

TITLE PAGE

2. Erfahrungsaustausch bezüglich Untersuchungsmethoden
am 10.6.41. i.Lu.

Exchange of knowledge regarding methods of
investigation up till 10 June 1941 at
Ludwigshafen.

Frame Nos. 569 - 577

H. J. Peters

Mr. A

R. K.

Erfahrungsaustausch bezüglich Untersuchungsmethoden am 10.6.1941 i.Lu.

Anwesend die Herren: Dr. Schönfelder, Salzer von Scholven
Dr. Ibing " Welheim
Dr. Rudolph " Gelsenberg
Dr. Montfort " Pöhlitz
Dr. Richter, Dr. Kurz, Jordan " Oberschlesien
Dr. Bernzott " Leuna
Dr. Müller " Oppau
Dr. Becker, Dr. v. Föner, Dr. Fürst, Dr. Cieg, Dr. v. Hartmann, Dr. Hirschberger, Injus, Dr. Lemme, Dr. Peters, Dr. Scheiner, Dr. Schiffmann. I.O. Hochdruckversuchen Lu.

Es wurden die Untersuchungsmethoden der Sumpphaseprodukte bei der Fechverarbeitung besprochen und die Analysenvorschriften wie folgt festgelegt:

I. Steinkohlenrech.

- 1.) Feststoff (Tetralin-Kresol-Unlösliches), siehe Anlage 1.
- 2.) Feststoff (Benzol-Unlösliches)
- 3.) Erweichungspunkt nach Krämer-Harnow (Holds, 7. Auflage, S. 408).
- 4.) Asche im Ganzen (Einwage 2-10g)
besp. im Feststoff (Einwage 2 g). Maximaltemperatur: 750° C
- 5.) Asphalt im entfestetem Öl (Benzollösliches), sog. S-Asphalt
siehe Anlage 2
- 6.) Dichte vom Benzollöslichen durch Wägen von 100 cm bei 100°.
- 7.) C, H, O, N, S. Schwefelbestimmung nach Grote-Krekeler oder im Oppauer Apparat. Stickstoffbestimmung nach Kjeldahl (evtl. nach Klarwerden noch 3 Std. kochen).
- 8.) C, H vom Feststoff (Tetralin-Kresol-Unlösliches).
- 9.) Chlorbestimmung nach Grote-Krekeler oder im Oppauer Apparat.

II. Pech-Anreibeöl (Pech-Destillat)-Gemisch.

- 1.) Dichte wie I,6.
- 2.) Siedeanalyse. Anzugeben: Siedebeginn, Gew.% bis 325,350°C
Nach Engler, aber 250 ccm-Kolben.
- 3.) Stockpunkt nach DJN DVM 3662.
- 4.) Feststoff wie I,1 und I,2.
- 5.) Asche wie I,4.
- 6.) Asphalt vom entfesteten Öl wie I,5.
- 7.) C,H,O,N,S,Cl wie I,7 und I,9.

III. Einspritzprodukt der Sumpphase.

- 1.) Dichte wie I,6.
- 2.) Siedeanalyse wie II,2.
- 3.) Stockpunkt wie II,3.
- 4.) Viskosität bei 150°C. Apparat: Engler-Spezialviskosimeter für Asphalte usw. (mit 5 mm Auslauf Röhrchen), zu beziehen z.B. von Sommer und Runge, Berlin-Friedenau/Bonnigsenstr. 23/24.
- 5.) Feststoff wie I,1 und I,2.
- 6.) Asche wie I,4.
- 7.) Asphalt wie I,5.
- 8.) C,H,O,N,S,Cl wie I,7 und I,9.
- 9.) Vakuumsiedekurve vom Öl (Benzollösliehen) bei 16 mm Druck

Gew.%	-200°C
"	-225°C
"	-275°C
"	-300°C
"	-325°C

Einwage: 500 g in 1 Ltr.-Claisenkolben.

IV. Entschlammung.

- 1.) Dichte wie I,6.
- 2.) Siedeanalyse vom festhaltigen Öl wie II,2.
- 3.) Stockpunkt wie II,3.
- 4.) Feststoff wie I,1 und I,2.
- 5.) Asche wie I,4.
- 6.) S-Asphalt wie I,5.
- 7.) C,H vom Benzollösliehen.
- 8.) C,H vom Benzolunlöslichen.
- 9.) Vakuumsiedekurve wie III, 10.

V. Sumpphase-Abstreifer.

- 1.) Dichte bei 20°C spindeln.
- 2.) Siedeanalyse nach Engler (ohne Korrektur für Quecksilberfäden und Luftdruck). Verwendet wird das Abstreiferprodukt direkt. Angabe in Vol.%(5,10,25, usw.), gemessen bei Zimmertemperatur.
- 3.) Kolonnendestillation: Einsatz 2 kg in 3 Ltr.-Rundkolben. Kolonne siehe Anlage 3. Verwendet wird entgastes Produkt Die Beschreibung der Entgasungs-Methode (mit Zeichnung) wird Scholven liefern. Angabe in Gew.%. Die Destillationsgeschwindigkeit soll 3-4 Tropfen in der Sekunde betragen. Die Temperaturen der Fraktionen werden jeweils vereinbart.
- 4.) Phenole im Mittelöl oder Gesamtabstreifer. Gewichtsanalytisch (nach Hölde, 7. Auflage S.538) oder titrimetrisch nach Koppeschar als Tribromphenol. Bei Schiedsanalysen ist die gravimetrische Methode vorzuziehen.
- 5.) Basen (Pyridine usw.) Vorläufig gewichtsanalytisch. Scholven arbeitet darüber und wird später über seine Methode berichten.
- 6.) C,H,O,N,S,Cl wie I,7 und I,9.

VI. Sumpphasebensin.

- 1.) Dichte bei 20°C wie V,1.
- 2.) A.S.T.M.-Siedekurve.
- 3.) Anilinpunkt.
- 4.) Phenole wie V,4.
- 5.) Basen wie V,5.
- 6.) C,H,O,N,S wie I,7, jedoch N-Bestimmung nach ter Meulen: Oppauer Vorschrift der Kontaktherstellung siehe Anlage 4.

VII. Sumpphasemittelöl.

- 1.) Dichte bei 20°C wie V,1.
- 2.) Siedeanalyse nach Engler wie V,2.
- 3.) Anilinpunkt vom entphenolierten Mittelöl.
- 4.) Phenole wie V,4.
- 5.) Basen wie V,5.
- 6.) C,H,O,N,S,Cl wie I,7 und I,9.

VIII. Heizöl.

- 1.) Dichte bei 20°C wie V,1.
- 2.) Siedeanalyse nach Engler. Angabe in Gew.-%.
- 3.) Viskosität: °E bei 20 und 50°C nach AJN DVM.3655.
- 4.) Flammpunkt nach DJN. DVM.3661.
- 5.) Flammpunkt nach Pensky-Martens.
- 6.) Asphalt nach D.J.N. D.V.M. 3660.
- 7.) Freier Kohlenstoff (Xylolunlösliches) nach D.J.N. D.V.M. 3792.
- 8.) Conradsontest nach D.J.N. D.V.M. 3796.
- 9.) Kälteverhalten:
 1. Bei Ölen unter 200°E bei 0°C: ausscheidungsfrei bei 0°C.
 2. Bei Ölen über 200°E bei 0°C: etwaige Ausscheidungen müssen bei derjenigen Temperatur, bei der das Öl 200°E hat, innerhalb einer Stunde wieder in Lösung gehen. Für die vorgenannten Fälle gelten fein disperse Paraffinausscheidungen, die nicht zum Asetzen neigen, nicht als Ausscheidungen. Alle Öle dürfen nach einstündigem Abkühlen auf 0°C und anschließendem Erwärmen auf die der Zähigkeit von 35°E entsprechende Temperatur keinerlei Ausscheidungen, also auch kein feindisperses Paraffin enthalten.

Die Satsfreiheit soll bis auf weiteres nach DJN.DVM. 3793 bestimmt werden, unter Angabe der Art des Produkts (ob Paraffin usw.), das auf dem Filter zurückbleibt.
- 10.) Heizwert nach DJN.DVM.3716.
- 11.) C,H.
- 12.) S nach Grote-Kreker oder im Oppauer Apparat.
- 13.) Gesamtchlor nach Grote-Kreker oder im Oppauer Apparat.
- 14.) Wasserlösliches Chlor nach D.J.N. D.V.M. 3795.

Von Gasphaseprodukten wurden in gleicher Weise durchgesprochen:

IX. Einspritzprodukt der Gasphase:

- 1.) Dichte bei 20°C wie V,1.
- 2.) Siedeanalyse wie V,2.
- 3.) Anilinpunkt.
- 4.) Phenole wie V,4.
- 5.) Basen wie V,5.

- 6.) C.H.
- 7.) Schwefel wie I,7.
- 8.) Chlor wie I,9.

X. Gasphase-Abstreifer:

- 1.) Dichte bei 20°C wie V,1.
- 2.) Siedeanalyse wie V,2.
- 3.) Kolonnendestillation mit 60 cm-Kolonne Scholven. (Die Kolonne kann bezogen werden von der Firma Schoeps Duisburg.)

Verwendet wird entbutanisiertes Produkt.

- 4.) Phenole wie V,4.
- 5.) Basen wie V,5.
- 6.) C,H.
- 7.) Schwefel wie I,7.
- 8.) Chlor wie I,9.

XI. Gasphase-Mittelöl.

- 1.) Dichte bei 20°C wie V,1
- 2.) Siedeanalyse wie V,2.
- 3.) Anilinpunkt.
- 4.) Phenole wie V,4.
- 5.) Basen wie V,5.
- 6.) C,H.

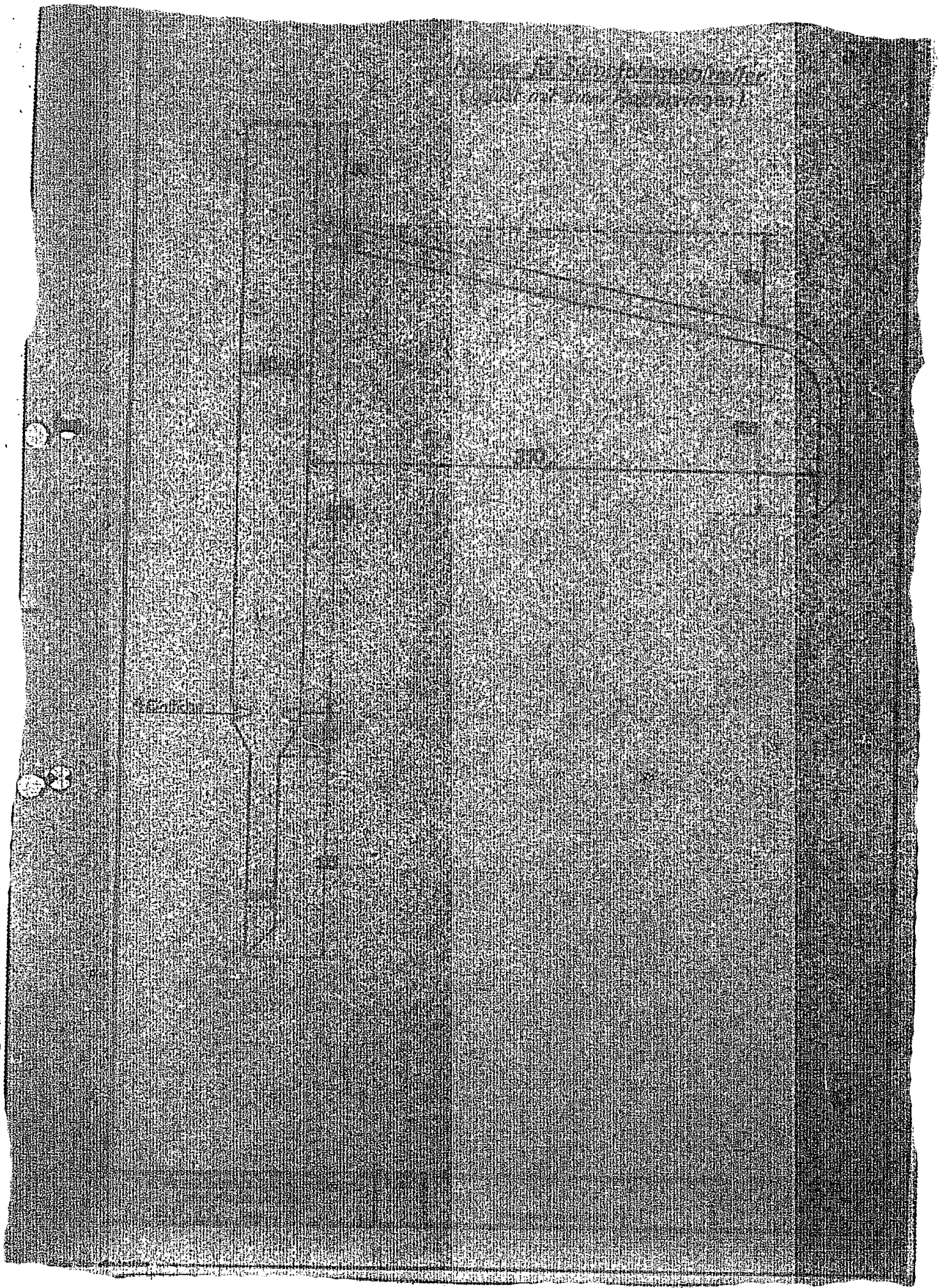
Anlage 1.Bestimmung des Feststoffs mit Tetralin-Kresol:

20 g Produkt werden in einem 250 ccm Rundkolben eingewogen und kalt mit 100 ccm eines Gemisches von 80 Teilen Tetralin und 20 Teilen Rohkresol (D.A.B. VI) versetzt. Am Rückflusskühler wird 10 Minuten zum Sieden erhitzt. Die heisse Lösung wird abgenutscht und mit Benzol so lange ausgewaschen, bis dieses klar abläuft. Das Filter mit dem Feststoff wird im Trockenschrank ca. 30 Minuten bei 105-110°C getrocknet und dann gewogen.

Anlage 2.Bestimmung des S-Asphalts.

2 g Produkt werden in einem 200 ccm Erlenmeyer-Kolben eingewogen und mit 5ccm Benzol versetzt. Dann wird auf dem Wasserbad vorsichtig erwärmt, bis sich das Produkt gerade gelöst hat. Unter vorsichtigem Schütteln fügt man nun langsam 100 ccm Kahlbaum-Benzin^{x)} hinzu, wodurch der Asphalt zur Ausflockung gebracht wird. Man stellt den Ansatz ca 12-16 Std. (zweckmässigerweise über Nacht) ins Dunkle, filtriert dann ab und wäscht den Asphalt mit Benzin aus. Asphalt und Filter werden in dem vorher verwendeten Erlenmeyer mit Benzol erschöpfend aufgeköcht. Die Asphaltlösung wird filtriert; aus dem Filtrat destilliert man das Benzol vorsichtig ab, sodass keine Zersetzung des Asphalts stattfindet. Nach ca. einstündigem Trocknen (bei 105°C im Trockenschrank) wird der Asphalt, der spröde sein muss, gewogen.

x) Da es z. Zt. sehr schwierig ist, Kahlbaum-Benzin zu beschaffen, wurde vorgeschlagen, als Ersatz Rhenania-Benzin (ca. 60-90° siedend) dessen Beschaffenheit aber stets kontrolliert werden muss, zu verwenden.



Vertraulich !Anlage 4.Nickel-Magnesia-Kontakt für die N-Bestimmung nachTer Meulen Ni: Mg = 2:1.

1.23 kg NiSO₄ · 7 H₂O werden in 1.3 Liter Wasser und 1.06 kg Mg Cl₂ · 6 H₂O in 0.45 l Wasser bei 40° gelöst. Zu der auf 60-80° erwärmten Mischung lässt man eine über Glaswolle filtrierte heisse Lösung von 1.5 kg Soda in 3.0 Liter Wasser unter gutem Rühren zulaufen. Man lässt den Niederschlag absetzen und dekantiert mehrmals; dann wird er auf einer Nutsche abgesaugt und bis zum Verschwinden der Cl- und So₄ - Reaktion gewaschen. Man streicht die Masse auf Filterpapier und lässt an der Luft, schliesslich im Vak. bei 100° trocknen. Nach dem Zerkleinern auf etwa 7-8 grosse Stückchen wird vom Pulver abgeseibt; die Stückchen werden dann im elektrischen Ofen bei ca 300° im Wasserstoffstrom reduziert, wobei eine Schrumpfung um etwa 50 % eintritt.

Nach ev. erneuten Absieben ist der Kontakt gebrauchsfähig.

Diese Vorschrift wird in Kürze von der I.G. in der Zeitschrift für angew. Chemie veröffentlicht werden. Wir bitten sie bis dahin vertraulich zu behandeln!