

AL II V/Kri

Sekretariat Hg
Eingang: 23.4.43
Abt. Nr. 100 48/17/7
Gezeichnet: [unintelligible]

Werte Prof. H. H. R. I. R. I.

Werte Monatsbericht März 1943.

I. Betriebsuntersuchungen.

Die Betriebsuntersuchungen wurden in der üblichen Weise durchgeführt. Besondere Schwierigkeiten traten nicht auf. Die Versandproben waren bezüglich ihrer analytischen Daten in Ordnung.

II. Sonderuntersuchungen.

1. Gas- und Gasöluntersuchungen.

Inser der laufenden Kontrollen der Spaltenanlage und der Gasölbestimmungen in Versandbenzin wurden keine weiteren Untersuchungen durchgeführt.

2. Benzol- und Miesöluntersuchungen.

Die Proben der MIA wurden laufend aufgearbeitet; über die Ergebnisse wird nach Abschluss einer grösseren Anzahl von Untersuchungen berichtet.

Die Ladgenwäse der Gasölfraktion und des Dubbenbensins wurde weiterhin überwacht. Dabei wurde gefunden, dass anscheinend bei stärkerer Konzentration der Matronlange mit grösseren Mengen unverseifbarer Bestandteile zu rechnen ist. Die Untersuchungen werden fortgesetzt.

Bei ausgeglichener Matronlange wurden einige Versuche über die Abtrennung des Unverseifbaren bei einer Destillation im Vakuum bei 100 mm Druck gemacht. Man fügte ein bis zwei Tropfen Wasser hinzu, so gehen hierbei bereits erhebliche Mengen des Unverseifbaren über und zwar bis zu 70 und 80 %; daher man vor der Destillation die ausgeglichene Matronlange bis auf einen Rest von ca. 70 mg/l wird nur die Destillation erleichtert, bei der Extraktion der trockenen Masse stellt sich aber doch heraus, dass schon ein Teil der Seifen in diese Fraktion übergegangen ist, weshalb ein Verhältnismäßig höherer Teil des Extraktes (vergl. hierzu meine Anmerkungen über den Besuch bei der Firma Dr. Koch an Bordstein vom 27.4.43)

W. W.

2. Paraffinuntersuchungen.

Talman-Destillationen verschiedener Versuchsparaffine und Untersuchungen von Emulparaffinen.

Es wurde untersucht, ob durch Chlorierung von Paraffin und thermische Behandlung eine Isomerisierung stattfindet. Dazu wurde Hartwachs soweit chloriert, bis ca 1 1/2 Mol Chlor aufgenommen war. Dann wurde das Chlor bei 350° thermisch abgespalten und anschliessend das olefinische Material, das eine Jodzahl von 44 betrug, in Autoklaven mit Kobaltkontakt bei ca 200° hydriert. Das Endprodukt hatte eine Jodzahl von 4 und war etwas gelb gefärbt. Die Siedeanalyse war fast identisch mit der des Ausgangsproduktes und die Erstarrungspunkte der 70° Fraktionen lagen ebenfalls auf der gleichen Höhe wie die von Hartwachs. Dagegen war das Produkt bei weitem nicht mehr so hart wie Hartwachs, kennlich an einer wesentlich höheren Penetrometersahl. Es muss also bei der thermischen Chlorierung, der thermischen Spaltung oder der katalytischen Hydrierung eine gewisse Veränderung des Paraffingerüstes unter Beibehaltung der Kettenlänge erfolgt sein.

J. J. J. J.

Von der Firma Hoesch wird ein Talg-Erzsatz vertrieben, von dem ich eine Probe untersucht habe. Er besteht aus 30% Hartwachs und 70% Schieferöl mit einer V₅₀ von ca 1,6.

4. Untersuchungen.

Die Überwachung der Öle für den Versuchswagen des Prüfstandes wurde fertiggestellt.

III. Versuchsarbeiten.

1. Herstellung von Chlorparaffin in Amine.

Die aus der Literatur bekannte Herstellung aus stickstoffhaltigen Verbindungen durch Zusatz von Chlorparaffin mit Ammoniak wurde für chloriertes Tafelparaffin untersucht. 10g Tafelparaffin mit 10,7 g Chlor mit alkoholischer Ammoniaklösung in Autoklaven 6 Stunden auf 170° erhitzt man nach Abdampfen des Alkohols und Entfernung des Ammoniakchlorids ein dunkelgefärbtes weiches Produkt, das teilweise in Wasser löslich ist und einen Stickstoffgehalt von 3,5% hat. Das selbige Jodzahl 11 ergibt sich, dass bei dieser Art der Behandlung das Chlor auch unter Bildung von Olefinen abgespalten wird. Die emulgierenden Eigenschaften und die Schaumbildung sind sehr gering. Führt man die gleiche Reaktion mit einem höher chlorierten Produkt durch, z.B. mit einem Tafelparaffin, das 29% Chlor enthält, so erhält man ein vollkommen wasserlösliches Produkt mit einem Stickstoffgehalt von

46 17

par 1,0 % und einer Jodzahl 50. Die Emulgierungseigenschaften und die Schmelztemperatur dieses dunkelgefärbten und sehr zähflüssigen Materials sind etwas besser als bei dem ersten Produkt. Die Versuche sollen gelegentlich weitergeführt werden.

7. Herstellung von Toluolparaffin aus Toluolparaffin.

Vergleichen zu den bereits beschriebenen Versuchen mit Stuttgarter Masse und Toluolparaffin wurde auch Benzol zur Entchlorung von chlorierten Toluolparaffin benutzt. Die Spaltung war gering und die Polymerisation verhielt sich ebenfalls in mässigen Grenzen. Bei der Polymerisation des olefinischen Materials mit Aluminiumchlorid wurden verhältnismässig hochviskose Ole erhalten, deren η_{50} in der Größenordnung von 50 und 70 lag. bei Polhöhen von etwa 1,56. Die Ergebnisse liegen etwa in der Mitte zwischen denen aus Stuttgarter Masse und von Toluolparaffin.

Der Aufklärung des offensichtlich katalytischen Einflusses der verschiedenen Materialien sind schon seit einiger Zeit Versuche mit synthetisch hergestellten Kontakten eingeleitet worden. Da sowohl Mineralien mit hohem Kieselsäuregehalt, als auch solche mit hohem Aluminiumoxydgehalt gute Wirkungen zeigten, wurde von reinem Aluminiumoxyd ausgegangen. Bisher wurden einige Versuche mit reinem Aluminiumoxyd durchgeführt und hierbei festgestellt, dass sowohl ein aus einer Lösung ausgefallenes Aluminiumoxyd, als auch ein durch Erhitzen von Aluminiumnitrat auf 450° hergestelltes Aluminiumoxyd sehr starke Spaltwirkung aufweisen. Die Versuche liefen an der Art, dass bei 200 oder 250° die Entchlorungswirkung noch sehr schlecht ist, während bei wenig höheren Temperaturen mit einsetzender guter Entchlorungswirkung sofort grosse Mengen von Spaltprodukten auftreten (bis zu 67 % unterhalb des Anfangsiedepunktes des Ausgangsmaterials). Nach den letzten Untersuchungen scheint es so zu sein, als ob nur solche Materialien brauchbar wären, die zwar eine verhältnismässig grosse innere Oberfläche besitzen, aber doch schon bis zum beginnenden Siedepunkt erhitzt werden sind, sodass sie nicht mehr reversibel Wasser aufzunehmen vermögen.

IV. Paraffinoxydation.

a) C₁₂-Versuchsanlage

Die Produktion der C₁₂-Versuchsanlage betrug im März 1927 kg OP 3

b.w.

aus 1750 kg Paraffin unraff. und 300 kg Kontaktparaffin, entsprechend einer Ausbeute von 92,6 %.

Die Versuche zeigten sich nicht. Emulsionsbildung wurde bei Auswaschen ebenfalls nicht mehr beobachtet, soweit das Auswaschen nur noch durch Auskochen ohne Kühlung durchgeführt wurde.

Während eines Stillstandes am Ende des Monats wurde der Rotaxrührer wegen des ursprünglich angewandten Nehrstrahlrührers ausgetauscht. Es sollen jetzt wieder mit der etwas anderen Gegenleitung bei verschiedenen Umdrehungsgeschwindigkeiten und Reaktionsdauer Versuche durchgeführt werden, um die Veränderung des Oxidationsgrades durch Variation dieser verschiedenen Versuchsbedingungen zu untersuchen.

Vergleichsversuche

Bei der Oxidation von Kontaktparaffin wurde ein Produkt erhalten, das etwas weicher war als unser normales OK 3. Es wurde daher als OK 6 bezeichnet. Zur Zeit sind Versuche im Gange, um festzustellen, wie dieses oxydierte Kontaktparaffin an Stelle von OK 3 eingesetzt werden kann. Wir haben auch die reinen Wachse aus OK 6 hergestellt, die bei etwa gleicher Hl und HZ wie OK 32 einen etwa 7 niedrigeren Erstarrungspunkt haben. Die Emulgierungseigenschaften sind anscheinend die gleichen wie bei OK 32.

Auf Anfrage der W. Krupp haben wir Versuche durchgeführt, unseren emulgierbaren Emulsionen herzustellen, die von 10 % Emulgator, 10 % Wasser und 80 % Paraffin bestehen. Die Emulsionen sollen bestmöglich bei 70° Fließ- und Tropfpunkte in der Größenordnung von 70° haben. Die besten Ergebnisse erhält man, wenn man OK 3 zu 90 bis 100 % mit Wasserlösung versetzt.

Bei Emulsionsarbeiten haben wir noch keine rechte Lösung gefunden, da sich festgestellt hat, dass durch Vermischen der Paraffingrundlage mit Wasser und Emulgator bereits Verdickung eintritt, auch ohne dass ein Emulgator dabei war. Wir sind in der Zwischenzeit damit beschäftigt, die an sich etwas überraschende Erscheinung zu klären. Die Versuche zur Herstellung von Emulsionswachserfetten wurden wieder aufgenommen. Die bisher erreichten Fließ- und Tropfpunkte liegen in der Größenordnung von 75°.

H. H. H.