

Von Prof. Dr. Martin I

004617

22.2.43
22.2.43

Beitrag Monatsbericht Januar 1943

I. Betriebsuntersuchungen

Die Betriebsuntersuchungen wurden in der üblichen Weise durchgeführt. Besondere Schwierigkeiten traten nicht auf. Auch die Versuchsergebnisse waren bezüglich ihrer analytischen Daten in allgemeinen in Ordnung. Der Benzol-Verband reklamierte einmal einen Ibbasent aus dem Benzin, doch konnte nicht eindeutig geklärt werden um was es sich dabei handelte, da unsere Kontrolluntersuchung in Ordnung war.

II. Sonderuntersuchungen

1. Gas- und Gasoluntersuchungen

Ende des Monats wurden nochmals in der Dubbeanlage eine Reihe von Proben zur Aufstellung der Olefinbilanz gezogen, bei der gefunden wurde, daß die Ergebnisse im wesentlichen mit den früheren Untersuchungen übereinstimmen, obwohl im Gesamtbenzin ein etwas niedrigerer Olefingehalt enthalten war. Anstatt  $\text{C}_{12}$  ist das Einsatzmaterial bei dieser Laufzeit etwas niedriger siedend, sodaß im Spaltbenzin in der höheren Fraktion mehr schwereres Material vorliegt.

2. Benzin und Dieseluntersuchungen

Die Untersuchungen für die DVA wurden fortgesetzt.

Die Laugeprobe des Gasdies wurde täglich untersucht und geprüft, ob es nicht Möglichkeiten gibt, den in der letzten Zeit der hohen Gehalt an unverseifbaren Bestandteilen in der Ab- lauge herunterzubringen. Anscheinend ist es auch mit 6 Liter Petrolöl möglich ein Endprodukt mit einem Gehalt an freier  $\text{NaOH}$  von  $< 1\%$  zu erhalten, das neben etwa 20-25% reiner Fettsäure etwa 20% Unverseifbares, bezogen auf die Fettsäure, enthält. Die Untersuchungen werden noch fortgesetzt.

Diese Untersuchungen waren die Veranlassung die bei der Laugeprobe anfallenden Fettsäuren etwas näher zu überprüfen. Es wurde gefunden, daß sie im Mittel anscheinend  $\text{C}_{10}$  bis  $\text{C}_{13}$  Säuren darstellen, das aber noch ein erheblicher Anteil Ester und Alkohole mit ausgemacht werden. Auch hierüber sind noch weitere Untersuchungen im Gange. Die Beobachtung im Betrieb, daß in der Dubbeanlage beim Spalten des Gasdies trotz vorheriger Laugeprobe im Spaltbenzin wieder freie Säuren auftreten wurde geprüft und untersucht, welche Art die im Spaltbenzin enthaltenen Säuren sind. Dabei wurde gefunden, daß sie ebenfalls im Mittel  $\text{C}_{10}$  bis  $\text{C}_{13}$  Säuren sind. Sie entstehen entweder dadurch daß die in der Laugeprobe nicht entfernten Anteile an Estern und Alkoholen während der Spaltung oxydiert werden oder daß bei der Spaltung durch die Anwesenheit von Wasserdampf direkte Oxydation stattfindet. Mir erscheint aber eine direkte Oxydation unwahrscheinlich.

1. Paraffinuntersuchungen

Destillation verschiedener Versucheparaffine und weitere Untersuchung von Spezialparaffinen verschiedener Ceresinfabriken auf ihre Zusammensetzung und Vergleich mit Syntheseparaffinen.

4. Qualitative Versuche

Die laufende Untersuchung von Versuchsserien für den Prüfstand wurde weitergeführt. Untersuchungen einiger Spezialöle.

111. Verwendbarbeiten

1. Oxidation mit Chromsäure

Die Oxidation des 7er Synthesöls ergab etwa 40 % Säure mit einer NI 175 und VI 225. Die Überprüfung der Eigenschaften ist noch nicht beendet. Das Unverseifbare enthält immer noch gewisse Mengen Säuren, die sich nicht abtrennen lassen. Bei der Untersuchung der Viskositätsdaten wurde eine V<sub>50</sub> von 7,34 und eine V<sub>100</sub> von 1,14 gefunden. Die V<sub>100</sub> ist also erheblich zurückgegangen. Die d<sub>4</sub> beträgt 0,873, ist also angestiegen, was wohl durch die Anwesenheit von Säuren und Estern zu erklären ist, da die N<sub>2</sub> noch 18 bei einer V<sub>100</sub> von 20 war.

Auch die Raffination von OP 12, das infolge mehrmaliger Temperaturreinigung leicht etwas dunkel wird, lässt sich mit Chromsäure durchföhren, dabei tritt nur eine geringfügige Erhöhung der NI ein und die Verluste sind ebenfalls sehr gering.

2. Weiterverarbeitung von Chlorparaffinen

Die direkte Umwandlung von Chlorparaffin in Alkohole wurde in Anlehnung an die Literatur mit Essigsäure und Kaliumacetat bzw. mit Borsäure und Borax versucht. Mit Essigsäure und Kaliumacetat gelang es durch Kochen an Rückfluskkühler eine weitgehende Abscheidung des Chlors zu erreichen, wobei etwa 55 - 60 % Paraffin und 40 - 45 % Olefin-Alkohol-Gemisch anfielen. Da der ursprüngliche Chlorgehalt etwa 0,5 Mol betragen hatte, ist der hohe Gehalt an unversäurtem Paraffin durchaus möglich. Die OH-Zahl des Olefin-Alkohol-Gemisches beträgt 110 und die Jodzahl 17. Es ist also offensichtlich ein Teil des Chlors direkt abgespalten worden.

Bei den Versuchen mit Borsäure und Borax konnte bisher noch keine so weitgehende Umwandlung in Alkohol erreicht werden.

3. Herstellung von Alkoholen durch Luftoxydation von Paraffin

Es sollte untersucht werden, ob es möglich ist, durch Oxydation von Paraffin mit Luft in Anwesenheit von Borsäure direkt Alkohole zu erhalten. Nach dreistündiger Oxydation bei 180° mit Zusatz von 6 % Borsäure und 3 % Natriumacetat wurde aus Tafelparaffin ein 10 % Alkohol abgetrennt mit einer OH-Zahl 105 und einer NI 22, außerdem wurden noch etwa 35 % Säuren mit einer NI 114 und einer VI 14 abgetrennt. Die Auftrennung des Oxydationsproduktes in Alkohol, Säuren und unverändertes Paraffin ist außerordentlich schwierig. Die Versuche werden noch fortgesetzt.

4. Herstellung von Schmieröl aus Vaselineparaffin

Da die Katalysierung mit silikatischen und aluminiumoxydhaltigen Katalysatoren Ergebnisse ergeben hätten die deutlich andere Eigenschaften aufweisen als die Öle aus der therapeutischen Katalysierung, wurden auch gefüllte Rohre auf ihre Wirksamkeit untersucht. Aluminium erwies sich als ganz unwirksam, da es bei den in Frage kommenden Temperaturen bereits in Aluminiumchlorid-

004618

... nicht ungewandelt wurde, das direkt polymerisierend auf die Olefine wirkte, sodaß sich das Rohr verstopfte. Dagegen konnten mit Eisen- und Kupfer gefüllten Röhren recht gute Ergebnisse erzielt werden. Die Spaltung war sehr gering, auch die Polymerisation blieb in der Größenordnung von 7 bis 9%. Die Jodzahl war sehr hoch, 134,7 und der Sulfidgehalt niedrig, 1,2 - 1,3%. Die erhaltenen Olefine sollen nunmehr polymerisiert werden, um festzustellen, ob bei dieser Art der Katalysierung Polymerisationen stattfinden. ...

### 3. Paraffinoxydation

#### a) P.O.-Versuchsanlage

Die Produktion der P.O.-Versuchsanlage betrug im Januar an 21 Tagen 1470 kg. Wachsäure OP 3 aus 1575 kg. unraff. Hartwachs; entsprechend 9),4 % Ausbeute.

Besondere Schwierigkeiten sind beim Betrieb nicht aufgetreten. Lediglich das Auswaschen der Säure geht noch nicht ganz reibungslos, da sich manchmal eine gewisse Emulgierung auch im angesäuerten Zustand nur schwer verhindern läßt. Einige systematische Versuche zur Verhinderung der Emulsion ergaben bisher nur, daß es am zweckmäßigsten ist bei der Auswaschung so zu arbeiten, daß möglichst keine Emulsion auftritt, da die Verhinderung der Emulsion außerordentlich schwierig ist.

Die Betriebsversuche sollten klären, ob ein anderes Einleitungsrohr, das eingebaut worden war, Veränderungen der Oxydationsgeschwindigkeit ergab. Es handelt sich wieder um ein Ringrohr, das aber diesmal im Gegensatz zu dem ersten Ringrohr die Gasaustrittslöcher an der Außenseite hatte. Die Versuche ergaben jedoch, daß gegenüber dem Ringrohr 1, das die Löcher unten hatte, kein Unterschied im Oxydationsgrad auftritt, während das pilzförmige Einleitungsrohr deutlich schlechter arbeitete.

#### b) Laborversuche

Die Herstellung von OP 32 in der Laborapparatur wurde laufend fortgesetzt. Insgesamt konnten 25 kg OP 32 hergestellt werden, die zum größten Teil zu Versandzwecken benutzt wurden.

Die Versuche aus OP 3 und OP 32 Kalkium- und Aluminiumseife herzustellen, waren erfolgreich und zwar konnte eine reine Aluminiumseife dadurch hergestellt werden, daß man die Wachsäuren in Heptan löst und die berechnete Menge Aluminiumchlorid zusetzt. Unter Salzsäureabspaltung bilden sich hierbei die heptanlöslichen Aluminiumseifen die nach Abdampfen des Heptans in reiner Form zurückbleiben. Gemischte Kalium-Aluminium-Emulgatoren konnten durch Reaktion von Kaliumalkinat mit den Wachsäuren hergestellt werden, während Kaliumseifen durch Einwirkung von Kaliumoxyd bei 150° hergestellt werden konnten. Die Einwirkung der Kalium- und Aluminiumseifen bei der Emulgierung ist außerordentlich groß. Schon ein sehr geringer Zusatz von beispielsweise Aluminiumseifen macht die Emulsionen sehr geschmeidig.

Für Thlegmatiziersäcke war die Ketonisierung wichtig. Durch Erhitzen mit Eisenpulver gelang es, aus OP 3 ein ziemlich dunkel gefärbtes Material herzustellen, dessen HZ und VS gegenüber dem Ausgangsprodukt deutlich abgefallen war, während der Erstarrungspunkt s.F. noch anstieg und die Härte des Materials zunahm. Auch über die Kalkiumseife gelang eine solche starke Verringerung der HZ und

1628

Es, wenn man sie in Anwesenheit von Phosphorpentoxyd auf höhere Temperaturen erhitzt.

Die Versuche wurden über die Sulfonierung von Wachsalkohol und die Sulfonierung olefinischer Materials, speziell von Schmieröl durchgeführt. Vorläufig macht aber noch die Abtrennung der ungesättigten Produkte von Sulfonit und Wasser einige Schwierigkeiten. Die weitere Versuchsreihe in Gang zur Herstellung von einzelnen Sulfonrefraktoren und der Alkohole aus den Säuren.

Dr. H. B. D. Dr. H. B. D. Dr. H. B. D.  
H. B. D.

Handwritten signature and stamp