

Bl. V/Wk

Herrn Prof. Dr. M. A. R. I. A. U. I.

Montag

Wirtsch. Monatsbericht August 1943

I. Betriebsuntersuchungen

Die Betriebsuntersuchungen wurden in der üblichen Weise durchgeführt. Besondere Schwierigkeiten traten nicht auf. Die Versandprodukte hatten stets die verlangten Werte.

II. Laboruntersuchungen

1. Gas- und Gasoluntersuchungen

Feindestillationen von Spaltgasen und Gasolbestimmungen im Grundbereich wurden in üblicher Weise durchgeführt.

2. Benzin- und Diesellohntersuchungen

Die Überwachung der Proben aus der Druckversuchsanlage wurde fortgesetzt.

Die bei mir lagernden für den Fallgerversuch bestimmten Benzine wurden nach mehrjähriger Pause nochmals abschließend untersucht. Die Ergebnisse sind außerordentlich interessant und werden sofort nach Beendigung zusammengestellt.

3. Paraffinuntersuchungen

In der Paraffinabteilung wurden laufende Vakuumdestillationen der verschiedensten Versuchs- und Betriebsparaffine durchgeführt. Weitere Arbeiten erstreckten sich auf Erstarrungspunkt- und Molekulargewichtbestimmungen einzelner Paraffinfraktionen.

4. Filtrieruntersuchungen

Für den Prüfstand waren mehrfach Untersuchungen erforderlich. Außerdem wurden auf Veranlassung der Chemisch-Technischen Reichsanstalt erneut 2 Öle im Ringversuch auf ihre Viskositätspolhöhe geprüft.

Da von HVA beabsichtigt ist, die Hartasphaltbestimmungen mit Hornwollboxen normen zu lassen, wurden von mir nochmals einige Hartasphaltbestimmungen zum Vergleich von Asbest und Kryolith als Filtermaterial durchgeführt. Sie ergaben, daß man mit beiden Produkten die gleichen Ergebnisse erzielt.

Bei der Untersuchung der Abhängigkeit der Flammpunkte bei Synthesenolen von der Viskosität bei 50° hatten sich Differenzen ergeben, die weit über die Fehlergrenzen hinausgingen, sodaß vermutet werden mußte, daß es sich hier um systematische Abweichungen handelte. Es wurde daher geprüft, ob zwei Öle, von denen eines ein reines Rückstandöl war, während das zweite bei gleicher Viskosität aus einem Spindelöl und einem höher geschnittenen Rückstandöl besteht, von einander abweichende Flammpunkte besitzen. Es wurde tatsächlich gefunden, daß ein 7er Öl, als Rückstandöl hergestellt, einen Flammpunkt von 227° aufwies, während ein 7er Öl, das aus einem Rückstand

4594

zu vor ca. 9% und einen Spindelöl von etwa 1,2% zusammen gemischt war, nur einen Flammpunkt von 215° hatte. Die Verdampfbarkeit ist im beiden Fällen dieselbe. Offenbar wirken sich beim Flammpunkt geringen Anteile niedriger siedende Bestandteile in wesentlich verstärkterem Maße aus, als bei der Verdampfbarkeit.

II. Tagesarbeiten

1. Herstellung von Schmieröl aus Veioxparaffin über Chlorierung und Umchlorierung

Die Versuche wurden im bisherigen Rahmen weitergeführt und ein weiterer Kieselsäure-Diaminooxyd-Kontakt, gemischt im Verhältnis 75:25, untersucht. Es wurde wieder gefunden, daß durch Erhöhung der Luhtemperatur eine Erhöhung der Jodzahl eintritt, allerdings konnten die höheren Resultate nicht reproduziert werden, da offenbar für diese Kontakte eine Sichtenperatur von 950° noch nicht ausreicht. Der Ofen für die höheren Temperaturen ist in diesen Tagen fertig geworden, so daß jetzt weitere Versuche nach dieser Richtung hin durchgeführt werden können.

2. Herstellung von Phlegmatiemitteln

Die bei uns durch Selektivextraktion auf verschiedenen Wegen hergestellte Paraffinfraktionen mit Schmelzbeginn in der Größenordnung von 60° wurden mit anderen Phlegmatiemitteln verglichen. Dabei wurde festgestellt, daß die besten Ergebnisse auch mit dem i.G.-Produkt gefunden werden, wobei das von der I.S. gelieferte Phlegmatiemittel sogar einen Schmelzpunkt von über 100° aufweist, insbesondere enthält es auch große Mengen von bei ca. 60° schmelzenden Produkten. Inwieweit sauerstoffhaltige Verbindungen darin enthalten sind konnte noch nicht festgestellt werden.

3. Unterscheidung von Paraffinwachs für Aufteilung in Normal- und Isoparaffine

Es handelt sich hier vor allem um den Nachweis und die Bestimmung von geradkettigen und verzweigten Paraffinen in den verschiedenen Paraffinarten der Synthese. Da hierüber aber noch keine allgemein gültigen Untersuchungsmethoden vorliegen, sind wir zur Zeit damit beschäftigt, derartige Methoden auszuarbeiten. Sie beruhen auf selektiver und destillativer Auftrennung der Paraffine und Nachweis von Isoparaffinen durch Vergleich von Erstarrungspunkten, Schmelzpunkten, Molgewichten und spez. Gewichten mit entsprechenden aus der Literatur bekannten Daten für geradkettige Paraffine. Außerdem werden einige Arbeiten, die in der letzten Zeit in der Literatur erschienen sind, über derartige Untersuchungen mit hinzugesogen. Es zeigt sich schon, daß man offenbar bei der selektiven Auftrennung mit Benzin in der niedrigsten schmelzenden Fraktion die verzweigten Paraffine nachweisern kann, während gleichzeitig die höherschmelzenden Fraktionen davon verarmen. Genauere Daten können erst gegeben werden, wenn die Arbeiten weiter vorgeschritten sind.

Ein Ergebnis ist jetzt schon recht interessant, wenn man die übliche Trennung in Veioxwachs, Mittelfraktion und höchstschmelzende Anteile, sogenannte Isoparaffine, vornimmt, wobei das Veioxwachs einen mittleren Schmelzpunkt von ca. 60°, die Mittelfraktion einen solchen von etwa 70° und die Isoparaffine von 90° und darüber haben und dann die Mittelfraktion destilliert, so erhält das Veioxwachs ebenso hochschmelzende Anteile wie die Mittelfraktion, ein Zeichen dafür, daß in ihr verzweigte Paraffine mit hohem Molgewicht enthalten sein müssen.

4. Paraffinxydation

00459

a) 7.1.-Versuchsanlage

Die Produktion der P.O.-Versuchsanlage betrug im August 142 kg OP 4 aus 175 kg Sefelparaffin, entsprechend 91,3% Ausbeute, 666 kg OP 3 aus 720 kg unraff. Hartwachs, entsprechend 91,5% Ausbeute, außerdem wurden 1180 kg OP 3, deren KL für gewisse Versandzwecke nicht hoch genug war, nachoxydiert. Die Anlage war 24 1/2 Tage in Betrieb. 4 Tage war stillgelegt infolge verschiedener Umbauten und 2 1/2 Tage wegen Arbeiten der Betriebskontrolle bzw. des Klürobetriebes. Von Betriebsarbeiten ist folgendes zu erwähnen:

Der Reaktor wurde sybinal ausgebaut zur Kontrolle, ob Einleitungsrohr, Kühler und Heißeischlange noch in Ordnung waren. Beim zweiten Ausbau wurde eine elvsa Lagerzelle für den Kühler eingestrichelt und das Einleitungsrohr ausgebessert, dessen Bürdelrand abgerissen war. Am Reaktor waren auch einige Reparaturen erforderlich, die jedoch in unserer Werkstatt nicht ausgeführt werden konnten, wofür ein Ersatzteil bestellt wurde.

Die Luftgasreinigung war im ganzen Monat in Betrieb. Das Silikagel aus Behälter 1 befindet sich jetzt in der 6. Betriebsperiode, von denen jede etwa 110 + 130 Stunden mit. Nach etwa 500 Betriebsstunden, d.h. nach etwa 4 Betriebsperioden ist es abgeleitet worden, da anscheinend infolge nicht richtiger Durchführung der ersten Regenerierungen ein Teil des Torfs zu klein geworden ist, sodaß der Druckverlust beim Gasdurchgang zu groß war, ein Teil der Schwierigkeiten beim Regenerieren war durch die unvorteilhafte Konstruktion des Luftfilters hervorgerufen. Die jetzt durch dessen Umänderung behoben sind. Beim Waschen und Trocknen wurden keine besonderen Beobachtungen gemacht.

b) Säureversuche

Die Untersuchungen über die Zusammensetzung von G. 3 wurden weitergeführt. Ein über 100° schmelzender Anteil wurde durch Extraktion auch bei einer Säuremenge festgelegt, seine Natur konnte aber immer noch nicht restlos geklärt werden. Bei einer der letzten Mergen mit einer 12 G wurde auch nochmals exakt die Säuremenge bestimmt, die nötig ist, die gesamte G. 3 in ungefährer Übereinstimmung mit früheren Beobachtungen zu ca. 27 bis 28 % ergibt.

Die niedrigst schmelzenden Anteile der Säuren wurden ebenfalls einer genaueren Prüfung unterzogen und festgestellt, daß sie ganz geringe Mengen flüchtiger Säuren in G-Säurebereich 11 und 1. enthalten, das sind die Anteile, die bei der Verwendung von G. 3 bzw. G. 32 als Glanzwachs abtrennen und infolge dessen entfernt werden müssen.

Bei weiteren Versuchen zur Verwendung von OP 3 und Mischungen daraus, die in der Lederindustrie als Lederfett bzw. Linbrennwachs verwendet werden sollen, haben wir festgestellt, daß einerseits die niedrigstschmelzenden Anteile, andererseits aber auch die höchstschmelzenden Anteile stören. Die Versuche zur selektiven Auftrennung wurden daher auch auf dieses Gebiet ausgedehnt und eine mittlere Fraktion aus OP 3 hergestellt, bei der diese Anteile fehlen. Dazu wurde OP 3 zunächst mit kaltem Alkohol behandelt, wobei etwa 20 - 25% abgetrennt wurde, dann mit Aceton bei Raumtemperatur, 30, 40 und 50°, dabei verblieb etwa 20 - 25% eines bei 97,5° schmelzenden Rückstandes. Verwendungsfähig war die Linbrennwachs ca. 40 - 45% des G. 3 sein. Wir sind inzwischen damit beschäftigt, mehrere kg dieses Produktes herzustellen, um es bei einer der mit uns in Verbindung stehenden Lederfabriken zu erproben.

Die Untersuchungen über die Stickstoffbestimmung in den OP-Produkten sind nunmehr in wesentlichen abgeschlossen und haben ergeben, daß im

b.w.

4595

17) J. bev. 07 37 4,6 - 1,0 % Stickstoff enthalten sind. Sie waren
sicherlich erschwert dadurch, daß infolge der leichten Ver-
kapselbarkeit des Produktes bei den Verbrennungen offenbar Methan-
abgespalten wurde, das als Stickstoff gefunden wurde. Durch ent-
sprechende Änderungen der Untersuchungsbedingungen konnte diese
Methanabspaltung fastlos verhindert werden, sodaß man nunmehr die
wahren Stickstoffwerte findet.

18) In Untersuchungen, wie weit sich die organischen Bestandteile im
Nitrogas bei der Herstellung von Ammonitrat auswirken, wurde durch
Abkühlung der Nitrose des Knogases in Wasser Salpetersäure gebildet
und daraus in verschiedenen Mischungen mit reiner Salpetersäure und
Ammoniak als Ammonitrat dargestellt. Bisher ist nur das
selbst Knogas geprüft worden, wobei gefunden wurde, daß sich wolbei
in einer Verdünnung von 1:10 die organischen Bestandteile in fort-
gesetztem Ammonitrat in der Farbe und im Geruch unangenehm bemerkbar ma-
chen. Die gleichen Untersuchungen sind zur Zeit im Gange für das
zerlegte Knogas.

Die Herstellung von Alkoholen und Ketonen wird weiter bearbeitet,
weitere Ergebnisse sind bisher hierbei noch nicht erzielt worden.

