

004565

Heft Prof. Dr. Martini

März Monatsbericht März 1944

| |
|-------------------|
| Sachverhalt Hg. |
| Empfangs. 22.4.44 |
| Alt. Nr. 592 |
| Seiten 1 |

I. Betriebsuntersuchungen

Die Betriebsuntersuchungen wurden in der üblichen Weise durchgeführt. Besondere Schwierigkeiten traten nicht auf. Die Versandprodukte hatten, abgesehen von einigen Ausreißern bei Dieselmotortreibstoff, bei denen der Ausflockungspunkt bei einigen Proben nicht besonders gut war die normalen Werte. Bei Grundbenzin wurde im Laufe des Monats März von Winterqualität auf Sommerqualität umgestellt, wozu der Dampfdruck von 0,7 auf 0,6 erniedrigt wurde.

II. Sonderuntersuchungen

1. Gas- und Gasoluntersuchungen

Die interferometrischen Arbeiten an Aktivkohle wurden laufend fortgesetzt und weitere Kohlen auf ihre Beladefähigkeit untersucht. Es wurde auch versucht die interferometrische Methode zur Charakterisierung anderer Adsorptionsmaterialien zu benutzen.

Die theoretischen Ausbeuten auf Grund der Dekadenproben ergaben für März folgende Werte:

Drucksynthese: 144,2 g flüss. Produkte + 17,1 g Gasol/m³ Nutogas
Normalsynthese: 132,7 g " " + 21,3 g " " "

Bei der Normalsynthese sind die theoretischen Werte nur für 2 Dekaden ausgerechnet worden, weil die NS während der dritten Dekade nur 2 Tage in Betrieb war.

2. Reinigung von Gasen

Die Schwefelbestimmungen im feingereinigten Wassergas wurden vorläufig abgetrocknet nachdem sich herausgestellt hatte, daß die bisherigen Ergebnisse bestätigt wurden. Es ist jetzt vorgesehen, die ursprünglich beabsichtigten Versuche über die Aufnahme typischer Sulfidverbindungen z.B. Thiophen in Feinreinigungsmasse zu beginnen.

Die ersten Untersuchungen der angereicherten Alkalilauge vor der Pumpe scheinen zu ergeben, daß an dieser Stelle kein Sauerstoff in der Kohlensäure enthalten ist, sodaß die Ursache für den Sauerstoffgehalt der Kohlensäure an der Laugenpumpe zu suchen wäre.

3. Benzin- und Dieselmotortreibstoffuntersuchungen

Für die Druckversuchsanlage wurden von 3 Öfen insgesamt 8 Proben auf ihr Siederverhalten untersucht. Die Ergebnisse wurden planmäßig weitergeleitet. Aus den flüssigen Produkten der Drucksynthese wurden Dekadenproben gemacht und ebenfalls in der gleichen Weise wie die Produkte in der DVA an der Widmerkolonne und durch Vakuumdestillation in Benzin, Dieselmotortreibstoff und Paraffin zerlegt.

In Rahmen der Überwachung der Laugenwäsche verschiedener Produkte wurden auch reine Fettsäuren hergestellt. Da beabsichtigt ist diese Fettsäuren industriell zu verwerten, soll zunächst noch einmal die Zusammensetzung geprüft werden unter Berücksichtigung der Siedeltemperatur.

004566

des gelangten Primärproduktes.

Im Zusammenhang mit den Untersuchungen über die Peroxydbildung und den dadurch bestimmten Abfall der Oktanzahl, wurden aus Spaltbensinen scharf geschnittene Fraktionen hergestellt die infolge ihres hocholefinischen Charakters als Vergleichsmaterial zu unseren Primärprodukten herangezogen werden sollen.

4. Paraffinabteilungen

In der Paraffinabteilung wurden außer den üblichen Untersuchungen für den Betrieb verschiedene Versuchsreihen weitergeführt.

a) Veränderung der Eigenschaften von Paraffin durch Destillation

Bei der Aufteilung eines Hartparaffins im Original wurden 48 % Weichwachsanteil mit einem S.P. unter 65°, 33 % Mittelfraktion mit einem S.P. von 80° und 19 % Superanteile mit einem S.P. von 102° gefunden. Nach mehrfacher Destillation bis 500° war der Weichwachsanteil auf 49 % gestiegen und die Mittelfraktion auf 34 %, während die Superanteile auf 16 % abgefallen waren. Eine Destillation bis 580° ergab eine weitere Erhöhung der Weichwachsanteile auf 52 %, die Mittelfraktion blieb konstant bei 34 %, während die Superanteile bis auf 14 % stiegen. Die Untersuchung der Betriebsparaffine wird nunmehr, nachdem über 4 Wochen hinweg Proben gesammelt worden sind, durchgeführt.

b) Untersuchungen von Ceresinprodukten

Vir erhalten laufend, vor allen von unseren Geschäftsfreunden aus Belgien, Ceresinprodukte, die in Belgien importiert worden sind. Es interessiert hier, ob in diesen Ceresinprodukten Syntheseparaffine, also Kontaktparaffin oder RB-Hartwachs enthalten ist und wann ja in welchen Mengen. Diese Untersuchungen lassen sich durchführen, da nur in unseren Paraffinen Anteile mit Schmelzpunkten über 100° vorkommen. Stellt man also in einem Ceresin Anteile mit Schmelzpunkten über 100° fest, so kann man mit Hilfe der bekannten Zusammensetzung der synthetischen Paraffine auf den Gehalt an Hartparaffin schließen. Hierbei sind 3 Produkte zu diesen Untersuchungen herangezogen worden, von denen die Probe YK 8 einen S.P. von 77,5° und einen Schmelzpunkt von 92° hatte. In diesem Falle wurden 3,7 Gew. % mit einem S.P. von 105° gefunden, was bei einem Gehalt von Superanteilen von 18 % etwa einem Zusatz von 15 - 20 % von RB-Hartwachs entspricht. In einem anderen Fall wurden 14 % Anteile mit einem S.P. von 104° gefunden, was darauf schließen läßt, daß das Produkt vermutlich vollständig in diesem Fall aus Kontaktparaffin besteht. Daß es sich hierbei um Kontaktparaffin handelt, läßt sich aus der verhältnismäßig hohen Petrozählzahl und den niedrigen Schmelzbeginn schließen. Diese Untersuchungen sollen gelegentlich weitergeführt werden, um evtl. daraus eine allgemein gültige Methode zur Bestimmung synthetischer Hartparaffine aufzubauen.

3. Öluntersuchungen

Im Laufe des Monats wurde die Ölabteilung des früheren Hauptlabors übernommen, damit auch sämtliche dort durchgeführten Arbeiten für den Prüfstand und die Ölversuchsanlage. Die eigenen Untersuchungen über Hartasphaltbestimmungen wurden ebenfalls weitergeführt.

2. Verschiedene Untersuchungen

Sonstige Untersuchungen betreffen Dampf-kondensate des 9 und 18-atü Dampfes, die die bekannten Korrosionen an den Gaserhitzern verursacht haben, Schlammbestimmungen in Caldaufwasser und Untersuchungen der

Dampfkondensate bestätigte sich, daß diese vorwiegend saure Reaktionen zeigen, die wahrscheinlich durch den Kohlenstoffgehalt verursacht wird. Vergleichende Untersuchungen mit dem Wasserlaboratorium sind im Gange, ebenso Korrosionsprüfungen im Betrieb.

III. Versuchsarbeiten

1. Herstellung von Schmieröl aus Weichparaffin über Entchlörung und Chlorierung

Die Raffination der bei der Polymerisation im allgemeinen dunkel angefallenen Öle wurde auf verschiedenen Wegen versucht. Schon die ersten Untersuchungen zeigten, daß eine nachträgliche Raffination der fertigen Öle praktisch unmöglich ist. Man muß dafür sorgen, daß bei der Polymerisation überhaupt keine dunklen Öle entstehen. Die einfachste Form der Bleichung des olefinischen Ausgangsmaterials ist die Destillation. Überraschenderweise zeigte sich aber, daß auch die Polymerisation destillierter Materialien trotz ganz heller Farbe zu dunklen Ölen führt, d.h. eine Destillation ohne zusätzliche Maßnahmen ist auch erfolglos. Eine genaue Überprüfung der Ergebnisse zeigte nun, daß anscheinend ein Zusammenhang mit dem Chlorgehalt des entchlörten Materials besteht. Es soll daher systematisch geprüft werden, ob und wie sich die Eigenschaften der Öle ändern, wenn der Chlorgehalt eines sonst einseitlichen Materials stufenweise verringert wird.

2. Paraffinoxidation

a) P.Q.-Versuchsanlage

Die Produktion der P.Q.-Versuchsanlage betrug im März 1944 3344 kg OP 3 aus 3600 kg Hartparaffin, entsprechend einer Durchschnittsergebnisse von 93 %. Außerdem wurden 145 kg OP 3 aus Kleinversuchen nachcycliert. Die Produktion wurde insgesamt in 27 Betriebstagen erzielt. 3 Tage war Stillstand infolge Ausfalls im Säurebetrieb (Gesamtstillstand infolge Fliegerschäden) und ein Tag fiel aus für Betriebsreparaturen. Hierbei handelt es sich im wesentlichen um kleinere Reparaturarbeiten: Ausblasen der Nitrosleitung mit Dampf, Löten bzw. Schweißen der Nitrosleitung und Dampfleitung; das Auswechseln von Kegel und Schwinge am Getriebe des Rührers im Reaktor, ferner Montage eines neuen Schmelzstopfen für den Reaktor. Die Endgereinigung ist normal in Betrieb gewesen. Charge 1, die inzwischen wieder eingefüllt worden ist, hat nunmehr 1175 Betriebsstunden hinter sich.

Besonders Störungen sind nicht aufgetreten.

b) Laborversuche

Bei Weiterführung der Versuche im 6 kg Maßstab wurde gefunden, daß der Oxidationsgrad von der Behälterform unabhängig ist. Allerdings zeigt sich wieder, daß er bei weitem nicht so gut ist, wie in dem großen Reaktionsgefäß, da man bei 12 Stunden Reaktionszeit nur auf eine Umwandlung von etwa 45 kommt gegenüber 70-75 im großen Reaktor. Zur Zeit wird noch geprüft wodurch dieser etwas große Unterschied hervorgerufen sein kann.

Für Herstellung von OP 32 wurden neue Emulgatoren hergestellt, wobei diesmal auf die verschiedenen Betriebsbedingungen hinsichtlich Temperatur und Einsatzmaterial geachtet wurde, um gleich bei den Untersuchungen des OP 32 diese Verhältnisse berücksichtigen zu können.

Die näherige Untersuchung der Säuren, die unter verschiedenen

Temperaturbedingungen durchgeführt wurden, brachten schon recht interessante Ergebnisse. Ein abschließendes Bild läßt sich allerdings noch nicht gewinnen. Es scheint jedenfalls so zu sein, daß mit niedrigen Reaktionstemperaturen auch ein geringerer Abbau der Säuren eintritt. Dies ist z.B. kenntlich daran, daß die Säuresahl der niedrigschmelzenden Säuren abnimmt bei abnehmender Temperatur. Inwieweit steigt auch die Gesamtmenge der gebildeten Säuren mit folgender Temperatur an. Das Verhältnis von Seifenfettsäuren zu Nachschmelzungen ist wegen der Veränderung der mittleren Säuresahl der Seifenfettsäuren nicht einwandfrei anzugeben. Jedenfalls scheint es aber so zu sein, als ob die Menge an Montansäure, d.h. der Säure mit einem K.Z. von 60/70 nicht sehr stark variierte, während große Unterschiede bei den höchstschmelzenden und bei den niedrig schmelzenden auftraten. Die Verhältnisse sind recht kompliziert und noch nicht genügend erforscht, um einwandfreie Schlüsse zuzulassen. Insbesondere waren bei den bisherigen Untersuchungen die reinen Säuren noch nicht genügend paraffinrei, sodaß sowohl die Untersuchungen des Chlorsäureäthers als auch die der Säuren nicht genügend vergleichbar sind.

Von der niedrigschmelzenden Fraktion aus OP 3 mit einer NZ von etwa 200 wurden Methyläster hergestellt und diese dann destilliert. Dabei ergab sich, daß in den Säuren auch noch gewisse Anteile sogar von C_{10} und C_{11} enthalten sind. Dies ist an sich nicht weiter verwunderlich, da wir ja aus den Untersuchungen des Kondensats und des Sublimats wissen, daß derartige Säuren gebildet werden, sodaß es lediglich eine Frage der Reaktionstemperatur und der Gesamtmenge ist, welche Anteile dieser niedrigschmelzenden Säuren noch im Hauptprodukt vorhanden sind.

Zufällig schien uns bei den Untersuchungen der Säuren zu sein, daß die Erstarrungspunkte einzelner Fraktionen nicht mit der Neutralisationszahl übereinstimmen, d.h. daß die Schmelzpunkte niedriger liegen als für gesättigte Säuren zu erwarten ist. In dieser Zusammenhang ist es sehr interessant, daß wir aus einer Untersuchung der synthetischen Fettsäuren der Fettsäurewerke Witten festgestellt haben, daß auch deren Säuren wesentlich niedrigere Erstarrungspunkte haben als sie haben dürften und ungefähr mit unseren entsprechenden Fraktionen zusammenfallen, wobei allerdings unsere Säuren eher höhere Erstarrungspunkte aufweisen. Z.B. hat die Nachlaufettsäure eine NZ/66 und K.Z. von 60/80 und einen S.P. von 40,5°, während die aus OP 32 durch selektive Aufstellung hergestellten Säuren mit einer NZ von 185 bis 186, K.Z. in der Größenordnung von 30-35° haben.

Die Untersuchung des Sublimats und des aus der Endgereinigung anfallenden Kondensats ergab für das Sublimat eine mittlere C-Zahl von 10 und für das Kondensat eine mittlere C-Zahl von 7. Es sind jetzt größere Mengen paraffinfreier Säuren dieser Art hergestellt worden, die weiterhin aufdestilliert werden sollen, um den genauen Siedebereich zu bestimmen.

Die von verschiedenen Seiten aus besonderen Gründen gesuchten Ester mehrwertiger Alkohole sind hergestellt worden und zwar Ester mit Glycerin und mit Penterythrit. Ein aus OP 32 hergestellter Ester aus Penterythrit hat einen K.Z. von 85° bei einer NZ von 8 und K.Z. 150. Diese Untersuchungen zeigen, daß es grundsätzlich möglich ist, beliebige Ester aus unseren Nachschmelzungen herzustellen.

Hr. W. Dir. Dr. Hagemann