

BL II V/VK

22.8.43
3846
10

Kern Prof. Dr. M. A. F. 1. n. 1

Monatsbericht Juli 1943

I. Betriebsuntersuchungen

Die Betriebsuntersuchungen wurden in der üblichen Weise durchgeführt. Besondere Schwierigkeiten traten nicht auf. Auch die Untersuchungen an den Versandprodukten ergaben die verlässlichsten Werte.

II. Sonderuntersuchungen

1. Gas- und Ölöluntersuchungen

Die Sonderuntersuchungen der Spaltprodukte aus der Dabbanlage, speziell die Bilanzuntersuchungen, wurden einzeln durchgeführt. Weitere Analysen betrafen den Chlorgehalt der Synthesenässe und den Nitrogehalt des Ausgangsgases und des Endgasstroms der F.O.-Anlage. Die Ergebnisse der Untersuchungen entsprechen den normalen Werten.

2. Kessel- und Dieselöluntersuchungen

Die Proben der DVA wurden wieder laufend überprüft. Ebenso wurde die Überwachung der Laugenwäsche weitergeführt.

Über die Bestimmung des Dampfdruckes bei stabilisierter Benzinben wurden einige Untersuchungen durchgeführt zur Kontrolle von Verfahren die von anderer Seite für die Umrechnung der Dampfdrucke aufgestellt worden waren.

3. Paraffinuntersuchungen

Die Versuchsreihe zur Überprüfung der Raffinationseigenschaften verschiedenartiger Hartparaffine wurde im wesentlichen beendet. Ein Bericht darüber wird in den nächsten Tagen herausgegeben. Beim Vergleich von Betriebsergebnissen und Laborprüfungen konnte wieder festgestellt werden, daß die Laborraffinationsergebnisse nicht übereinstimmen mit den Ergebnissen des Betriebes. In wesentlichen Überdinationsergebnissen sind die Ergebnisse des Versuches sind jetzt weitere Untersuchungen eingeleitet, um festzustellen, welche Gründe für die verschiedenartige Raffinationsfähigkeit von Paraffinen maßgebend sein können, die ob die Ursache bei der Synthese selbst liegt oder ob es eine Frage der Paraffinverarbeitung ist.

Die Untersuchung von Spezialparaffinen wurde fortgesetzt.

Die Untersuchung von Hartparaffin aus der Eisen Synthese ist nunmehr abgeschlossen. Ein Bericht hierüber ist in Vorbereitung.

4. Spezialuntersuchungen

Für den Bereich von synthetischen Dieselölen sind die Untersuchungen in Konkurrenz mit anderen Werken mehrere Untersuchungen über Mischungsverhältnisse von niedrigviskosen Ölen durchgeführt.

III. Fortschritte

III. Versuchsarbeiten1. Herstellung von Phlegmatisierungsmitteln

Das durch stufenweise Extraktion mit kalten und warmen Hepten aus Keriparaffin hergestellte Produkt mit einem Schmelzbeginn von ca. 60° entsprach in seinen Eigenschaften weitgehend der mit Hexan und Aceton hergestellten Paraffinfraktion. Man hat vorgeschlagen, diese Untersuchungen auch auf Kontaktparaffin K und D auszudehnen, da wahrscheinlich hier mit Anreicherung der verzweigten Paraffine und damit einer Erhöhung der plastischen Eigenschaften zu rechnen ist.

2. Herstellung von Folieröl aus Weichparaffin über Chlorierung und Isobromierung

Die Versuche mit verschiedenen zusammengesetzten synthetischen Kontakten wurden fortgesetzt und hier der Einfluß der Vorerhitzung geprüft. In allen Fällen wurde wieder die Tendenz gefunden, daß durch Erhöhung der Vorheißtemperatur eine Verringerung der Ab-III tung und Erhöhung der Jodzahl bei der Entchlörung eintritt. Bis-her konnten aber bei der Polymerisation mit solchem olefinreichen Material die besonders günstigen Werte, die mit Stuttgarter Masse erzielt werden sind, nicht reproduziert werden. Da die Vorerhitzung mit den bisherigen Einrichtungen nur bis auf 1000° durchgeführt werden konnte, werden a. B. Apparaturen vorbereitet, um noch höhere Temperaturen erzielen zu können. Bei guten Ausbeuten wurden bisher aus synthetischen Kontakten Öle mit V₅₀ von $309-40^\circ$ und V₁₀₀ von ca. 1,35 bis 1,57 hergestellt.

3. Paraffinoxidationa) Z.C.-Versuchsanlage

In der P.O.-Anlage wurde Anfang des Monats noch in 3-Schichtenbetrieb gearbeitet. Später fielen jedoch durch Krankheit einige Leute aus, sodaß wegen Überlastung der Rektifikationschicht wieder auf den 1-Chargenbetrieb zurückgegangen werden mußte. In den ersten 10 Tagen wurden noch während des 3-Schichtenbetriebs 1191 kg OP 3 aus 1295 kg unraffinierten Hartwachs, entsprechend einer Ausbeute von 92 % hergestellt. Insgesamt betrug die Produktion der P.O.-Anlage 2250 kg aus 2495 kg Hartwachs, entsprechend 90 % Ausbeute. Der 3-Schichtenbetrieb in der P.O.-Anlage wird nur möglich sein, wenn noch weitere Arbeitskräfte zur Verfügung gestellt werden können, da infolge Krankheit stets ein so großer Arbeitsmangel herrscht, daß wir mit den augenblicklich dort beschäftigten Leuten auf die Dauer nicht Tag und Nacht durcharbeiten können.
Von den sonstigen Betriebsarbeiten und Beobachtungen ist Folgendes zu sagen:

Der im April vorigen Jahres angelieferte Flandler-Rubber mußte ausgetauscht werden, da die Emaille sehr starke Beschädigungen aufwies. Es wurde an die Firma Druckgeschicht und wird dort neu emailliert. Offenbar ist es so, daß die Emaille an den Stellen, an denen sie mechanisch nicht verletzt wird, auch durch die hohe Säure nicht korrosiert werden kann. Wird dagegen die Emaille an irgendeiner Stelle beschädigt, sodaß Säure hindurchtreten kann, und das unter der Emaille liegende Eisen a. T. anfließt, so blutet die Emaille weiter ab, und es ergeben sich starke Korrosionen. Nach den bisherigen Erfahrungen kann man offenbar mit einer Standfestigkeit der Emaillegänge, soweit sie aus X Auswaschen befreit werden, von etwa einem Jahr rechnen; anschließend müssen sie neu emailliert werden. Bei der Wirtschaftlichkeitsberechnung über die P.O.-Anlage sind diese Beobachtungen berücksichtigt worden.

Beim Ausbau der Absorptionsgasse der Endgereinigung wurde festgestellt, daß an einigen Stellen besonders am Rand und im Boden des Silikagel sehr stark zerfallen war; man kann sagen, daß etwa 5% der Silikagel nicht mehr normale Korngröße hatte. Die Ursache hierfür ist offenbar die Ursache für den starken Druckanstieg. Das Silikagel wurde durchgeseiht und nach dem Sieben wieder eingefüllt; es hat dann wieder die normale Reinigungswirkung. Anzeichen tritt das Zerfallen bei der Regenerierung auf, die unter ganz bestimmten Bedingungen durchgeführt werden muß. Besonderer Wert muß darauf gelegt werden, die Regenerierung ohne Unterbrechung durchzuführen und die Temperatur zu Anfang nicht zu hoch ansteigen zu lassen, damit die in den Silikagel absorbierte Flüssigkeit nicht zu plötzlich verdunstet und dadurch das Kristallskelett zerstört. Man kann aber jedenfalls schon jetzt sagen, daß grundsätzlich Silikagel für die Endgereinigung geeignet ist.

b) Laborversuche

Die ausführlicheren Versuche über den Reaktionsmechanismus der Oxydation und die Aufteilung der Produkte hatten bisher folgendes Ergebnis: Oxydationsprodukte mit einer normalen NZ von etwa 70 - 80 enthalten etwa 50 % unverseifbares in Form von Paraffin und 50 % fettsäureartige Bestandteile. Das Paraffin entspricht in seinen Eigenschaften offenbar nicht mehr ganz dem Ausgangsmaterial, da die höchstschmelzenden Anteile verringert sind. Die fettsäureartigen Bestandteile kann man durch selektive Aufteilung in mehrere Fraktionen auftrennen. Die niedrigstschmelzenden haben Neutralisationszahlen die auf Anwesenheit von etwa C₁₀ hindeuten, was etwa mit den Ergebnissen übereinstimmt die mit Destillation der Methyl ester gefunden worden sind. Die Menge an Fettsäuren unterhalb C₁₀ ist noch nicht klar ermittelt, da sie gewissen Schwankungen unterworfen ist; während wir früher etwa 15 - 20 % fanden tritt bei der Aufteilung ein Rückstand in einer Menge von etwa 10 % mit einem durchschnittlichen Erstarrungspunkt von 100° und darüber und einer Neutralisationszahl von 28, Verseifungszahl 44 auf. Die Auftrennung dieser Substanz ergibt noch einen gewissen Prozentsatz an offenbar besonders hochschmelzenden Fettsäuren und einen unerschmelzbaren Rückstand mit einer Neutralisationszahl von etwa 10 und einer Verseifungszahl von 10. Eine weitere Untersuchung ist noch im Gange, insbesondere darüber ob es sich hierbei vielleicht um Zwischenprodukte der Reaktion handelt.

Eine zweite Versuchsreihe wurde durchgeführt, um festzustellen, wie die Menge an Säuren im Verlaufe der Reaktion ansteigt. Dazu wurden halbtägliche Proben aus den Reaktion gefäß entnommen und analysiert. Dabei ergab sich erwartungsgemäß, daß die Säuremenge kontinuierlich ansteigt von etwa 10 % nach einer Stunde auf 50 % nach etwa 10 Stunden. Das merkwürdigste Ergebnis war aber, daß die Menge der höchstschmelzenden Substanz im Verlauf der Reaktion am Anfang sehr hoch war und etwa 50 % der eigentlichen Fettsäuremenge ausmachte. Ob dies damit zusammenhängt, daß gleich zu Anfang der Reaktion die höchstschmelzenden Paraffine verschlagen werden, werden noch weitere Untersuchungen erweisen müssen. Restlos geklärt sind die Verhältnisse jedenfalls noch nicht. Weitere Untersuchungen an sind in Vorbereitung.

Die Versuchsreihe zur Herstellung flüssiger Emulsionen, die als Fraßwasser geeignet sind, ist beendet. Die Ergebnisse sind nicht restlos befriedigend, da ganz verdünnte Emulsionen in der Größenordnung von 1 % nicht besonders stabil sind. Wir werden aber trotzdem die Angelegenheit weiter verfolgen, um von objektiven Prüfstellen die Emulsionen begutachten zu lassen.

004600

Vollere Untersuchungen sind in Folge zur Klärung und zur
Vermittlung von 32 in Alkohol. Hierbei soll OR 32 zunächst über die
Kohlensäure, erst später die Sulfidreaktionen in Alkohol
geprüft werden

Dr. G. W. Kaganov
Dr. G. W. Kaganov

3/10/1941
W. Kaganov