

004601

22. Juli 1943

BL II V/WK

KOPFA Prof. Dr. M A R T I A N I

Sekretariat Hg.	
Eingang:	26.7.43
Lfd. Nr.:	970
Conto:	

12. Monatsbericht Juni 1943

I. Antriebsuntersuchungen

Die für den Betrieb notwendigen Untersuchungen wurden störungsfrei durchgeführt. Besondere Beobachtungen wurden hierbei nicht gemacht. Auch Benzin-, Dieselöl- und Schmierölversand ergaben keine besonderen Schwierigkeiten. Anfang des Monats traten Differenzen über den Ablassetest mit dem Benzol-Vorband auf, die durch eine Schiedsanalyse, die von uns beantragt wurde, behoben werden sollen.

II. Sonderuntersuchungen

1. Gas- und Gasöluntersuchungen

An besonderen Untersuchungen wurden Feinfraktionierungen des Subbrenns und Gasölbestimmungen in verschiedenen Bensen durchgeföhrt.

2. Benzin- und Dieselöluntersuchungen

Von der WTA können jetzt wieder regelmäßig Proben und zwar werden die Produkte der Ofen 10 und 11 laufend auf ihr Siedeverhalten überwacht.

Die Lungenwäsche an der Fraktionierung und der Dübsanlage wird nach wie vor täglich kontrolliert.

Nach Wiederaufahren der Anlage wurde wieder Flugdieselkraftstoff als Sonderdieselkraftstoff 3 mit den vorgeschriebenen Daten versandt.

3. Paraffinuntersuchungen

Eine Versuchsreihe zur Überprüfung der Raffinationseigenschaften der bei Schaffgötsch, Hoersch und bei Ruhromerle angefallenen Hartparaffine wurde eingeleitet. Über die Ergebnisse wird im Juli berichtet. Laufend wurden Hochvakuum-Siedeanalysen für die verschiedensten Versuchsarbeiten durchgeföhrt.

4. Öluntersuchungen

Auf Anfrage des Betriebs wurden Vergleichsuntersuchungen über die Heckmann- und Lurgi-Destillation durchgeföhrt, wobei sich herausstellte, daß bei der Heckmann-Destillation, solange man mit der 75% des Rückstandsöl nicht weit über 100° bei 50 hinausgeht, keine Spaltungen zu befürchten sind.

III. Versuchsarbeiten

1. Herstellung von Phlegmatisierungsmitteln

Auf Grund der Rücksprache mit Herrn Dr. Friedrich von der Dymnüt I.O., Völsdorf, war die Herstellung eines paraffinischen Phlegmatisierungsproduktes begonnen worden, dessen Schmelzbeginn bei

00482

Patentamt für die Vereinigten Staaten  
Washington, D.C.

80° und dessen Schmelzende bei ca. 96° liegt. In üblicher Weise wurde das Paraffin zunächst mit Hexan extrahiert und der Extrakt nochmals mit Isolan behandelt. Die Mittelfraktion entspricht bei reibungsloser Durchführung des Verfahrens den gewünschten Bedingungen. Eine weitere Möglichkeit zur selektivbehandlung von Paraffin besteht in der stufenweisen Extraktion mit Hexan, wobei bei steigenden Temperaturen gearbeitet wird. Nach diesem Verfahren wird zur Zeit bei 120° (Dr. Abel) ebenfalls ein Produkt hergestellt, das den gewünschten Bedingungen entspricht. Es soll festgestellt werden, ob beide Produkte in ihren Eigenschaften identisch sind.

Ob ein Schmelzbeginn von 80° überhaupt erforderlich ist, werden weitere Nachfragen bei der C7H klären. Wir haben jedenfalls Interesse an einem möglichst niedrigen Schmelzbeginn, da die Verpressbarkeit der hochschmelzenden Paraffine zweifellos nicht den Anforderungen der Industrie entsprechen wird.

Herstellung von Schmieröl durch Mischpolymerisation von Chlorparaffin mit Benzol und Äthylchlorid

Am Brand eines Verfahrens der Standard Oil wurde untersucht, wie sich die Polymerisation von chlorierten Paraffin in Anwesenheit von Benzol und Äthylchlorid durchführen läßt. Zur Polymerisation wurde unser übliches Weichparaffin (300 - 400°) bis zu 20 % chloriert und mit 1 % aktivierten Aluminium + 1 % Aluminiumchlorid bei hohen Temperaturen polymerisiert. Ohne Zusatz erhielt man mit verhältnismäßig geringen Ausbeuten ein Öl von ca. 70%. Durch Zusatz von Äthylchlorid stieg die Ausbeute nicht sehr stark an, dagegen betrug die V<sub>50</sub> ca. 17. Durch Zusatz von 10 % Benzol allein wurde die Ausbeute sehr stark erhöht, während die V<sub>50</sub> nur bis auf ca. 9 bei 50 anstieg. Die Mischung von Benzol und Äthylchlorid als Zusatzmittel ergab bei guter Ausbeute ein Öl mit einer V<sub>50</sub> von ca. 10 - 15 und einer VHM von 1,58. Der Stockpunkt lag bei -18. Die Angaben der Standard konnten damit bestätigt werden. Das Benzol scheint bei kleinem Zusatz nur zu ganz geringem Teil an der Reaktion beteiligt zu sein, während bei hohen Benzolzusätzen offenbar Benzol mit polymerisiert wird, wie aus der Polhöhe von über 1,7 resultiert, wenn 100 % Benzol zugesetzt wurden.

Herstellung von Schmieröl aus Weichparaffin über Chlorierung und Anchlorung

Die Entchlorungsversuche wurden in dem früher skizzierten Rahmen fortgesetzt, wobei besonderes Augenmerk darauf gerichtet wurde festzustellen, ob die bereits beschriebene Gesetzmäßigkeit, daß zur Erzielung eines hochviskosen Öles mit niedriger Polhöhe die Entchlorungskontakte, soweit sie Aluminiumoxyd und SiO<sub>2</sub> enthalten, bis zu beginnender Sinterung erhitzen werden müssen, bestätigt werden konnte. Die Versuche haben noch kein ganz klares Bild ergeben, doch ergeben sich weitere Anhaltspunkte für die Richtigkeit der Hypothese. Bei den Versuchen wurde vor allem festgestellt, daß es nicht notwendig ist, die Polymerisation aller olefinischen Produkte durchzuführen, da gefunden wurde, daß nur dann hochviskose Öle mit niedriger Polhöhen bei der Polymerisation entstehen, wenn die olefinischen Produkte bei geringer Spaltung und Polymerisation vorzuziehen in der Größenordnung von 110 und mehr haben.

Da bei früheren Versuchen "Stuttigarter Klasse", ein geringe Mengen Aluminiumoxyd enthaltenes vorwiegend silikatisches Material, sich besonders gut bewährt hatte, wurden nochmals 2 Proben verschiedenen Typen dieses Materials angefordert und untersucht, wobei die früheren Resultate bestätigt werden konnten, d.h. es wurde bei zweckentsprechender Führung ein Produkt erhalten, das bei der Polymerisation mit hoher Benzolzusatz ein Schmieröl mit einer V<sub>50</sub> von 110 und einer VHM 1,55 ergab.

004633

#### 4. Veraffinierungsarbeiten

##### a) P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-Versuchsanlage

In der P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>-Versuchsanlage wurde im Monat Juni im Dreischichtensystem gearbeitet. Am 7. Juni war Stillstand infolge Stillstand im Schmelztrieb. Am 2. Juli war die Reaktion abgesetzt worden, weil ein neues Einleitungsrohr eingebaut werden mußte und die Kühltrommel undicht geworden war und infolgedessen repariert werden mußte. An insgesamt 21 Tagen wurden 2520 kg OP 3 mit einer Ausbeute von 92,2% hergestellt und außerdem 400 kg OP 3 erneut in die Reaktion eingesetzt, wobei a.T. gebleicht und a.T. Produkte mit zu niedriger NZ auf eine hohe NZ gebracht wurden. Insgesamt wurden also 2900 kg versandfertiges OP 3 hergestellt. Der Versand betrug 3500 kg.

Von den Betriebsarbeiten ist folgendes zu erwähnen: Die Kühl- und Heizschlange im Reaktor wurde durch Korrosion undicht; bei näherer Untersuchung stellte sich heraus, daß die unterste Windung lochartig angegriffen war und zwar offenbar durch Nitrose, die aus dem Gasleitungsrohr, das die Mäher außen am Ring trägt, die aus allen Seiten ausgetreten war. Bei der notwendigen Reparatur wurde gleichzeitig das Einleitungsrohr ausgebaut und durch ein neues ersetzt das die Mäher wieder auf der Unterseite hatte. Vergleichsversuche mit dem neuen Einleitungsrohr, dessen Mäher nur einen Durchmesser von 7 mm gegenüber bisher 3 mm haben, sind geplant.

Der erst von den Pfaudler-Werken gelieferte Mäher ist jetzt an einigen Stellen so stark angegriffen, daß die Emaille abblüht. Der Abblättern der Emaille bewährt sich nicht. Der Grund für das Abblättern der Emaille ist in erster Linie in mechanischen Zerstörungen der Emaille zu suchen, da die Korrosion nur an einigen besonderen Stellen auftritt, während der Großteil der Platte absolut unverändert ist. Bei der Endreinigung trat insofern eine Störung auf, als in beiden Behältern nach der Regenerierung außergewöhnlich schnell Druckanstieg zu beobachten war. Es ist beabsichtigt beide Behälter auszubauen, um die Ursache des Druckanstiegs festzustellen und dabei gleichzeitig den Zustand des Silikagels zu untersuchen.

##### b) Laborversuche

Zur Zeit sind umfangreiche Arbeiten im Gange um verschieden hoch oxydierte Produkte auf ihre Zusammensetzung zu prüfen und zwar um einerseits den Gehalt an Unverseifbaren zu bestimmen, andererseits die Zusammensetzung der Estere festzustellen. Die Untersuchungen sollen sowohl mittels Destillation der Ester als auch durch Selektivverlegung durchgeführt werden.

In diesem Zusammenhang werden auch Versuche gemacht, um die Abtrennung des Unverseifbaren aus den verseiften OP 3 auf einem anderen Wege durchzuführen, wobei vor allem daran gedacht ist zu prüfen, ob man ähnlich wie bei der Selektivverlegung von Paraffin mit Benzol bei steigender Temperatur des Paraffin herauslösen kann.

Eine große Versuchsreihe wurde eingeleitet zur Herstellung flüssiger Emulsionen die evtl. als Präzessor für hydraulische Anlagen verwendet werden können. Veranlassung zu diesen Untersuchungen ist eine Anfrage des Instituts für Vassertechnologie des Technischen Über-

1934

Rubidium-Aluminiumchlorid  
anhydrous

wachstumsvers. Köln. Die Untersuchungen sind noch nicht beendet.

Demgegenüber konnten die Versuche, die bezweckten eine Koggsinfraktion herzustellen mit 75 % Schwerbenzin, 15 % Wasser und 10 % Emulgator mit Blick- und Tropfpunkten über 80° erfolgreich beendet werden.

Andere Versuche wurden durchgeführt, um OP 32 in Alkohol und Äther aufzuführen. Desgleichen wurde eine Versuchsreihe gemacht, ob es möglich ist, unsere hochmolekulare Paraffine in Form ihrer Chlorprodukte oder Ester der Grignard-Reaktion zu unterwerfen und auf diesen Wege zu sekundären Alkoholen oder anderen sauerstoffhaltigen Produkten zu kommen.

Hr. Dr. Dr. Kasemann  
H. Dr. Alberts