

Wissenschaftlich-Technische
Anstalt
12. II. 43

4621
21. Januar 1943

Kern Prof. Dr. Martin

Jahres-Bericht Dezember 1942

I. Betriebsuntersuchungen

Die Betriebsuntersuchungen wurden in der üblichen Weise durchgeführt. Besondere Schwierigkeiten traten nicht auf. Auch die Versandprodukte waren bezüglich ihrer analytischen Daten im allgemeinen in Ordnung. Die beim Dieselloft früher beobachtete Korrosion ist nicht mehr aufgetreten. Einfluss ist die Angelegenheit noch nicht geklärt, doch wird den Ursachen noch weiter nachgegangen.

II. Sonderuntersuchungen

1. Gas- und Gasoluntersuchungen

Anfang Dezember wurden in der Spaltenanlage Koesch Gas- und Benzinproben gezogen zur Aufstellung einer Daffinbilanz über deren Auswertung besonders berichtet wird.

2. Kerosin- und Dieselöluntersuchungen

Die Untersuchungen für die DVA wurden fortgesetzt.

Auf Veranlassung des Betriebes wurden einige Versuche durchgeführt, ob es möglich ist, das Spalthensin vor der Kondensation zu entsäthern. Die Versuche zeigten, daß man mit Kaliumoxyd, Fettsäurealkalimasse, Natronkalk und Soda bei 200 bis 250°C eine Erleichterung der AS bis $< 0,01$ bekommt. Die Eigenschaften des Spalthensins haben sich anscheinend nicht geändert, da Anabente und VZ des n-3-1a, das durch Polymerisation eines mit Fettsäurealkalimasse entsätherten Spalthensins hergestellt war, genau so hoch waren, wie mit unbehandeltem Spalthensin. Zur Zeit wird in Betrieb ein Crea vorbereitet, um die Versuche in etwas größerem Maßstab durchzuführen.

3. Paraffinuntersuchungen

Destillation verschiedener Versuchsparaffine und Untersuchung von Spezialparaffinen von Ceresinfabriken auf ihre Zusammensetzung und Vergleich mit Syntheseparaffin.

Einige Versuche über die Kupferempfindlichkeit von Hartwachs zeigten, daß bei längerer Erhitzung des Paraffins auf 140°C, auch ohne daß zusätzlich Luft durchgeblasen wird, die Korrosionsneigung gegenüber Kupfer verringert wird. Neutralisationszahl und Verseifungszahl nehmen so wenig zu, daß ihnen kaum ein Einfluss bei der Erzeugung angesprochen werden kann. Vielleicht handelt es sich bei der Schwarzfärbung von Kupfer um Reaktionen von in Hartparaffin gelösten Basen. Die Angelegenheit wird noch weiter verfolgt.

4. Kälteuntersuchungen

Die laufende Untersuchung von Versuchsölen für sehr Prüfverfahren wird fortgeführt. Die Versuche über das Kaltverhalten von Schmier-

b.w.

Dies wurden wegen anderer Arbeit vorübergehend abgebrochen. In Auftrage des NVA wurden verschiedene Ölmischungen mit einem dies zugesetzten Druckfestigkeitsmittel hergestellt.

II. Untersuchung der ausgebrauchten Natronlauge

Bei der Laugung des Einsatzmaterials für die Dubbsanlage fällt eine verhältnismäßig hochkonzentrierte Ablauge an, die in der letzten Zeit auch einen höheren Gehalt an unverseifbaren Bestandteilen enthält. Da die Verarbeitung dieser Ablauge bei unseren Abnehmern Schwierigkeiten macht, wird zur Zeit einige Untersuchungen darüber in Gange, ob es nicht möglich ist, im Betrieb direkt eine Lauge zu erhalten, die möglichst keine unverseifbaren Bestandteile enthält, auch wenn die Konzentration an Fettsäuren dabei abfällt.

III. Versuchsarbeiten

1. Oxydation mit Chromsäure

Bei der Oxydation von Naphtalin mit Chromsäure ist noch nachzutragen, daß zwar ein Reaktionsprodukt in geringer Menge gebildet worden ist, dessen η und ν aber 0 war. Die Versuche wurden daraufhin nicht weiter geführt.

Dagegen gelang die Oxydation von Synthesöl. N.B. konnte aus einem Teil mit einer Jodzahl 78 durch zweifache Oxydation ein Rohoxyd mit einer η 70 und einer ν 90 erhalten werden. Die Jodzahl ging dabei auf 1 zurück. Anschließend werden hierbei nur gesättigte Säuren gebildet wie im Falle des olefinischen Hartwachses. Die Untersuchung des Rohoxyds und die Abtrennung des Unverseifbaren ist noch nicht beendet.

2. Weiterverarbeitung von Chlorparaffinen

Es wurde geprüft, ob die Möglichkeit besteht, aus chlorierten Paraffinen direkt zu sauerstoffhaltigen Produkten, vor allem Alkoholen, zu kommen. Dazu wurde das Chlorparaffin mit festem Kaliumoxyd bei 150-200° mehrere Stunden verschakeln. Bei 200° konnte durch 6-stündiges Erhitzen ca. 60% des ursprünglich vorhandenen Chlors abgespalten werden. Es wurden aber keine Alkohole erhalten, sondern nur Fettsäure Salze und Olefine. Die Untersuchungen werden aber noch fortgesetzt.

Eine für unsere Arbeiten äußerst wichtige Frage, wie hoch der paraffinische Anteil in verschieden hoch chlorierten Paraffinen ist und die damit in Zusammenhang stehende Frage, wie der Chlorgehalt sein muß, damit kein unverändertes Paraffin mehr vorhanden ist, wurde in sehr umfangreichen Untersuchungen weitgehend geklärt. Es wurde durch Extraktion und Ausfällung mit Aceton bei verschiedenen Temperaturen festgestellt, daß anscheinend doch in Gegensatz zu den ersten vorläufigen Ergebnissen unabhängig vom Molegewicht des eingesetzten Materials 1 bis 1,2 Mol. Chlor/Mol. Paraffin notwendig sind, um alles in Chlorverbindungen überszuführen.

3. Darstellung von Chloröl aus Weichparaffin

Bei späterer Klärung des Einflusses von Cl_2 wurde Silikagel (systematisch bei verschiedenen Temperaturen auf seine Entchlörungswirkung geprüft) und dabei festgestellt, daß bei niedrigeren Temperaturen bereits schlechterer Entchlörung eine sehr starke Polymerisation eintritt, während von der Temperatur an, bei der die Entchlörung vollständig wird, schon eine sehr starke Spaltung, teilweise bis zum Sieden, eintritt. Auf Grund früherer Beobachtungen ist, damit auch eine starke Isomerisierung vorhanden, die bei der Polymerisation

Handwritten notes at the top left of the page.

... bei diesen Temperaturen ... 0046,00 ...
... geringere Ausbeuten an Schmieröl, niedrigere V₅₀ und höherer Pol-
... kation verursacht.

Bei der Veränderung der Polymerisationsbedingungen, nämlich bei-
sonderlich über Tonscherben mit verhältnismäßig geringerer Poly-
merisation entchlortem Produkt, ergaben sich keine Änderungen
gegenüber den bisherigen Erkenntnissen. Es zeigte sich nur, daß
die V₅₀ nicht höher als auf etwa 20 - 25 ° zu bringen war. Auch
die Polymerisation des Destillates von 300 - 400 ° ergab ein Öl
mit einer V₅₀ von etwa 25.

Da die Polymerisation des rein thermisch entchlorten olefinischen
Produktes Öle mit einer V₅₀ von ca. 50-70 ergeben hatte, wird jetzt
geprüft, ob stärkere Polymerisation bei der Entchlörung einen
Einfluß auf die V₅₀ des Öles hat oder ob durch die Verwendung von
silikatischen oder alumininoxydhaltigen Materialien bei der Ent-
chlörung doch gewisse Isomerisationen aufgetreten sind, die die
Eigenschaften des Öles beeinflussen.

1. Paraffinoxidation

a) P₂O₅-Versuchsanlage

Die Produktion der P₂O₅-Versuchsanlage betrug im Dezember 850 kg
CP 3 aus 900 kg RB-Hartwachs, entsprechend 94,5 % Ausbeute und
550 kg CP 4 aus 750 kg Tafelparaffin, entsprechend 87 % Ausbeute.
Irgendwelche besonderen Schwierigkeiten prinzipieller Natur sind
in Laufe des Monats nicht aufgetreten. Die Endgasreinigung konn-
te noch nicht wieder in Betrieb genommen werden, da die VTA-Er-
satzteile nicht heranzuschaffen waren.

Nach Beendigung der Versuchreihe mit dem pilzförmigen Einlei-
tungrohr wurde wieder ein Ringrohr mit andere angebrachten Lü-
ckern für den Gasaustritt eingebaut. Zur Zeit wird wieder eine
ganze Versuchreihe damit durchgeführt, um die Wirksamkeit des
Einleitungsrohres im Vergleich zu anderen Formen festzustellen.

Die Untersuchungen über das Sublimat wurden abgeschlossen. Es
sind beim Hartparaffin etwa 1,4 % des Einsatzmaterials und beim
Tafelparaffin 2,2 %. An Unverseifbaren enthält es bei Hartwachs
11 % und bei Tafelparaffin 19 %. Die NZ der abgetrennten Fett-
säuren beträgt beim Hartwachs ~ 280 und beim Tafelparaffin ~ 340.

b) Latexversuche

Cyclohexan läßt sich nicht mit Nitrose oxydieren. Ebenso ist die
Oxydation von Synthesöl sehr schwierig. Bei unhydrierten ging
sie überhaupt nicht, da die Reaktionsprodukte schwarz gefärbt
waren, während bei hydrierten nur sehr geringe Erhöhungen der NZ
und V₅₀ auftraten. Die früheren Versuche auf diesem Gebiet waren
mit hochkonzentrierter Nitrose und Zusätzen an Peroxyden durch-
geführt worden. Gelegentlich sollen diese Versuche noch einmal
reproduziert werden.

Für Herstellung des Bohrfettes, das bei Rheinmetall Borsig einge-
setzt werden soll, wurden 5 Öle, die wir von der Rheinania und
von der Kerag erhalten hatten, eingesetzt. Die Öle waren nicht
alle brauchbar. Für eine systematische Einstellung sind noch nicht
genügend Ölproben untersucht. Von dem am besten brauchbaren Öl
ist inzwischen eine größere Probe Bohrfett hergestellt worden.

334624

-14-

Die Versuche OP 3 und OP 32 weitere Abwandlungsprodukte her-
 ausstellen, werden fortgesetzt und zwar nach der Richtung Alkohole,
 Ketone, Sulfonate und Kalium- und Aluminiumsalze. Die Versuche
 sind nach Aisch, Benzyl, Bohn

Dr. K. Dr. Dr. Hagmann
 - Dr. Dr. Dr. Dr. Dr.

11.11.1934
 Dr. Dr. Dr. Dr. Dr.
 Dr. Dr. Dr. Dr. Dr.
 Dr. Dr. Dr. Dr. Dr.
 Dr. Dr. Dr. Dr. Dr.