

00462

Geheimhalt. Nr. 24.12.42  
Abt. Nr. 2304

HEINRICH GROS, Dr. K a r l i n

Zeitraum Monatsbericht November 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. Lediglich die Korrosion beim Dieselloststoff war nicht in allen Fällen innerhalb der verlangten Grenzen. Da auch Filtration allein nicht immer ausreichte, um die Korrosionswerte herunterzusetzen, wird die ganze Frage zur Zeit neu bearbeitet. Unter Umständen hängt die Korrosion damit zusammen, daß Seifen in ganz feiner Verteilung in Dieselloststoff enthalten sind, die als Leugen auf das Zink einwirken. Es wurde noch beobachtet, daß durch eine Auswaschung mit Wasser die Korrosion zum Verschwinden gebracht werden kann.

II. Sonderuntersuchungen

1. Gas- und Gasoluntersuchungen

Außer den üblichen Spaltgasanalysen wurden am Ende des Monats Proben an der Spaltanlage zur Aufstellung einer Olefine gezogen. Die Untersuchungen sind noch nicht beendet. Sie sollen aber jetzt bei Veränderungen der Arbeitsweise der Spaltanlage häufiger durchgeführt werden.

2. Benzol- und Diesellostantersuchungen

Die laufende Überwachung der Versuchsofen der DVA wurde fortgesetzt und führte zu den erwarteten Ergebnissen. Über Veränderungen des Dampfdruckes in der Reibprobe mit steigender Temperatur wurde eine Versuchsreihe begonnen, die noch nicht beendet ist. Es soll experimentell der Unterschied im Dampfdruck bestimmt werden der auftritt, wenn die Luftpumpe verschieden hoch vorgeheizt wird. Herstellung verschiedener Spezialprodukte.

3. Paraffinuntersuchungen

Untersuchung von Spezialprodukten aus dem Ausland auf Gehalt an Syntheseparaffin.

4. Öluntersuchungen

Die laufende Untersuchung von Versuchsofen für den Prüfstand wurde weitergeführt. Die Versuche, aus verschiedenen Fremdölen unter Zuhilfenahme von Synthesöl typgerechtes Wintermotoröl bzw. Wintergetriebeöl der Vehrmarkt herzustellen wurden beendet. Berichte hierüber sind bereits gegangen.

Nach Abbruch der Messungen für die CTR wurden weitere Untersuchungen b.w.

104826

gen über das Kaltverhalten von Schmierölen begonnen, die auf Veranlassung des Fachnormenausschusses für Schmierstoffanforderungen bei der Deutschen Gesellschaft für Mineralölforschung durchgeführt wurden. Es handelt sich hierbei zunächst darum, ob die tiefen Temperaturen auftretenden Abweichungen von der Viskositätstemperaturkurven nur mit den sich in der Kälte abscheidenden Paraffin zusammenhängen, also ihren Anfang am Trübungspunkt nehmen oder ob noch andere Ursachen auftreten.

Die Hydrierung von Schmierölen und Paraffinöl wurde fortgesetzt und durch Vermischung ein Veisöl hergestellt, mit einer  $V_{50}$  von  $\sim 3$  und einem Stickpunkt von ca.  $10^\circ$ , das evtl. als Speiseölersatz eingesetzt werden könnte.

III. Versuchsarbeiten

1. Oxydation mit Chromschwefelsäure

Die Raffination von Oxydpech mit Chromschwefelsäure wurde beendet und, wie mit der Rlf verabredet, eine Probe des raffinierten Materials zur Überprüfung Corbin gesandt. Vorläufig ist damit die Angelegenheit für uns beendet. Ich werde gelegentlich in Berlin mit Herrn Dr. Felikan über diese Raffination sprechen und dann wird sich weiteres ergeben.

In Zusammenhang mit diesen Arbeiten nahmen wir die Oxydation mit Chromschwefelsäure nochmals auf und überprüften verschiedene Materialien auf ihre Oxydationsfähigkeit, z.B. Cyclohexan und Naphtalin. Während bei Cyclohexan gar keine Wirkung zu verzeichnen war, wurden bei Naphtalin Oxydationsprodukte beobachtet. Die Untersuchungen wurden aber noch nicht beendet. Da die Chromsäureoxydation sich bei Olefinen als besonders günstig erwies, ist beabsichtigt, Schmieröl auf diesem Wege zu behandeln, um zu versuchen, ob die so herzustellenden Schmieröle besondere Eigenschaften aufweisen. Es könnte sein, daß sie sich zur Herstellung von flüssigen Emulsionen auf Grund ihrer sonstigen Struktur besonders gut eignen. Es soll gleichzeitig geprüft werden, ob die Schwefelsäureanlagerung an Schmieröl möglich ist und brauchbare sulfonierte Produkte ergibt.

2. Herstellung von Schmieröl aus Weichparaffin

Bei der Chlorierung von Paraffin konnten noch einige besondere Feststellungen getroffen werden. Bei der Untersuchung der chlorierten Produkte auf den Gehalt an unverändertem Paraffin konnte gefunden werden, daß mit zunehmendem Molekulargewicht des Paraffins eine immer größer werdende Chlormenge/Mol Ausgangsmaterial erforderlich ist, um eine vollständige Chlorierung zu erreichen. Man kann dies bei langer Paraffinkette wohl so erklären, daß die Wahrscheinlichkeit der Anlagerung eines zweiten oder dritten Chloratoms in ein bereits chloriertes Produkt fast eben so hoch wird wie die Anlagerung des ersten Chloratoms. Infolgedessen steigt bei der Chlorierung hochmolekularer Paraffine die Menge an mehrfach chlorierten Produkten immer mehr an. Eine Möglichkeit zur bevorzugten Bildung von Monochlorprodukten konnte noch nicht gefunden werden, scheint auch auf Grund von Literaturangaben nicht sehr wahrscheinlich zu sein. Die mehrfache Chlorierung ist auch so lange nicht schädlich, so lange nicht dadurch bei der Entchlorung infolge der Bildung von mehrfach ungesättigten Verbindungen eine Polymerisation eintritt, die zu verharrenden Produkten führt. Nach den Untersuchungen über die Entchlorung scheint es aber Bedingungen zu geben, durch die man die Bildung harter Produkte weitgehend verhindern kann.

Nach bei der Entchlorung ist jetzt eine grössere Klarheit erzielt worden. Es ist tatsächlich so, daß die Silikate eine verschiedenartige Wirkungsweise entfalten, beispielsweise wirken alle Silikate,

die dem Bleicherdeotyp entsprechen, spaltend und isomerisierend, ebenso wirken alle Silikate und anscheinend auch Aluminiumoxyd, die eine gelartige Struktur aufweisen, d.h. also wie bei den Bleicherden Wasser in verhältnismäßig fester Bindung enthalten, spaltend und auch s.T. isomerisierend. Günstige Eigenschaften haben mineralische und auch künstliche Silikate, die zwar porös sind und in ihrem Kristallgitter wenig oder kein Wasser enthalten, s.B. Tonscherben, Bauxit und Glattgarter Masse, mit diesen 3 Materialien kann man Olefine erhalten mit fast gleichen Eigenschaften, d.h. Ohlorgehalten unter 1 %, Spaltung unter 2 % und Polymerisationsmengen in der Größenordnung von 10 bis 12 %. Bei der Polymerisation dieser Olefine mit 5 % Aluminiumchlorid entstehen Schmieröle mit einer  $V_{50}$  von  $\sim 30$ , einer Viskosität von im Mittel 1,55 und einem Stockpunkt von bis zu  $-22^{\circ}$ . Zur Zeit werden größere Mengen Olefine hergestellt, um die Polymerisationsbedingungen noch etwas besser zu erforschen. Insbesondere soll versucht werden, die  $V_{50}$  weiter zu steigern.

Paraffinoxidation

a) P.O.-Versuchsanlage

Die Produktion der P.O.-Versuchsanlage betrug im November 1942 815 kg CP 3 aus 900 kg unraff. Hartwachs, entsprechend 91 % Ausbeute und 462 kg CP 4 aus 550 kg Tafelparaffin, entsprechend 84 % Ausbeute. Die Materialfrage ist jetzt weitgehend geklärt, da die von den Raudler-Werken hergestellte Emaille für die Auswaschgefäße genügend widerstandsfähig zu sein scheint. Das von dort gelieferte Waschgefäße ist etwa 3/4 Jahr ohne Störung in Betrieb und zeigt auch noch keine Spuren irgendwelcher Anfrassung. Dagegen hat sich das von Gebler gelieferte Waschgefäße nicht bewährt.

Die Endgasreinigung wurde bis zum restlosen Verbrauch des Silikagels in Betrieb gehalten und anschließend eine erste Regenerierung vorgenommen. Da verschiedene Beobachtungen darauf schließen ließen, daß nicht wie vorgesehen für alle Armaturen Y2A verwandt worden war, wurde die Endgasreinigung nach Beendigung der Regenerierung ausgebaut und untersucht. Dabei stellte sich auch heraus, daß die Siebe aus normalen Eisen waren und daß bei den Ventilen nicht überall Y2A verwandt worden ist und auch im Leitungssystem an einigen Stellen kein Y2A vorlag. Die fehlenden Teile werden zur Zeit beschafft und dann wird die Endgasreinigung wieder in Betrieb genommen. Es kann daher noch nichts Endgültiges gesagt werden, doch scheint die Regenerierung des Silikagels mit Erfolg durchgeführt worden zu sein.

Sowohl bei der Hartparaffin-, als bei der Tafelparaffinoxidation ist inzwischen die Kondensatmenge gesammelt und untersucht worden. Es handelt sich um diejenigen Mengen an festen Produkten, die in den Kühlgefäßen anfallen. Beim Hartparaffin sind es ca. 1 1/2 % des Einströmens. Die Fettsäuren sind etwa zu 90 % darin enthalten mit einer mittleren C-Zahl von 12. Beim Tafelparaffin ist die Kondensatmenge größer. Sie liegt etwa bei 2 1/2 %. Die im Kondensat enthaltenen Fettsäuren entsprechen ebenfalls einer mittleren C-Zahl von ca. 12. Das in Kondensat noch enthaltene Paraffin ist in beiden Fällen unverändertes Ausgangsmaterial. Da auch bei der Untersuchung der Rohoxydate das Unverseifbare praktisch unverändertes Paraffin war, kann man nunmehr mit Sicherheit sagen, daß eine Spaltung von Paraffin nicht auftritt. Sofern eine Spaltung eintritt, ist sie stets mit der Bildung

294620

Rohstoff-Abteilung  
Karl-Ludwig-Str. 10

von Säuren verbunden.

Aus der Endgasreinigung wurde ein flüssiges Produkt abgetrieben, das sich bei der Untersuchung als fast reine Vettinure ergab, mit einer mittleren Molzahl von 6, es sind beim Hartparaffin etwa 1 - 1 1/2 % der Einsatzmenge, in guter Übereinstimmung mit den Untersuchungen die im vorigen Monat über die Menge an organischer Substanz in gekühlten Endgas weitergeführt worden sind.

- b) Über die nachträgliche Bleichung der durch Extraktion hergestellten Vettinure liegen die ersten Ergebnisse vor. Sie zeigen, daß man die Versuchsbedingungen so wählen kann, daß eine wesentliche Aufhellung, fast bis zur Farbe des ursprünglichen OP 3 auftritt, ohne daß die Säurezahl und die Versäufungszahl eine Erhöhung von mehr als 3-4 Punkte zeigen.

Weitere Versuche mit OP 32 zur Herstellung von Emulsionschmierölen zeigten, daß unabhängig vom Versäufungsgrad, Versäufungstemperatur und Schmieröl stets Emulsionschmieröle mit etwa gleicher V<sub>50</sub> von ca. 30% anfallen. Da die Herstellung verschiedener viskoser Schmieröle aber von besonderer Bedeutung ist, werden die Versuche fortgesetzt.

Die Herstellung flüssiger Emulsionen unter Zusatz von Kresol für gewisse Desinfektionszwecke gelang nicht besonders gut, da leicht Abtrennung eintrat. Zur Zeit sind Versuche im Gange, ob die Kondensate sich für diesen Zweck besser eignen.

Weitere Versuche betrafen die Herstellung pastenartiger Emulsionen mit Wassergehalten in der Größenordnung von 80 %.

Herrn Dir. Dr. Hagemann