittelt werden, da eine Meßapparatur damals noch nicht zur Verfügung stand.

Die Zündverzögerungen sind in Zehntel-Sekunden angegeben, Verzögerungen unter 1/10 sek sind als "ohne Verzug" angegeben.

Ergebnis:Allgemeines:

- 1.) Das Brenzöl O war unlöslich in Benzin, mit geringem Rückstand löslich in Benzol, Viscol, Äther, Alkohol, völlig löslich in Anilin, Aceton.
- 2.) Bei den Brennstoffgemischen aus Viscol 6, Anilin und Brenzöl O blieb ein unlöslicher Bodensatz zurück, der sich erst nach 14 Tagen löste. Daher wurde Brenzöl O bei 20 mm Hg bis zu etwa 80 % abdestilliert. Das gewonnene destillierte Produkt erhielt die Bezeichnung Brenzöl d. Gemische mit Brenzöl d blieben klar.
- 3.) Nach Zusatz von Fe-Katalysator (Fe-Soligen) fiel ein starker, auch nach langer Lagerzeit nicht löslicher Bodensatz aus. (Fe-Brenzocatech).
- 4.) Beim Mischen von Brenzöl mit Anilin und Viscol 6 traten Temperatursteigerungen bis zu etwa 35°C auf. Nach Zusatz von Fe-Katalysator trat eine wesentlich stärkere Reaktion ein. Die Mischung geriet ins Sieden.
- 5.) Bei allen Mischungen stiegen die Viskosität und die Dichte mit der Lagerzeit. (Kurvenblatt 1 und 2).
Nach Zusatz von Eisenkatalysatoren traten wesentliche höhere Viskositäten auf.
- 6.) Um den Viskositäts- und Dichteanstieg zu beschleunigen und so schneller ein Vergleich ziehen zu können, wurde Brennstoff 332 r 3 (20 GT Brenzöl O, 20 GT Anilin, 60 GT Viscol 6 roh) und Brennstoff 334 d 3 (dto mit Brenzöl D) in Aluminiumdruckflaschen bei 100°C erhitzt. Messungen erfolgten nach 10 und 20 stündigem Kochen. Die Ergebnisse sind in Tabelle 1 zusammenge-

fast. Das destillierte Brenzöl 0 verhielt sich günstiger.

Tabella 1

		382 c 3	384 d 3
Brennstoff		20 GT Brenzöl 0 20 GT Anilin 60 GT Visol 6 roh	20 GT Brenzöl d 20 GT Anilin 60 GT Visol 6 roh
Dichte + 20°C			
	vorher	0,891	0,878
	10 Stunden Kochen	0,952	0,953
	20 Stunden Kochen	0,974	0,948
Viskosit. - 40°C			
	vorher	10,5 c.St.	6,5 c.St.
	10 Stunden Kochen	217,9 c.St.	36,2 c.St.
	20 Stunden Kochen	nicht meßbar	113,4 c.St.

7.) Die Zündverzögerungen wurden bei allen Gemischen mit der Lagerzeit kürzer. Die Verzögerungen gegen Ignol waren kürzer als die gegen M-Stoff 10.

Zündverbesserung durch Zusatz von Pantol oder Visol 4

1.) der Zusatz von Pantol 5 8 brachte erst bei einem Gehalt von über 10 GT Pantol eine Verbesserung des Zündverhaltens.

Tabella 2

Bezeichnung	Zusammensetzung	nach Tagen	Zündverzug gegen M-Stoff 10		
380 a 1	20 GT BK d	0	5	10	4 5
	20 GT Anilin	8	2	3	2 4 3
	60 GT Visol 6 roh	15	0	0	0 0 0
380 a 3	17 GT BK d	0	3	1	2 3 2
	20 GT Anilin	8	3	1	0 3 2
	15 GT Pantol	15	0	0	0 0 0
	60 GT Visol 6 roh				
381 a 1	20 GT BK d	0	5	3	4 / /
	20 GT Anilin	8	5	3	2 2 3
	60 GT Visol 6 rein	15	1	1	2 1 1
381 a 3	17 GT BK d	0	0	1	1 0 1
	20 GT Anilin	8	1	1	0 1 0
	15 GT Pantol	15	0	1	0 1 0 1 4 2 3
	60 GT Visol 6 rein				

BK d = Brenzöl d

0 = Zündverzug unter 1/10 sek
 / = keine Zündung
 1 - 10 = Zündung in 1/10 sek

Der bei Brenzöl O-Gemischen sonst beobachtete Bodensatz trat nach Zugabe von Fantol 5 S nicht auf. Erst bei Prozentgehalten von über 30 % Brenzöl O wurde der Bodensatz auch dann nicht mehr gelöst.

- 2.) Visol 4 roh brachte eine Verbesserung der Zündwilligkeit gegen M-Stoff 10. Bei Zusätzen bis zu 15 % trat eine Verbesserung ähnlich wie durch Fantol 5 S auf.

Tabelle 3

Bezeichnung	Zusammensetzung	nach Tagen	Zündverzug gegen M-Stoff 10				
360 d 1	20 GT BK d	0	5	/	10	4	5
	20 GT Anilin	8	2	3	2	4	3
	60 GT Visol 6 roh	15	0	0	1	0	0
362 d 1	20 GT BK d	0	2	1	1	2	1
	20 GT Anilin	8	1	1	0	0	0
	20 GT Visol 4 roh	15	0	0	1	0	0
	40 GT Visol 6 roh						
360 r 1	20 GT BK r	0	/	/	/	/	/
	20 GT Anilin	8	1	1	0	1	1
	60 GT Visol 6 roh	15	0	1	0	1	0
362 r 1	20 GT BK r	0	0	1	2	1	2
	20 GT Anilin	8	1	1	0	1	1
	20 GT Visol 4 roh	15	0	0	0	0	1
	40 GT Visol 6 roh						

Austausch von Visol 6 roh:

- 1.) Visol 1 roh statt Visol 6 roh ergab wesentlich höhere Dichten und Viskositäten, während die Zündwilligkeit etwa gleich blieb. Bei geringem Gehalt von Brenzöl O oder Brenzöl D wurden die Zündverzögerungen wesentlich schlechter.
- 2.) Mischungen Brenzöl O oder Brenzöl D mit 94 %igen Spiritus zündeten nicht. Beim Zusatz von Anilin trat jedoch bei einem Gehalt von 30 % Anilin und 30 % Brenzöl Zündung ein. Bemerkenswert erscheint, daß bei Spiritusgemischen im Gegensatz zu den Gemischen mit Visol 6 roh die Zündungen mit M-stoff 10 wesentlich besser waren, als die mit Ignol.

Bezeichnung	Zusammensetzung	Zündverzögerung	
		gegen Ignol.	gegen N-Stoff 10
370 d 1	30 GT BK d 20 GT Anilin 50 GT Spiritus	1 2 3 3 2	0 0 1 0 1
370 d 2	20 GT BK d 20 GT Anilin 60 GT Spiritus	KZ KZ KZ 10 5	5 3 5 3 3
370 r 1	30 GT BK r 20 GT Anilin 50 GT Spiritus	5 5 3 5 3	0 0 1 0 0
370 r 2	20 GT BK r 20 GT Anilin 60 GT Spiritus	KZ KZ KZ KZ KZ 3	3 3 5 3 5

Die Untersuchung wurde fortgesetzt mit anderen BK-Sorten und den als Optole bezeichneten Fraktionen.

Sachbearbeiter

Killer

Laborleiter

Schinkel

Abteilungsleiter

Jüller

Anstieg der Viskosität mit der Lagerzeit

bei gemessen bei 40°

2.40°

287

75

10

5

4

3

2

1

0

Tage 10 20 30 40 50 60 70 80

52212

38312

36212

Anstieg der Dichte mit der Lagerzeit

426

38212

0,90

0,89

0,88

0,87

0,86

0,85

0,84

0,83

0,82

Tage 1 20 30 40 50 60 70 80

38312

38212

38112

426

Erdenstein 28712 52212 38312 36212 38212

Zusammensetzung 20 G. ANSIE 20 G. ANSIE 20 G. ANSIE 20 G. ANSIE 20 G. ANSIE

Reinigung 20 G. ANSIE 20 G. ANSIE 20 G. ANSIE 20 G. ANSIE 20 G. ANSIE