

25. 8. 1942

004642

Sekretariat Hg.	
16.8.42	
1009	

Kern Prof. Dr. Martin

Wegh. Monatsbericht Juli 1942

### I. Betriebsuntersuchungen

Die Betriebsuntersuchungen wurden in der üblichen Weise durchgeführt. Besondere Schwierigkeiten traten nicht auf. Trotz einiger Schwankungen im Stockpunkt und NZ konnten stets die verlangten Eigenschaften eingehalten werden. Über die Cetanzahl des Sondersdieselmotorteststoff III (Flugdieselmotorteststoff) wird ein besonderer Bericht herausgegeben, da sämtliche Vergleichsuntersuchungen der Intar, des RLM und der Firma Junkers jetzt bei uns eingegangen sind. Die Oktanzahl des Versandbensins lag bei uns nicht genau ermittelbar, meist unter Eichbensin (4). Beim BV sind im Mittel 43,5 gefunden worden gegen eine Voraussage von 43 ± 2.

Infolge des Mangels an Arbeitskräften mußten die Betriebsproben etwas eingeschränkt werden, was nach Rücksprache mit den Betrieben an den Stellen durchgeführt wurde, wo es ohne Störung für die Produktion möglich war.

### II. Sonderuntersuchungen

#### 1. Gas- und Gasoluntersuchungen

Außer den üblichen Gasanalysen für die Dubbanlage und für die Schmierölfabrik und den Gasoluntersuchungen im Bensin wurde die Versuchsreihe über die Abhängigkeit des Dampfdruckes vom Butangehalt für verschiedene Bensin abgeschlossen. Der Bericht hierüber ist in Vorbereitung.

#### 2. Benzoluntersuchungen

Die laufende Überwachung der Produkte der DVA und der Versandprodukte wurde ohne Schwierigkeiten durchgeführt.

Über den Ringversuch der DVL sind die Auswertungen aus Berlin inzwischen eingegangen, die ergeben, daß unsere Zahlen im wesentlichen mit denen der anderen Prüfstellen übereinstimmen. Nur in einigen Punkten, speziell in der Bleibestimmung nach dem Sulfatverfahren, waren einige Unstimmigkeiten, die wir schon festgestellt hatten und, wie sich auch aus der Aussprache ergab, zum größten Teil mit der Analysemethode zusammenhängen.

#### 1. Dieselöluntersuchungen

Über den Vergleichversuch für die Cetanzahlbestimmung beim Flugdieselmotorteststoff ist oben bereits kurz berichtet. Die Übereinstimmung der einzelnen Prüfstellen ist nur zum Teil befriedigend. Die Einzelheiten müssen dem kommenden Bericht entnommen werden.

Bei unserem Dieselöl ist der Zusammenhang zwischen NZ und Korrosion immer noch nicht restlos klar, sodaß eine Versuchsreihe zur weiteren Überprüfung dieses Zusammenhangs begonnen wurde.

894443

### I. Paraffinuntersuchungen

Die Untersuchungen an den Produkten der Paraffinanlage und an Spezialprodukten wurden weitergeführt, worüber, sofern besonders bemerkenswerte Ergebnisse erzielt wurden, gesondert berichtet wird.

Die Selektivverlegung von Hartwachs zur Herstellung von Phlegmatisierungsmitteln ließ sich auch in der etwas größeren Apparatur ohne Schwierigkeiten durchführen, wobei auch die gleichen Produkte wie in kleinen Labormaßstab erhalten wurden. An Lösungsmitteln sind erforderlich  $C_6$ -Fraktion und Aceton bzw. Äthylalkohol.

Die Raffinationsversuche mit Mischparaffin wurden erneut aufgenommen und einige bemerkenswerte Ergebnisse erzielt. Während das unbehandelte, als Destillationsrückstand angefallene Hartparaffin a.B. schwer raffinierbar war und insbesondere mit Tonsilmengen von bis zu 25 % noch nicht rein weiß erhalten werden konnte, war es möglich durch eine Vorbehandlung, die mit sehr geringen Verlusten verbunden ist, die nachfolgende Tonsilbehandlung zu erleichtern. Die Vorbehandlung konnte a.B. mit 50 %iger Schwefelsäure vorgenommen werden. Über die Ergebnisse geht ein besonderer Bericht heraus.

Einige Untersuchungen über die Entflammbarkeit von paraffinetränkter Schlackenwolle zeigten, daß es außerordentlich schwierig ist, die in Betrieb beobachtete Entflammung in Labormaßstab zu reproduzieren. Fast den Laborergebnissen dürfte die Entzündung von paraffinetränkten Isolationsmaterial ohne Fremdzündung erst bei Temperaturen von oberhalb  $300^\circ$  eintreten. Ob bei den betrieblich festgestellten Entflammungen elektrische Entladungen eine Rolle spielen, kann nicht entschieden werden.

### II. Schmieröluntersuchungen

Neben einigen Chlorbestimmungen, Schwefelbestimmungen und den Untersuchungen an Versuchsölen des Prüfstandes wurden verschiedene Spezialuntersuchungen vorgenommen. In erster Linie handelt es sich um die Analysen der Kesselsöle. Die Ergebnisse sind in dem Bericht vom 18.7. zusammengestellt. Eine zweite Schleifölprobe, die von der Firma Kessch direkt übersandt wurde, ist zur Zeit noch in Arbeit. In der Welt ist zusammengefaßt in wesentlichen um Primärprodukte, die entweder in reiner Form verwendet werden wie in Reinigungsöl oder Zusätze von Mineralöl, wie in Automatenöl oder Paraffin, wie in Schleiföl, enthalten.

Mit dem Hauptlabor wurde ein Vergleichsversuch über die Genauigkeit der Messungen der Viskositätszahl durchgeführt, was sich zu etwa  $\pm 0,02 - 0,03$  nach unseren Messungen ergab.

### III. Versuchsarbeiten

#### 1. Herstellung von Schmieröl aus Weichparaffin

Bei den Entchlörungsversuchen mit verschiedenen Füllmaterialien wurde festgestellt, daß ein Einfluß des Füllmaterials auf die Entchlörung unverkennbar ist und zwar wirken gewisse Füllmaterialien, wie a.B. Stuttgarter Masse und Tonscherben rein entchlörend, während andere, wie a.B. Silikagel und anscheinend auch Bimsstein bereits opalbildende Eigenschaften haben, wenn unter gleichen Temperatur- und Durchflußbedingungen gearbeitet wird. Bei den nur entchlörend wirkenden Massen hat sich dann deutlich eine Polymerisation zu beobachten, die allerdings nur etwa halb so groß ist wie bei der statischen Entchlörung. Die Versuche werden fortgesetzt, um diese Reihe genau zu fixieren, damit dann darauf aufbauend eine weitere Verbesserung erzielt werden kann.

004644

**Fabrikchemie Alkylenglykoll  
Oberbunzlauer Werke**

Die Polymerisationsversuche mit den in verschiedener Weise gewonnenen Olefinen ergaben noch kein ganz klares Bild, da einigemal bei den Versuchsergebnissen ganz unerklärliche Schwankungen auftraten. Folgende Variationsmöglichkeiten für die Polymerisation sind bisher erkannt:

1. Erhöhung der Temperatur erhöht die VPH
2. Erhöhung der Aluminiumchloridmenge von beispielsweise 3 auf 5 % erhöht die n-Ausbeute und erniedrigt anscheinend die VPH.
3. Zusatz von Schwerbenzin bei der Polymerisation erniedrigt die VPH.
4. Zusatz von geringen Mengen aktivierten Aluminium zum Aluminiumchlorid bei der Polymerisation erhöht anscheinend die VPH gegenüber der Polymerisation mit reinem Aluminiumchlorid.

2. Paraffinoxidation

a) P.O.-Versuchsanlage

Da die durchlaufende Produktion infolge Mangels an Arbeitskräften nicht möglich war, wurde wieder der Einzelhargenbetrieb über Tag eingeführt. Im Juli wurden 675 kg Hartwachs mit 90,5 % Ausbeute oxidiert, sodaß daraus 610 kg OP 3 gewonnen wurden. In Rahmen verschiedener Versuche wurde Tafelparaffin in vermehrtem Umfang oxidiert und hierbei aus 1050 kg Tafelparaffin, 81 % Ausbeute, 853 kg OP 4 (mit hoher HZ) gewonnen. Außerdem wurden verschiedene Chargen OP 3 und OP 4, die teils aus Emulgator zurückgewonnen oder eine zu geringe HZ hatten, zum zweiten Mal oxidiert.

In neu errichteten Aluminiumgefäß wurden 1219 kg OP 3 zur Emulgatorherstellung eingesetzt und 1222 kg Fertigprodukt gewonnen.

Die Montage der Endgasreinigung ist praktisch bis auf einzelne von der Betriebskontrolle zu liefernde Teile beendet. Die Versuche werden so schnell wie möglich in Angriff genommen.

Einige Schwierigkeiten machten die Aluminiumleitungen, vor allem die Abgasleitung. Dazu waren seinerzeit alte Aluminiumrohre verwendet worden und die Leitungsverlegung selbst nicht mit der eigentlichen erforderlichen Sorgfalt durchgeführt worden. Außerdem nahm das Abgas trotz der Kühlung in den beiden Kühlgefäßen eine größere Menge Folgetemperatur mit, die sich in dem Leitungssystem absetzte. Es traten infolgedessen mehrfach Undichtigkeiten und Verstopfungen auf, die ein Auswechseln eines Teiles der Endgasleitung erforderlich machten.

Das Reaktionsgefäß und die Kühlgefäße haben bisher zu keinen Beanstandungen geführt. Die Veränderungen der Rührung und des Gasleitungs-systems werden zur Zeit laufend durchprobiert. Für das Auswaschen scheint sich das von Pfändler gelieferte emaillierte Gefäß gut zu bewähren. Es ist jetzt etwa 2 Monate in Betrieb und zeigt noch keinerlei Anfrassung, ebenso ist auch die Emaille noch an keiner Stelle abgesprungen. Das Aluminiumgefäß ist wahrscheinlich für die Emulgatorherstellung nicht geeignet, da das Alkali bei der Emulgatorherstellung, trotzdem in Summe stets sauer gearbeitet wird, zu stark angreift. Für diesen Teil der Apparatur dürfte V2a unersetzlich sein.

Mit Tafelparaffin wurden verschiedene Versuche durchgeführt und zwar vor allem, in wie weit die Versäuerung der Säuremenge eine

604675

Erklärung der Oxydationsanbeute bewirkt. Dies ist auch, wie frühere Versuche schon vermuten ließen, in gewissen Umfang der Fall. Im weiteren Versuch sollte klären, ob es möglich ist, durch Veränderung des Säuresatzes, und zwar Eintragung der Säure erst in einem späteren Zeitraum der Reaktion, die Anbeute bei der Oxydation weiter zu steigern. Das ist aber nicht der Fall. Vielmehr werden die Produkte, wenn man die Säure erst später einträgt, leicht unansehnlich, dunkel und so niedrig. Man muß also schon dabei bleiben mit dem Säureeintragen sofort zu beginnen. Bei der Emulgatorherstellung waren gewisse Schwierigkeiten zu überwinden, bis es möglich war, Produkte mit guten Emulgatoreigenschaften herzustellen. Ob diese Schwierigkeiten mit dem Gefäßmaterial zusammenhängen, wird zur Zeit noch geklärt. Insbesondere soll festgestellt werden, ob der Aluminiumgehalt (ca. 0,4 %), in den Emulgatoren beobachtet wurde, in irgend einer Beziehung zu den Emulgatoreigenschaften steht.

3) Laborarbeiten

Im Grund der Schwierigkeiten bei der Emulgatorherstellung in der 7,0%-Anlage wurden einige Versuche in Glasgefäßen mit Aluminium bzw. 12A-Mittlern durchgeführt, die aber nur zeigten, daß in Labor keine Unterschiede auftreten, da alle Emulgatoren gute Emulsionseigenschaften haben.

Die Abtrennung der unverseifbaren Anteile aus OP 3 geht jetzt gut. Die Verseifung läßt sich glatt durchführen und als Extraktionsmittel wird mit Erfolg Nektan verwendet. Die erhaltenen Fettsäuren haben folgende Daten:

SI	ca. 145
VI	ca. 160
Erst.Fkt.	92 <sup>6</sup>
C-Zahl	ca. 25-26

Auch ähnliche Extraktionen in der etwas größeren Apparatur mit Chargen von etwa 1,5 kg einwandfrei. Ebenso glatt ließ sich die Extraktion von verseiften OP 4 durchführen und daraus die reinen Fettsäuren herstellen, die eine C-Zahl von im Mittel 18 - 19 ergaben.

Im Versuch die Verseifung in etwas größeren Maße durchzuführen mit etwa 30 kg OP 3 wird in den nächsten Tagen begonnen. Als Mischapparat wird ein Verner Pfeleiderer-Mischer verwendet.

Nachdem die reinen Fettsäuren (bezeichnet als OP 32) in größeren Mengen zur Verfügung standen, wurden sofort die Versuche zur Weiterverarbeitung und zur Überprüfung ihrer speziellen Eigenschaften begonnen. Die Emulgatoreigenschaften der anverseiften reinen Fettsäuren sind sehr gut. Man kann nunmehr mit etwa 10 % Emulgator besorgen auf den Nachsatz sehr gute Emulsionen herstellen. Auch die Herstellung von Schrägpasten ist jetzt vereinfacht und zwar kann man OP 32 und Nektan in Verhältnis 1:5 anwenden. Die für die Papierleimung erforderlichen flüssigen Tafelparaffin-Emulsionen wurden auch hergestellt wobei OP 32 und Tafelparaffin in Verhältnis 1:4 eingesetzt wurden.

Die Veresterung von OP 32 ging glatt. Bisher wurden Ester mit Äthylalkohol und C<sub>10</sub>-Alkohol hergestellt. Weitere sind in Arbeit.

Auch die Reduktion der Fettsäuren zu Alkohol läßt sich anscheinend glatt durchführen. Die Arbeiten Alexander sind noch im Gange. Insbesondere müssen wir hier, da die Reduktion mit Natrium großstoch-

brw.

00464E

nisch etwas schwierig ist, weitere Methoden, vor allem im Auto-  
Klaren mit Wasserstoff unter Druck ausprobieren. Mit dem bisher  
hergestellten Alkohol ist es aber schon möglich gewesen, "alka-  
lifreie" Emulsionen herzustellen.

Die Arbeiten betreffen vorwiegend die Veresterung und Alkohol-  
herstellung. Später soll dann noch die Weiterverarbeitung der  
Alkohole, Sulfonierung usw. ins Auge gefasst werden.

Klein