

004629

Sachverhalt Nr.	
Nr.	26.11.42
Ud. Nr.	2.198
Bemerkung	

KONTA Prof. Dr. Martini

Monatlicher Monatsbericht Oktober 1942

I. Betriebsuntersuchungen

Die Betriebsuntersuchungen wurden in der üblichen Weise durchgeführt. Besondere Schwierigkeiten traten nicht auf. Beim Benzinversand lag die Kennziffer wie üblich bei etwa 95 und die Oktanzahl wie vorgesehen bei etwa 43,5 in ϕ . Die Übereinstimmung der Oktanzahlbestimmung zwischen und dem BV war in diesem Monat sehr gut. Der Flugdieselmotortreibstoff ist gegenüber dem Vormonat etwas schwerer geworden, was sich auf einige Eigenschaften sehr günstig ausgewirkt hat, insbesondere auf die Viskosität und auf die Cetanzahl. Stockpunkt und Flammpunkt waren unverändert innerhalb der verlangten Bedingungen.

II. Sonderuntersuchungen

1. Gas- und Gasoluntersuchungen

Außer den üblichen Spaltgasanalysen wurden mehrere Feintrennungen durchgeführt und die Gasolgehalte einiger Benzine bestimmt. Die Arbeiten über den Zusammenhang zwischen Kennziffer des Benzins, Dampfdruck und Gasolgehalt sind noch nicht beendet.

2. Benzin- und Dieselmotortreibstoffuntersuchungen

Bei der laufenden Überwachung der Versuchsböden der DVA wurden die zu erwartenden Ergebnisse gefunden. Bei der Überprüfung des Versanddieselmotortreibstoffes trat in Zusammenhang mit der HZ eine besondere Erscheinung auf. Es wurde beobachtet, daß trotz verhältnismäßig niedriger HZ die Korrosionstests ziemlich hoch lagen. Dagegen ergeben die filtrierten Proben bei fast gleicher HZ die üblichen niedrigen Korrosionstests. Die sofort aufgenommenen Versuche ergaben nunmehr, daß ein nachträglicher Wassereinsatz an den filtrierten Proben keine Erhöhung der Korrosionswerte erbrachte. Weitere Untersuchungen sind in Gange.

3. Paraffinuntersuchungen

Die von verschiedenen ausländischen Firmen übersandten Hartparaffinmuster, die von Lieferungen der Deutschen Gerasinindustrie herrührten, stellte sich aus Überwiegenden Teil als unverändertes 18-Hartwachs bzw. Kontaktparaffin heraus. Lediglich einige von der Firma Schütz gelieferte Proben waren anscheinend Rückstände aus der Selektivverlegung.

Weitere Paraffinuntersuchungen waren für verschiedene Versuchsarbeiten erforderlich, wobei eine große Zahl Vakuumdestillationen durchgeführt wurden.

Da von verschiedenen Seiten die Kupferempfindlichkeit von Hartparaffin benannt worden war, haben wir noch einmal einige Versuche auch dieser Richtung hin unternommen und dabei tatsächlich festgestellt, daß Kupfer bei Behandlung mit raff. Hartwachs

4630

bei Temperaturen von etwa 130° geschwärzt wird, während die gleiche Behandlung mit unraff. Hartparaffin und Kontaktparaffin keine Schwärzung hervorruft. Die Ursache für die Inhibitorwirkung von Kontaktparaffin und unraff. Hartwachs konnte noch nicht gefunden werden. Sie hängt jedenfalls weder mit den in dem unraff. Produkt vorhandenen Kontaktresten noch stark färbenden Kerosen zusammen. Da die leichte Färbung der ÖL etwas damit zu tun hat, wird zur Zeit geprüft, ob es sich vermeiden läßt, das man auch bei raff. Hartwachs die Schwärfärbung verhindern kann, wenn man es vor der Kupferbehandlung einige Stunden bei etwa 130° mit Luft bläst.

4. Schmieröluntersuchungen

Die laufenden Untersuchungen von Versuchölen für den Prüfstand wurden weitergeführt. Die Versuche aus verschiedenen Fremdölen unter Mischung von Synthesöl Wintermotorenöl bzw. Wintergetriebeöl zur 100% herzustellen, sind noch nicht beendet.

Von der Chemisch-Technischen Reichsanstalt ist ein Ringversuch gestartet worden zur Ermittlung der Genauigkeit von Messungen der Viskositätszahl mit verschiedenen Apparaten. Wir haben unsere Untersuchungen am Vogel-Ossag, Höppler-Präzisionsmodell und Höppler-Industriemodell durchgeführt und die Ergebnisse der ÖTR mitgeteilt.

II. Versuchsarbeiten

1. Raffination von Oxypetrol

Wie bereits erwähnt Raffination von Oxypetrol, d.h. der Destillationsrückstände bei der Luftoxydation von Paraffingatsch, konnte mit Chromschwefelsäure erfolgreich durchgeführt werden. Man erhielt aus dem Originalprodukt nach dreimaliger Oxydation ein gelbes Material mit einer KI von ca. 150 bis 160. Behandelt man das Oxypetrol vor der Oxydation mit überschüssiger Natronlauge und erhält dann wieder so, so kommt man mit zweimaliger Oxydation aus und erhält dabei sogar noch höhere Neutralisationszahlen, die in der Größenordnung von ca. 180 liegen. Durch die Verseifung werden wahrscheinlich esterartige Verbindungen aufgespalten, sodaß die einzelnen Bestandteile dadurch leichter oxydierbar werden. Besonders Oxypetrol hatte einen stark aromatischen Geruch und enthält tatsächlich auch etwa 5% Naphthalin. Es dürfte sich jedoch nicht um Verunreinigungen handeln, die bei den Versäuren heringekommen sind, da nur schwer anzunehmen ist, daß bei der Oxydation von Paraffingatsch bzw. bei der Destillation des Rohoxydats aromatische Verbindungen, speziell Naphthalin gebildet werden.

Die erhaltenen Säuren eignen sich in ausgezeichnetester Weise zur Herstellung flüssiger Emulsionen, besonders zur Herstellung von Bohrfetten. Weitere Untersuchungen hierüber sind noch im Gange.

2. Entchlorkung von Schmieröl aus Weichparaffin

a) Katalytische Entchlorkung

Im Grund der weiteren Versuche mit den erwähnten Kontaktmassen können folgende Feststellungen getroffen werden:

- 1) Eine Entchlorkungstemperatur von 190° ist zu hoch, da eine zu starke Spaltung eintritt. 150° ist wesentlich besser, um so mehr, da die Entchlorkung bei beiden Temperaturen fast gleich ist.
- 2) Erhöhung der Aufenthaltsdauer bewirkt starke Spaltung und schwache Polymerisation, allerdings auch bessere Entchlorkung. Wo die günstigsten Ergebnisse erzielt werden, muß immer durch besondere Versuche ermittelt werden.

47031

1) Eine gewisse Polymerisation hat sich bisher nie vermeiden lassen, da sie bei tieferen Temperaturen, die wegen geringerer Spaltung notwendig sind, in verkehrten Maße eintritt. Es ist aber auch anzunehmen, daß eine kleine Polymerisation nicht direkt schädlich ist, da die Polymerisate gute Polhöhen bei hohen Viskositäten besitzen.

Auf Grund einer Anweisung wurde versucht, die Entchlörung in flüssiger Phase unter Verdünnung mit hochsiedenden Substanzen und Stick als Katalysator durchzuführen. Die Verdünnung wurde sowohl mit Dieselöl, als auch mit Schwebbenin durchgeführt und die Entchlörung beim Siedepunkt vorgenommen. Das erhaltene olefinische Material war 1. nicht restlos entchlort und 2. außerordentlich stark polymerisiert. Es enthält 30 - 40 % über dem normalen Siedepunkt hinaus siedende Bestandteile.

b) Polymerisation der entchlorten Produkte

Die weiteren Versuche ergaben einige Bedingungen, die die entchlorten Produkte einhalten müssen, damit die Polymerisation gütliche Erg. brisss seitigt und zwar soll der Chlorgehalt im entchlorten Material nicht über 1,5 % liegen, da sonst die Asche in fertigen Öl zu hoch wird. Außerdem darf das entchlorte Material nicht mehr als 3 % Spaltprodukt enthalten, da sonst die Viskosität der Schmieröle zu niedrig wird. Polymerisation bei der Entchlörung ist so lange nicht schädlich, so lange keine besonders schwarz gefärbten teerigen Rückstände auftreten.

1. Paraffinoxidation

a) P.O.-Versuchsanlage

Die Produktion der P.O.-Versuchsanlage betrug im Oktober 1712 kg OP 3 aus 1675 kg Paraff. Hartwachs, entsprechend 91,3 %.

In Verner-Pfleiderer-Mischer in der Yokaanlage wurden nochmals 100 kg OP 3 mit 150 % KOH verseift, um daraus Einsatzmaterial zur Herstellung von OP 32 zu gewinnen.

In besonderen Arbeiten in der P.O.-Anlage wurden folgendes ausgeführt:

Montage eines V21-Rührrockners. Die Montage ist noch nicht beendet, da der von der Firma Kalbey gelieferte Rührer nicht richtig centrirt war. Der von der Firma Spelleken reparierte Nitrosventilator traf ein und wurde versuchsweise eingebaut. Es stellte sich dabei heraus, daß er noch immer undicht war, sodaß das Gehäuse nochmals abmontiert werden mußte, um in besonderer Weise abgedichtet zu werden.

Außer einigen kleineren Schwierigkeiten, wie undichten Leitungen und defekten Meßapparaten, traten keine besonderen Uebelstände auf.

Da die bisher durchgeführten Versuchsversuche ergeben hatten, daß das s.f.t. in Reaktionsgefäß eingebaute pilsartige Einleitungsrohr etwas schlechter wirkt, als das bisherige Ringrohr wurden keine weiteren Versuche damit durchgeführt. Optimstens Ende November soll das Pilsleitungsrohr durch ein weiteres vorbereitetes etwas anders aussehendes Einleitungsrohr ersetzt werden.

In der Aufgareinigung konnten pro Reaktionsgefäß im Mittel etwa

Die Stunden gefahren werden, ohne daß größere Mengen organischer Substanzen durchschlügen, d.h. es wurden in Mittel von jedem kg Mikrokugel m^3 Erdgas gereinigt. Die Regenierung wurde mit Heißluft und Dampf durchgeführt. Dabei stellte sich jedoch heraus, daß die Ventile sehr schlecht zu bedienen waren und außer dem Leucht waren. Es ist vorgesehen nach der ersten Laufzeit die Erdgasreinigung zu öffnen, um alle Rohrleitungen, Ventile und die Behälter genau zu untersuchen. Die beim Ausdampfen gewonnenen Paraffin- und Fettsäuremengen sind sorgfältig abgemessen worden und werden genauestens untersucht und gewogen, um einen Anhaltspunkt über die Menge m^3 Erdgas zu bekommen. Ein kleiner Versuch zur Ermittlung der in Erdgas zurückbleibenden organischen Substanzen ergab etwa $1,5 g/m^3$, entsprechend 1 bis 1,5 % der eingesetzten Paraffinmenge. Das ist doch so viel, daß die Erdgasreinigung absolut notwendig ist.

Gleichzeitig mit diesen Versuchen wurde auch das in den Kühlgefäßen sich ansammelnde Kondensat besonders aufgefangen, ausgewaschen und soll nach dem Trocknen genau gewogen und untersucht werden, um nochmals Aufschluß über die Zusammensetzung der Reaktionsprodukte zu erhalten.

2) Katalysatorversuche

Die schon seit längerer Zeit vorgesehene Oxydation des Unverselfbaren wurde begonnen, ergab aber bisher noch keine einwandfreien Ergebnisse, da in kleinen Versuch noch keine gleichmäßige Oxydation erreicht werden konnte. Es scheint aber so zu sein, als ob die Ausbeute mit der erreichte Oxydationsgrad sich nicht von den bei normalen Paraffinen zu erreichenden unterscheidet. In diesem Zusammenhang soll auch exakt die Fettsäuremenge bestimmt werden, die bei der Oxydation von Paraffin auftritt und zwar in der Form, daß eine bestimmte Paraffinmenge eingesetzt wird und later wieder das Unverselfbare bei der nächstfolgenden Charge mitverwandt wird. Die Herstellung von OP 32 läßt sich jetzt einwandfrei durchführen, sodaß darin gefehlt werden kann, eine etwas größere Extraktionsapparatur zu errichten. Der einzige Oberstand ist noch, daß die Farbe der erhaltenen Mineralöle noch etwas stark wechselt und zwar hängt das anscheinend mit den Trockenvorgang zusammen. Es wurde aber versucht, eine nachträgliche Raffination durchzuführen und zwar mit Nitrobenzol in Anwesenheit von Nitrosylschwefelsäure. Das scheint auch zu gehen, ohne daß eine wesentliche Erhöhung der NS und damit Verringerung der mittlere Molzahl eintritt.

Die Untersuchung von OP 32 durch Destillation der Methyl ester ergab, daß die niedrigste darin enthaltene Säure die C_{14} -Säure ist, daß im Kohlenwasserstoffbereich etwa 10 % vorliegen und daß die mittlere Molzahl nicht wie aus der Säuresahl zu berechnen bei 26, sondern bei $20,5$ liegt.

Wird man zur Herstellung von OP 32 verachteten hoch oxydierte Produkte ein, so findet man in Übereinstimmung mit unseren früheren Feststellungen, daß das mittlere Molgewicht bei Erhöhung der NS abfällt. Oxydiert beispielsweise nur bis zu einer NS von ca. 30, so bekommt man ein Oxidat, das etwa 25 % Fettsäuren enthält, deren NS etwa 110 ist, entsprechend einem mittleren Molgewicht von ca. $20,5$ und einem Erstarrungspunkt von 104° . Oxydiert man das Paraffin bis zu einer NS von 113, so bekommt man reine Fettsäuren mit einem mittleren Molgewicht von etwa 26.

Man kann die gleiche Abtrennungsmethode auch auf unsere Chromsäureoxydationsprodukte und auf Luftoxydationsprodukte, wie z.B. das I.G.-Yacka 7, anwenden. Aus den Rohoxydaten mit Chromsäure werden grundsätzlich die gleichen Fettsäuren aus erhalten wie sie aus OP 32 zu

Wissenschaftlich-Abteilung
Obersteuern-Museum

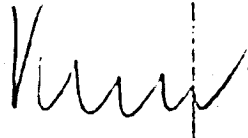
004633

erhalten sind, während die Fettsäuren aus dem I.G.-Wachs P sich durch eine besonders hohe Differenz zwischen EZ und VZ auszeichnen. Die Ester gehen also nicht wie es von der I.G. behauptet wird in den unverseifbaren Anteil.

Bei sämtlichen Abtrennungen muß aber die Verseifung mit Kalilauge oder Kaliumcarbonat durchgeführt werden. Natronlauge ergibt Produkte, die sich außerordentlich schlecht extrahieren lassen. In Kleinvermehrunge mußte beispielsweise 7-mal extrahiert und zwischen jeder Extraktion neu pulverisiert werden, um zu Fettsäuren der gleichen EZ zu kommen, wie sie mit Kalilauge bei einmaliger Extraktion zu erhalten sind.

Die Arbeiten über die Verwendung von OP 32 betrafen vorwiegend die Herstellung von Emulsionschmierölen und Abschmierfetten. Bei den Emulsionschmierölen wurde zunächst geprüft wie hoch verseift werden muß, um die günstigste Wirkung zu erzielen. Hierbei ergab sich ein deutliches Optimum bei einer 70 %igen Verseifung. Weiterhin konnte festgestellt werden, daß die Veränderung der V₂₀ des Schmieröls keine Veränderung der V₅₀ des Emulsionschmieröls bewirkt. Die Untersuchungen werden aber noch weiter geführt. Bei den Abschmierfetten wurden die von anderer Seite bereits gefundenen Fettstellungen bestätigt, d.h. es war mit einem 7 %igen Zusatz von OP 32 möglich, Fette mit Fließ- und Tropfpunkten in der Größenordnung von 150° zu gewinnen. Demgegenüber waren die mit 7 % I.G.-Wachs L hergestellten Abschmierfette etwas schlechter, da sie zwar gleiche Tropfpunkte, aber etwas niedrigere Fließpunkte aufweisen. Weitere Versuche hierüber sind ebenfalls im Gange.

Dr. W. Dir. Dr. Hagenmann
H. Dir. Alberts



Durchschnitt