

AL T/Vk

011088

Handwritten notes in the top right corner.

Herrn Prof. Dr. Martin

1943, Monatsbericht September 1943

A. Betriebsuntersuchungen

Die Betriebsuntersuchungen wurden in der... Deswegen Schwierigkeiten traten nicht auf. Die Versuchsreihen hatten nicht die verlangten Werte... ab 1. September 1943 umfasst der Monatsbericht auch ähnliche Arbeiten die bisher in Betriebslabor I durchgeführt worden sind.

B. Spezialuntersuchungen

1. Gas- und Gasoluntersuchungen

Die Analysen mit dem Interferometer ergaben... als Vergleichsgas... Siedeanalysen geringere Differenzen. Es wird voraussichtlich in Kürze möglich sein, die Fehler und... als die Siedeanalysen durchführenden Interferometeranalysen für die normalen Betriebsuntersuchungen einzusetzen.

Nach Fertigstellung der Koch-Hilberath-Kolonne wurden... untersucht. Diese Kolonne soll bekanntlich die Aufreinigung der... Wasserstoffe in die einzelnen Verbindungen... Untersuchung die Primärgas... Isobutan gefunden werden, das... mit Herrn Dr. Koch aus Mülheim über die Erfahrungen mit der Kolonne... erschien...

Die Überprüfung einer von Kure und Verner empfohlenen Analyse... Methode zur Bestimmung von Gasbestandteilen, ergab keine reproduzierbaren Werte. Die Versuche wurden eingestellt.

Auf Grund der Datenanalysen wurden wie üblich die theoretischen Ausbeuten errechnet. Die Ergebnisse für September... Drucksynthese: 146,2 g flüssiges Produkt, 19,2 g Gas... Gasol... 28,9 Gramm... Entsprechend der Gasverteilung zwischen Drucksynthese und Normal... synthese entspricht das ca. 156 g flüssiges Produkt... In diese Zahl such in September noch immer höher liegt als die... spezifische Ausbeute, sollen weitere Untersuchungen angestellt werden zur Aufklärung der Differenz.

2. Katalytische Versuche

Die Katalytischen Versuche... sind... über die... in Betrieb... die Versuche sollen zu... werden, das bei... von... durch...

2. Benzol- und Dieselöluntersuchungen

Die Überwachung der Proben aus der LVA wurde fortgesetzt. Die Untersuchung der Benzine aus dem Fabrikversuch wurde beendet. Ein Bericht ist in Vorbereitung.

Der von den Syntheseverken des Westens vereinbarte Ringversuch über die Peroxybildung von Benzinen wurde vereinbarungsgemäß durchgeführt. Über die Ergebnisse wird berichtet, wenn auch die Zahlen der anderen Verke bei uns vorliegen.

4. Paraffinuntersuchungen

In der Verflüchtungsabteilung wurden laufend Vakuumdestillationen/Kur Kontrolle der Betriebsparaffine und verschiedener Versuchsparaffine durchgeführt. Ein Bericht über die laufende Veränderung der Hartparaffinzusammensetzung im Laufe der letzten Jahre ist im Vorbereitungsstadium.

3. Katalysatoruntersuchungen

Die Untersuchungen für den Versuchswagen des Prüfstandes wurden in der üblichen Weise durchgeführt. In Zusammenhang mit anderen Arbeiten des Institutes über die Durchdringungsfähigkeit von Olen wurde das Katalysatorverhalten einer ganzen Reihe von Olen in ähnlicher Weise bestimmt. Die Untersuchungen sind noch nicht abgeschlossen, sodass nähere Mitteilungen darüber noch nicht gegeben werden können.

III. Versuchsarbeiten

Herstellung von Schmieröl aus Wachparaffin über Chlorierung und Polymerisation

Der Versuch für die Entwicklungskatalysator ist in Betrieb genommen worden, wobei eine ganze Reihe von Untersuchungen durchgeführt wurden. Bei einer Erhaltungstemperatur von 1200°C ergab sich für alle Versuchsbedingungen eine Verbesserung gegenüber dem Vergleichsprodukt. Die Jodsahl des chlorierten Produktes beim Überleiten über ein gefülltes Aluminiumoxyd von 50 auf 60, wenn die Öltemperatur von 900 auf 1000°C, von 73 auf 97 bei einem Siliciumdioxid, wenn die Öltemperatur von 1000 auf 1200°C erhöht wurde oder von 100 auf 122 bei einem Siliciumdioxid-Kontakt im Verhältnis von 99:1, wenn die Öltemperatur von 1000 auf 1200°C erhöht wurde. Dagegen ergab ein verhältnismäßig wirksames Aluminiumoxyd durch Ausfällung aus Kalium-Aluminium-Lösung bei 0°C hergestellt werden kann, und geben bei 900°C Öltemperatur eine Jodsahl von 109 ergeben hatte, eine Jodsahl von 95 bei einer Öltemperatur von 1200°C. Weitere Untersuchungen sind noch in Gange, die sich einerseits auf die weitere Temperaturerhöhung erstrecken sollen und zweitens auf eine Anwendung der beim Chlorieren erhaltenen Chlorparaffin über die Wirkungskraft der Polymerisation, die bei verschiedenen Wachparaffinen ebenfalls weitergeführt und geprüft, wie sich verschiedene Chlorparaffine bei der Polymerisation auswirken. Es wurden 4 Versuchsproben mit 0,5, 0,8, 1,1 und 1,5 Mol Chlor/Mol Wachparaffin untersucht. Nach einer Polymerisation ergab die Polymerisation bei praktisch gleichen Bedingungen die folgenden Viskositätsverhältnisse: Paraffin und Polymerisation mit 0,5 Mol Chlor/Mol Wachparaffin ergab die niedrigste Viskosität, mit 1,5 Mol Chlor/Mol Wachparaffin die höchste. Die Polymerisation der Wachparaffine mit 0,8 Mol Chlor/Mol Wachparaffin ergab die mittlere Viskosität. Die Polymerisation der Wachparaffine mit 1,1 Mol Chlor/Mol Wachparaffin ergab die mittlere Viskosität. Die Polymerisation der Wachparaffine mit 1,5 Mol Chlor/Mol Wachparaffin ergab die höchste Viskosität. Die Polymerisation der Wachparaffine mit 0,5 Mol Chlor/Mol Wachparaffin ergab die niedrigste Viskosität. Die Polymerisation der Wachparaffine mit 1,5 Mol Chlor/Mol Wachparaffin ergab die höchste Viskosität.

Die Untersuchungen über die gesamte Wachparaffinreihe wurden ebenfalls weitergeführt und geprüft, wie sich verschiedene Chlorparaffine bei der Polymerisation auswirken. Es wurden 4 Versuchsproben mit 0,5, 0,8, 1,1 und 1,5 Mol Chlor/Mol Wachparaffin untersucht. Nach einer Polymerisation ergab die Polymerisation bei praktisch gleichen Bedingungen die folgenden Viskositätsverhältnisse: Paraffin und Polymerisation mit 0,5 Mol Chlor/Mol Wachparaffin ergab die niedrigste Viskosität, mit 1,5 Mol Chlor/Mol Wachparaffin die höchste. Die Polymerisation der Wachparaffine mit 0,8 Mol Chlor/Mol Wachparaffin ergab die mittlere Viskosität. Die Polymerisation der Wachparaffine mit 1,1 Mol Chlor/Mol Wachparaffin ergab die mittlere Viskosität. Die Polymerisation der Wachparaffine mit 1,5 Mol Chlor/Mol Wachparaffin ergab die höchste Viskosität. Die Polymerisation der Wachparaffine mit 0,5 Mol Chlor/Mol Wachparaffin ergab die niedrigste Viskosität. Die Polymerisation der Wachparaffine mit 1,5 Mol Chlor/Mol Wachparaffin ergab die höchste Viskosität.

1) eines niedrigeren, beispielsweise für ein Paraffin mit einem Kohlenstoffgehalt von 70 % ergab sich eine Viskosität von 1,42 gegen 1,47 und ein Stockpunkt von + 7 gegen + 8.  
Die Versuche, den Stockpunkt des fertigen Oles durch selektive Kristallisation unter Herausnahme paraffinischer Bestandteile zu senken, sind bisher nicht gelungen, da die Ole in dem bisher untersuchten Paraffinraffinatland, dasgemittelt auch bei hohen Temperaturen sehr schlecht flüchtig waren. Die Versuche werden aber noch fortgesetzt.

2. Paraffinraffination

a) P.O. - Versuchsanlage

Die Produktion der P.O.-Versuchsanlage hat am 1. September 1922 mit OP 3 aus 1732 kg unraff. Harzwahe, entsprechend 92,5 % Ausbeute, damit ein verhältnismäßig niedrigesiedendes unraff. Harzwahe mit 91,7 % und ein unraff. Harzparaffin, das hochsiedend ist mit 81,7 % Ausbeute beilief. Außerdem wurden 25 kg OP 3 durch Salzsäure gewaschen. Die Anlage war 29 Tage in Betrieb. Einmal war Stillstand wegen verschiedener Umänderungen. Infolge der in Betriebarbeiten wurden außer kleineren laufenden Reparaturen folgende ausgeführt:

In der Anlage wurde eine abgeleitete Vorrichtung zur Vorwärmung des Katalysators veranschlagt. Diese Vorrichtung wurde in der Anlage nicht errichtet. Im Laufe des Monats wurde ein Oxydationsrohr 4,2 m eingeschaltet, durch den die Nitrose, bevor sie in das Reaktionsgefäß eingeleitet wird, durchströmen kann. Es soll dabei versucht werden, ob durch Erhöhung der relativen NO<sub>2</sub>-Menge eine Verbesserung des Oxydationsgrades erzielt werden kann. Es wurde aber keine Befunde gefunden. Weitere Versuche mit Verändern der Nitrosyl- bzw. Schwefelsäure, Einbau anderer Gasleitungsrohre sind in Vorbereitung.

Die Endgereinigung war störungsfrei den ganzen Monat in Betrieb. Das Silikogel aus Behälter I hat bis jetzt eine Gesamtbetriebsdauer von 795 Stunden und befindet sich jetzt in der 8. Betriebsperiode. Ein Nachlassen der Reinigungswirkung konnte bisher nicht festgestellt werden, so daß man jetzt mit Sicherheit sagen kann, das Silikogel für den vorgesehen Zweck geeignet ist.

Darzwischen wurden einige Versuche gemacht, wie ein Ammonitrat aus- nicht, das mit Salpetersäure aus ungereinigtem und gereinigtem Gas hergestellt worden ist. Während sich aus ungereinigtem Gas auch in einer Mischung 1:10 ein gelb bis braun gefärbtes Salz ergibt, zeigt das Salz aus gereinigtem Gas in der Verdünnung von 1:10 ein einwand- freies Aussehen. Die Versuche werden aber noch fortgesetzt.

b) Laborversuche

In Rahmen der Versuche zur Überwachung der Zusammensetzung von OP 3 wurde ein evtl. als Linbrennwache geeigneter Produkt hergestellt, das einen NT von 62° und eine NZ von 37 und VZ 48 besitzt. Heraus- genommen sind die niedrigschmelzenden Anteile und die höchstschmel- zenden Anteile. Das Produkt selbst stellt 32 % von OP 3 dar.

Die Stickstoffbestimmungen in den Oxydationsprodukten können nunmehr als genügend erledigt bezeichnet werden. Sie ergaben für OP 3 inner- halb der Grenzen von NI 30 bis NZ 90 einen Stickstoffgehalt von im Mittel 0,73 % wobei keine Abhängigkeit von der NZ festgestellt wer-

b.w.

den Emulsionen in OP 2 wurden die gleichen Stickstoffwerte von im Mittel 6,7% bei einer N von 60 bis 80 gefunden.

Auf Grund der Besprechung bei der Abenania in Hamburg war nochmals die Herstellung von Emulsionsschmierölen aufgenommen worden, die aus 5 Teilen OP 22, 45 Teilen Öl und 45 Teilen Wasser bestehen, wobei OP 22 ein etwa 10% mit KOH bzw. 5,00% versetzt worden ist. Es hat sich wieder bestätigt, daß die Viskosität des Emulsionsschmieröles in Abhängigkeit von der Viskosität des angewandten Öles ist und zwar liegt sie bei Verwendung eines 7er oder eines 26er Öls bei 30 zwischen 3,6 und 4,8 und bei 50 zwischen 3,6 und 3,2. Die Emulsionen sind hier nach 6-wöchigen stehen noch stabil. Die Arbeiten über die Herstellung von Emulsionsschmierfetten wurden ebenfalls noch einmal aufgenommen und Versuche unter Verwendung von Rohstoffwaren in Richtung auf OP 3 durchgeführt.

Auf Grund der Mitteilung der Hydrolwerke, daß der Mikroemulsions- und Aluminiumkationit sich besonders zur Herstellung guter Emulsionen eignet, wurden die Versuche zur Herstellung und Verwendung dieser Emulsionen erneut aufgenommen, um die bestmögliche Kombination zu finden. Wesentlich ist es zu zweckmäßigsten reine Kationit-Emulsionen und reine Aluminium-Emulsionen herzustellen die bestimmtlich durch die Umsetzung von Aluminiumchlorid zugänglich sind und dann das gewünschte Mischungsverhältnis herzustellen.

Die Versuche zur Kationisierung und Herstellung von Alkoholen durch Isomerisierung in Anilinderivaten werden laufend weitergeführt. Bisher konnten in beträchtlicher Menge Produkte mit einer N und VZ zwischen 20 und 30 erzielt werden.

Herrn Dr. G. Wagner