

Kerna Prof. Dr. Martini

00456C

...
...
...
...

Betr. Monatsbericht April 1944

I. Betriebsuntersuchungen

Die Betriebsuntersuchungen wurden in der üblichen Weise durchgeführt und brachten im allgemeinen die gewohnten Werte. Auch bei den Versandprodukten traten keine Schwierigkeiten auf.

II. Sonderuntersuchungen

1. Gas- und Gasoluntersuchungen

Die interferometrischen Arbeiten an Aktiv-Kohle wurden weitergeführt und die Kontrolle der neu gefüllten Adsorber begonnen. Da nunmehr sämtliche zu Verfügung stehenden Frischkohlen untersucht sind, sind jetzt weitere Untersuchungen beabsichtigt mit reinen Gasen zur Überprüfung der Interferometerwerte.

Die theoretischen Ausbeuten auf Grund der Dekaden ergaben für April folgenden Werte:

Drucksynthese: 145,0 g flüss. Produkte + 16,1 g Gasol/m³ Nutgas
Normalsynthese: 123,5 g flüss. Produkte + 22,0 g Gasol/m³ Nutgas

2. Reinigung von Gasen

Die Untersuchungen an der Alkalanlage wurden weitergeführt. Über die Ergebnisse wird besonders berichtet.

3. Benzin- und Dieselöluntersuchungen

Für die Druckversuchsanlage wurden von den drei Öfen 9, 10, und 11 insgesamt 6 Proben untersucht um die Ergebnisse weitergeleitet.

Auf Grund der bereits im vorigen Monat erwähnten Dekadenproben der flüssigen Produkte aus der Drucksynthese ergaben sich doch recht erhebliche Differenzen im Bieverhalten. Der Benzingealt bis 200° schwankt zwischen 35 - 40 %, die Dieselölmenge 200/320° zwischen 17 - 25 %, die Gesamtparaffin-Menge oberhalb 320° beträgt 35 - 45 % und die Hartparaffin-Menge 13 - 17 %, wobei der Anteil im Gesamtparaffin zwischen 33 - 39 % liegt.

Die Untersuchungen der Fettsäuren, über die im vorigen Monatsbericht bereits gesprochen wurde, ist eingeleitet. Nach der Fertigstellung wird geschlossen darüber berichtet.

4. Paraffin-Untersuchungen

In der Paraffin-Abteilung wurden außer den Betriebsuntersuchungen über Bieverhalten, und Erstarrungspunkt von RB-Hartwachs und Kontaktparaffin verschiedene Versuchsreihen weitergeführt.

a) Untersuchungen von Ceresinprodukten

Bei den Untersuchungen weiterer uns aus Belgien übersandter Ceresinprodukte ergab sich in einem Falle, daß es sich offenbar entweder um einen abgeriebten Anteil des RB-Hartwachs handelt oder um Original-RB-Hartwachs, welches nach einem Schmelzprozess neu in Schuppenform übergeführt worden ist. Weitere Untersuchungen sind in dieser Richtung mit neuen Proben zur Zeit im Gange.

b) Veränderung der Eigenschaften von Paraffin durch Destillation.

Vie bereits erwähnt, waren täglich die Proben von Ofenparaffin,

001561

Rückstand der Topfanlage und Rückstand der Vakuumdestillation der Paraffin-Anlage gesammelt worden zur Untersuchung und Aufteilung in Fraktionen; wobei zu prüfen war, ob die höchstliegenden Anteile ungerichtet über den mengenmäßigen Anfall der drei Fraktionen etwa in der Reihenfolge: Ofenparaffin, Topfrückstand Rückstand der Vakuumdestillation abnehmen. Leider ließen sich aus den bisherigen Untersuchungen einwandfreie Ergebnisse nicht ableiten, da die Zahlen zu sehr streuten. Eine endgültige Klärung ist aber noch nicht erfolgt. Außerdem soll sowohl die Aufteilung wiederholt werden, als auch monatliche neues Produkt gesammelt werden um durch eine Aufteilung einer 2. Serie größere Sicherheit in den Ergebnissen zu bekommen.

g) Vergleich von RB-Wartwachs mit Kontakt-Paraffin

Zur Ermöglichung eines wertmäßigen Vergleichs von Kontaktparaffin und RB-Wartwachs, wurden beide Produkte in Fraktionen aufgeteilt; dabei ergab sich zunächst, daß unser Kontakt-Paraffin die gleiche Menge an höchstschmelzenden Anteilen enthält, wie RB-Wartwachs; endgültig abgeschlossen sind die Untersuchungen noch nicht. Es ist vorgesehen, auch Kontaktparaffin der Niederdrucksynthese heranzusiehen, das wahrscheinlich nicht einen so hohen Prozentsatz von hochschmelzenden Anteilen enthält.

II. Untersuchungen

In der Abteilung wurden außer den Öluntersuchungen für die Ölversuchsanlage und den Prüfstand keine besonderen Arbeiten ausgeführt.

III. Verschiedene Untersuchungen

Verschiedene kleinere Untersuchungen waren erforderlich für den Betrieb und zwar vor allen verschiedenen Wasseruntersuchungen, u. a. Schlammbestimmungen im Umlaufwasser, Bestimmung des Abdampfückstandes im Kondensat, Untersuchungen der Abschlammwasser der Generatorenanlagen und des Ofenhauses, Untersuchungen des Stambes im Wassergas, Abscheidungen aus dem Reaktorwasser. Über die Ergebnisse wird jeweils nach dem Abschluß besonders berichtet.

III. Versuchsarbeiten

1. Herstellung von Schmieröl aus Weichparaffin über Entchloration und Chlorierung

Wie im vorigen Monatsbericht bereits erwähnt wurde, ist eine größere Probe chloriertes Paraffin stufenweise entchlort worden, um den Einfluß des Chlorgehaltes und die Eigenschaft des Polymerisates zu überprüfen. Bei der stufenweisen Entchloration wurde so vorgegangen, daß dasselbe Material unter den gleichen Bedingungen mehrfach über Stuttgartart Masse geleitet wurde; die Jodsahlen blieben unabhängig vom Restchlorgehalt praktisch konstant. Der Chlorgehalt fiel von 1,56 % nach dem ersten Durchsatz bis auf 0,4 nach dem vierten Durchsatz und blieb dann konstant. Bei der Siedeanalyse des entchlorten Produktes fiel auf, daß der Anteil der unter 100° siedenden Produkte von unter 1 % bis auf 6 % anstieg. Der Rückstand oberhalb 120° blieb praktisch konstant bei etwa 3-4 %. Die Polymerisationen sind noch nicht restlos beendet. Es scheint aber doch so zu sein, daß noch andere Einflüsse außer dem Chlorgehalt für das Aussehen des Polymerisats verantwortlich sind. Die Untersuchungen werden nach dieser Richtung fortgesetzt.

In Zusammenhang mit diesen Fragen interessierte auch, welche Zusammensetzung die Produkte haben die niedrige Jodzahl besitzen. Dazu wurde dasselbe chlorierte Paraffin über auf 300° erhitzte Kieselsäure geleitet. Dabei wurde bei einer Flüssigkeitsausbeute von 82 % 0,7 % Gas erhalten. Das entchlorierte Produkt hat eine Jodzahl von 25, einen Chlorgehalt von 1,3 % der Geruch war petroleuartig. Die Analyse des Gases ergab, daß es zu etwa 90 % aus Kohlenwasserstoffen besteht, die zu 30 % ungesättigt sind. Der Rest ist CO₂, CO und wenig Wasserstoff. Es handelt sich um typische Spaltgase, die vorwiegend aus C₁ und C₂ bestehen. In Übereinstimmung damit enthält auch das entchlorierte Produkt 20 % unter 300° siedende Anteile, d.h. es ist sehr stark gespalten worden. Auch die Polymerisation ist mit 11,5 % oberhalb 400° recht hoch.

3. Sulfonierung olefinischer Produkte

In einigen Manöverversuchen wurde geprüft, wie die Sulfonierung in üblicher Weise hergestellten Entchlorungsproduktes aus Paraffin mit hoher Jodzahl verläuft. In sehr glatter Reaktion wurden dabei mit konzentrierter Schwefelsäure bei 0 bis 100° Sulfosäuren erhalten, deren Natriumsalze sowohl wasserlöslich wie öllöslich waren. Ihre Emulgatorwirkung war leider noch nicht so, daß sich beständige Öl-emulsionen herstellen lassen. Da die gute Löslichkeit der Sulfonate aber darauf hindeutet, daß die Voraussetzungen für einen Emulgator gegeben sind, sollen noch einige weitere Versuche nach dieser Richtung gemacht werden, da es für uns doch von recht großem Interesse sein könnte, wenn es gelänge einen guten Bohrölenulgator herzustellen.

4. Bestimmung des Molekulargewichte von Paraffin

Die bereits mehrfach erwähnten Untersuchungen über die Bestimmung des Molekulargewichte von Paraffin wurden nunmehr intensiv aufgenommen. Es scheint nach der Siedepunktmethode möglich zu sein, übereinstimmende Werte zu erhalten, sodaß zu erwarten steht, daß in absehbarer Zeit die für unsere weiteren Paraffinarbeiten unumgänglich notwendiger Molekulargewichte exakt bestimmt werden können.

4. Paraffinproduktion

a) P.O.-Versuchsanlage

Die Produktion der P.O.-Versuchsanlage betrug im April 1944 3392 kg (73 %) aus 3475 kg Hartparaffin, entsprechend einer Durchschnittsausbeute von ca. 93 %. Die Produktion wurde in insgesamt 24 Betriebsstagen erzielt. In größeren Störungen traten nur einige Reparaturen an Getriebe und Stopfbüchse auf. Es zeigt sich immer wieder, daß die durch die Kriegsverhältnisse verursachte Konstruktion mit horizontal liegenden Motor, und Übertragung auf die vertikale Welle, sehr ungünstig ist. Für die Großanlage müssen deshalb unter allen Umständen vertikal gelagerte Motoren vorgesehen werden, die nur mit einer Kuppelung an die eigentliche Kührwelle angeschlossen werden müssen.

Die Ledgareinigung war wegen Schwierigkeiten am Luffterhitzer nicht während des ganzen Monats in Betrieb. Auch hier sind die Schwierigkeiten kriegsbedingt, da die von der Firma Hermann gelieferte Konstruktion des elektrischen beheizten Luffterhitzers etwas unglücklich ist. Das Silikagel mußte außerdem erneut nach etwa 1200 Betriebsstunden abgeseiht werden, da zu viel feinkörniges Material aufgetreten ist. Es trat hierbei ein Verlust von etwa 6 % ein. Nach der Abseibung konnte es wieder normal in Betrieb genommen werden. Es zeigte sich, daß sich diese Verstopfung des Silikagels nicht ganz verhindern läßt, sodaß man, wie bereits schon früher erwähnt, bei der Konstruktion der Ledgareinigung berücksichtigen muß, daß man zu einer evtl. Absetzung des Silikagels schnell entleeren kann.

2) Laborversuche

Die Versuche in 6 kg Kasetab konnten vorläufig noch nicht weitergeführt werden, da andere dringliche Arbeiten vorliegen. Es ist aber vorgesehen, sie zu gegebener Zeit nochmals aufzunehmen, um zu überprüfen, weshalb die Oxydationsausbeute gegenüber dem Großreaktor so schlecht war.

Zur Herstellung von OP 32 wurden insgesamt 13 Emulgatoren hergestellt, die, wie bereits kurz erwähnt, aus den Oxydationsprodukten bei verschiedenen Temperaturstufen ausgewählt worden waren. Die Herstellung der Emulgatoren erfolgte ganz glatt im Werner-Pfleiderer-Inster und machte keine Schwierigkeiten. Zur Extraktion wurden die Emulgatoren verkleinert und dann in üblicher Weise mit Heptan extrahiert. Es wurde wieder gefunden, daß die Trocknung vor der Extraktion besonders wichtig ist, da sonst die Seifen derart quollen, daß das Öl erschießbar nicht mehr restlos herausextrahiert werden kann. Da bei den ersten Extraktionen diese Möglichkeit nicht genau Berücksichtigung fand, wurden zunächst Produkte erhalten, deren II und VI in der Größenordnung von 125 - 133 lag. Erst nach restloser Trocknung und Berücksichtigung der Korngröße, wobei das feinkörnige Material nicht mit eingesetzt wurde, konnten Nachschußprodukte, etwa bei 145 bis 150. Weitere Untersuchungen sind im Gange.

Die Arbeiten über die Untersuchung der bei den verschiedenen Oxydationstemperaturen anfallenden reinen Säuren wurden weitergeführt. Sie sind immer noch nicht abgeschlossen, sodaß noch kein endgültiges Ergebnis vorliegt. Es wurden aber die früheren Zahlen bestätigt, voneinander abfallender Oxydationstemperatur die II der Nachschußuren abfällt. Auch die durchschnittlichen Molekulargewichte der gebildeten niedrig molekularen Säuren im Seifenfettäurenbereich scheinen mit abfallender Reaktionstemperatur anzusteigen.

Bei einem Vergleich der Nachschußuren, die einerseits aus Hooschparaffin, andererseits aus ROK-Paraffin unter den gleichen Temperaturbedingungen hergestellt waren, ergab sich, daß aus dem Hooschprodukt mehr höher molekulare Säuren resultierten. In Übereinstimmung damit wurde auch gefunden, daß in dem Hooschparaffin mehr höchstschmelzende Anteile enthalten waren, als in dem Ruhrhoesparaffinprodukt.

Bekannt früher war in der F.O.-Anlage beobachtet worden, daß die II der Probeprüfung, d.h. der Proben, die im Betrieb selbst ausgewaschen werden, höher lag als die II einer aus dem Reaktor nach Beendigung der Reaktion entnommenen Kleinprobe die im Labor ausgewaschen wurde. Bei einer systematischen Untersuchung zeigte sich nun, daß diese Unterschiede offenbar dadurch herrühren, daß niedrig molekulare Säuren bei einer intensiven Waschung herausgewaschen wurden. Da diese niedrig molekularen Säuren hohe Neutralisationszahlen besitzen, können schon wenige Procente die Gesamtneutralisationszahl wesentlich beeinflussen. Bei einer sorgfältigen Überprüfung wurde auch gefunden, daß man durch intensive Waschung eines an sich fettigen Produktes die Säurezahl herabdrücken kann, da die an sich sauren Fettsäuren bei Anwendung sehr großer Wassermengen doch in Lösung gehen, evtl. sogar durch eine gewisse Emulgierwirkung. Auf Grund dieser Beobachtung sind nunmehr Untersuchungen darüber im Gange, wie groß die Anteile an Fettsäuren sind, die bei der normalen Betriebswaschung im Nachwasser verloren gehen.

In Zusammenhang mit den Untersuchungen über OP 32 wurde auch OP 4

*Fraktion von Mischungsbestandteil
Erdöl*

004534

aufgeteilt, um die entsprechende paraffinfreie Säure zu untersuchen.
Nach den bisherigen Untersuchungen besitzt es eine mittlere NZ von
ca. 200. Die Untersuchungen sind aber noch nicht soweit vorge-
schritten, daß etwas Endgültigen darüber gesagt werden kann.

Hr. F. Dir. Dr. Hagenmann

