

17. März 1943

Bl II V/V

HEFT Nr. 2. M A F I A I

Verfahren Nr. 298
 vom 17. März 1943
 46401-46402-11
 12. März 1943

Mit. Monatsbericht Februar 1943I. Betriebsuntersuchungen

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

II. Sonderuntersuchungen1. Gas- und Gasoluntersuchungen

An der Dubbspaltanlage wurden die Benzinbestimmung einer nochmaligen Kontrolle unterzogen und Paralleluntersuchungen mit Aktivkohle und gasanalytisch durchgeführt; dabei wurden sehr gut übereinstimmende Ergebnisse gefunden. Eine Untersuchung über das Littergewicht des Spaltgases ergab eine kleine Differenz bei verschiedener Probenschw; die Angelegenheit wird noch weiter geprüft.

Die Gasoluntersuchungen im Kuhlbenzin und Stabilbenzin bzw. Grundbenzin wurden laufend weitergeführt.

2. Benzin- und Dieselöluntersuchungen

Die Untersuchungen für die DVA wurden fortgesetzt und 2 Proben von Ofen 10 und 3 Proben von Ofen 15 aufgearbeitet.

Die Leugenscheibe des Gasols wurde weiter täglich untersucht zur Bestimmung des Verhältnisses von Unverseifbarem und reinem Fettöl. Bei einem zweiten Versuch mit 6 %iger Natronlauge konnte festgestellt werden, daß die Menge an Unverseifbarem, bezogen auf reine Fettöle, bis auf 20 - 30 % heruntergeht. Zur Zeit läuft ein Versuch mit etwas höher %iger Lauge, um einwandfrei festzustellen, ob die Verdünnung der entscheidende Faktor bei der Herabsetzung der Menge an Unverseifbarem ist. Es besteht die Ansicht, daß es an der Vermutung, daß auch die Art des sauren Leugenscheibenproduktes hierbei eine Rolle spielt. Im Laufe des Monats kam auch die Leugenscheibe des Dubbspaltens in Gang. Nach den bisher vorliegenden Untersuchungen scheint hierbei in der Ablauge praktisch kein Unverseifbares enthalten zu sein.

3. Paraffinuntersuchungen

Untersuchung verschiedener Versuchsparaffine und Spezialparaffine. Ein Spezialproblem war Veranlassung, das Verhalten von Hartparaffin zu prüfen, wenn es bei 250° mehrere Stunden mit einem gas geringen Luftmenge behandelt wird. Es handelt sich um die Möglichkeit der Verwendung von Hartparaffin als Austenschiff für Paraffin zur Überdeckung von Zinnblechen in den Versuchsreihen. Unter den angegebenen Bedingungen tritt erwartungsgemäß bereits eine Kristallin des Paraffins ein, die zu niedrig siedenden sauerstoffhaltigen Produkten führt. Die Menge an derartigen Produkten ist von dem Verhältnis der Paraffinoberfläche zur Gesamtparaffin-

b.w.

menge abhängig.

Bei der selektiverleugung von Hartparaffin war seinerzeit ein Rückstand erhalten worden mit einem Schmelzpunkt von ca. 110° . Durch Extraktion dieses Rückstandes mit Benzol konnte im benzolunlöslichen Anteil ein Paraffin gewonnen werden, dessen Schmelzpunkt ca. 120° beträgt. Es ist etwa in einer Menge von 1 - 2 % im Hartparaffin enthalten.

4. Vlänergebnisse

Die Überwachung der Versuchsöle für den Prüfstand wurde fortgesetzt.

Für unser Syntheseöl wurde durch Vermischung eines 7,6er Öls mit einem 7,7er Öl die Abhängigkeit des Fließpunktes und der Verdampfbarkeit von der V_{50} bestimmt und eine kurvenmäßige Darstellung dafür gegeben.

III. Versuchsarbeiten

1. Crystallin mit Chromsäure

Eine zweite Crystallin eines 7,6er Syntheseöls ergab im wesentlichen die gleichen Ergebnisse, wie im Vormonat bereits beschrieben. Es zeigte sich nur, daß die Menge an Säure offenbar von der Jodzahl abhängig ist, da bei der zweiten Crystallin bei etwas niedriger Jodzahl auch die Ausbeute an Fettsäure geringer war. Die Verwendbarkeit der erhaltenen Fettsäuren ist noch nicht geklärt.

Die Raffination von GP 32 wurde noch mehrere Male durchgeführt und dabei mit 98 - 99 %iger Ausbeute reine weiße Produkte erhalten, deren VI und VII sich gegenüber dem Ausgangsmaterial praktisch nicht veränderte. Der Verbrauch an Chromsäure ist bei dieser Raffination außerordentlich gering.

2. Herstellung von Alkohol durch Jodoxydation von Paraffin

Weitere Versuche mit essigsäurehaltiger Luft ergaben wieder, daß man die Alkoholstufe anscheinend nicht vollständig festhalten kann, so daß bei der Crystallin stets auch Fettsäuren gebildet werden. Die Auftrennung des Reaktionsproduktes in Säuren, Alkohole und unverändertes Paraffin ist auch bei dieser Art der Crystallin außerordentlich schwierig.

3. Herstellung von Schmieröl aus Weichparaffin

Eine nochmalige genaue Überprüfung der Versuchsergebnisse bei der Entchlorung mit stütziger Masse, eines synthetischen, hochsilikatischen, porösen Material ergab, daß die Eigenschaften der Schmieröle recht günstig waren, d.h. daß sie wie eine hohe V_{50} bei verhältnismäßig niedriger VII aufweisen. Die daraufhin durchgeführten Versuche bestätigten das wieder, wobei folgende Ergebnisse erhalten wurden:

Qualitätsgehalt des Weichparaffins ca. 21 %
Entchlorungstemperatur 350°
Polymerisation bei Entchlorung 11,5 % gegenüber 25 - 30 %
und darüber bei thermischer Entchlorung. Die Schmierölerstellung wurde unter verschiedenen Bedingungen durchgeführt, wobei der Aluminiumchloridzusatz und die Verdünnung variiert wurden. Im günstigsten Fall wurde durch Verwendung von 6 % Aluminiumchlorid eine n-Ölausbeute von 77 % erhalten, wobei ein Öl mit einer V_{50} von 130° B, einer VPH 1,58 und einem Fließpunkt von -20° gebildet wurde. Die Farbe der Öle ist noch etwas dunkel, deshalb wurde das entchlorte Material überdestilliert bis etwa 500° auf Normaldruck umgerechnet, wobei ein Rückstand von 4,6 % verblieb. Die Polymerisation des Destillates

004615

ergab ein etwas helleres Öl mit den gleichen Eigenschaften wie aus dem undestillierten Material.

Durch Vermischung von 40 Teilen des hochviskosen Öles mit 60 Teilen eines synthetischen 7,6er Öls wurde ein 20,7er Öl erhalten, dessen VZ 1,50 und Stockpunkt -34 betrug.

4. Paraffinoxydation

a) P.O.-Versuchsanlage

Die Produktion der P.O.-Versuchsanlage betrug im Februar 1937 kg OP 3 aus 1550 kg unraff. Hartwachs und 150 kg Kontaktparaffin, entsprechend 99,7 % Ausbeute.

Der Betrieb ging ohne Schwierigkeiten vor sich. Die Emulsion, die beim Anwaschen unter gewissen Bedingungen gebildet wird, ist außerordentlich schwierig rückgängig zu machen. Es wurden daher Anwaschbedingungen ausgearbeitet, bei denen mit großer Sicherheit keine Emulsionsbildung auftritt. Im wesentlichen bestehen diese darin, daß man jede Art starker Bewegung während des Anwaschens vermeidet, also beispielsweise intensives Rühren während des Kochens sehr schädlich. Infolgedessen wurde die Rührung ausgeschaltet oder höchstens noch beim Anbeizen benutzt und seit dieser Zeit tritt praktisch keine Emulsionsbildung mehr auf. Unter Umständen muß die Zahl der Auswaschungen etwas erhöht werden, doch bedeutet dieser Zeitverlust nichts gegenüber der Schwierigkeit eine einmal gebildete Emulsion zu zerstoren.

Größere Versuche wurden in diesem Monat nicht durchgeführt. Es wurde begonnen mit der Oxydation von Kontaktparaffin. Besondere Ergebnisse liegen aber darüber noch nicht vor.

b) Labortests

Die Methylster von OP 32 wurden noch einmal hergestellt und im Vakuum destilliert. Dabei zeigte sich, daß der Anteil an Fettsäuren im Seifenfettbereich, der bei früheren Untersuchungen etwa 10 % betragen hatte, bis auf etwa 15 - 17 % ansteigen kann. Über den Zusammenhang dieser Erscheinung mit den Oxydationsbedingungen müssen noch weitere Ergebnisse gesammelt werden. Der 50 %-Punkt liegt etwa bei 97 - 98. Die Schmelzpunkte der Säuren liegen etwa 100 niedriger als die der B-Säuren. Wie weit das durch SchmelzpunktdPRESSIONEN infolge des Vorliegen von verschiedenen Mischungen zu erklären ist, wird ebenfalls noch geprüft.

Für die Herstellung von Lederfett bei der Fettung von Chromleder ist ein stearinsäurehaltiges Material herzustellen, d.h. eine Säure, die eine Penetrometerszahl von etwa 5 - 10 und einen Schmelzpunkt von ca. 60° hat. Versuche aus OP 4 eine solche Fraktion herzustellen, schlugen bisher fehl, da anscheinend in OP 4 entweder nur sehr wenig höher schmelzende Anteile vorhanden sind oder eine Selektivextraktion durch die gleichzeitige Anwesenheit von Fettsäuren und Paraffin erschwert ist. Dagegen konnte aus OP 3 ein niedriger schmelzendes Material hergestellt werden, das eine Penetrometerszahl von ca. 10 hatte. Die Versuche werden noch weitergeführt.

Die Herstellung von Aluminiumsalzestern gelang auch auf einem anderen Wege und zwar durch Neutralisation von OP 3 und OP 4 mit Kaliumaluminat. Durch Variation des Verhältnisses Kalium/Aluminium können dabei

334516

die verschiedensten Kombinationen gebildet werden. Emulsionen mit derartigen Emulgatoren zeigten die gleiche Erscheinung wie mit der Vermischung reiner Kaliumemulgatoren und reiner Aluminiumemulgatoren. Die Emulsionen werden dabei wesentlich glatter und milchförmiger.

Bei einer Literaturrecherche über die Wirksamkeit von höheren Alkoholen als Emulgatoren wurden Angaben gefunden, daß auch Cetylalkohol bereits emulgierende Eigenschaften aufweist. Die daraufhin angestellten Versuche ergaben, daß die durch Reduktion aus OP 32 hergestellten Alkohole wesentlich besser emulgierende Eigenschaften besitzen, als beispielsweise Cetylalkohol. z.B. konnte eine Emulsion, die aus 5 Teilen Alkohol, 5 Teilen Paraffinöl, 6 Teilen Yaseline und 55 Teilen Wasser besteht mit unserem Alkohol ohne weiteres in stabiler Form erhalten werden, während mit Cetylalkohol am Rührwerk keine Emulsion entstand. Es zeigte sich hier wiederum, daß wir auch ohne weiteres mit diesen höheren Alkoholen alkalifreie Emulsionen herstellen können.

Weitere Versuche wurden noch durchgeführt über die Herstellung von Emulsionsschmalzfetten, über Ketonisierung und die Herstellung von Emulsions-

gen. Velds

Dr. K. Dir. Dr. Hagemann
K. Dir. Alberta