

19. Februar 1942.

Geheim!

Empfang:	13.2.42
Lfd. Nr.:	260
Beantw.:	

Herrn Professor Martin
 Dr. Hagenann
 Dir. Alberts
 Dr. Hehe

Betrifft: Versuche über Verfestigung von Benzol.

Da ein granuliertes französisches Konkurrenzprodukt aufgetaucht war, bekam Herr Dr. Faure die Aufgabe, nach seinem Verfahren ein Granulat herzustellen.

Zu diesem Zwecke wurde der erste Ansatz folgendermaßen zusammengesetzt:

		Trockensubstanz.	H ₂ O
Poly-Benzol (0 - 200°)	1530 g	-	-
Dextrin	120	12	108
Mehl	80	3	77
Lein (Perl)	160	40	120
Zucker	9	9	-
Glycerin	18	-	-
Formaldehyd	20	-	-
Gesamt	1 937	64	305

Die gallertartige Masse bestand demnach aus:

- 79 % Benzol,
- 3,3 % fester Zusatzstoffe,
- 15,7 % H₂O,
- 2,0 % Glycerin + Formaldehyd,

bezogen auf das Benzol beträgt der Anteil an

festen Zusätzen	4,2 %	} 26,7 %
H ₂ O	20,9 %	
Glycerin u. Formaldehyd	2,5 %	

Diese Masse wurde in einer Porzellanschale 48 Std. stehen gelassen (Abbindung). Nachher wurde die Hälfte der Masse in den Rührer gelegt und in ca. 1,5 l Benzol verrührt.

Das Benzol wurde abgegossen und das verkleinerte Produkt auf großen Emailleschalen getrocknet. Der andere Teil wurde in würfelförmige Stücke geschnitten und zur Trocknung auch auf flache Schalen gelegt. Während der Trocknung bildete sich an der freien Oberfläche eine feste Membran, die das Innere des Blockes vor weiteren Eintrocknen sowie Verdunsten schützt. Daraus geht zweierlei hervor:

- 1.) Die Verdunstung oder der Benzolverlust wird so lange dauern, bis die freie Oberfläche vollkommen abgedeckt ist und
- 2.) die Größe der Benzolverluste ist proportional der Oberfläche der Formlinge.

Das Produkt des 1. Ansatzes hatte sich wohl mit einer dünnen Haut überzogen, blieb aber weich. Nach 7 Tagen betrug das Gewicht des Granulats 168 g, der Blöcke 546 g. Der größte Teil des Benzols war verfliegen. Dr. Fuardo gab als Grund die andere Konsistenz des Perl-Leimes an. Es wurde daher mit einer von ihm mitgebrachten Tafel Leim ein zweiter Ansatz angesetzt:

		Trockensubst.	H ₂ O
Poly-Bi.	1 440 g		
Dextrin	50	10,0	40
Mehl	41,5	3,0	38,5
Leim	220	72,6	147,4
Zucker	9	9	-
Formaldehyd	59	-	Formald. 59
Ansatz 2:	1 819,5 g	94,6 g	284,9 g

Diese Masse bestand demnach aus:

Benzol	79,2 %
Feste Zusätze	5,2 %
H ₂ O	12,4 %
Formaldehyd	3,2 %

Bezogen auf das Benzol betrug der Anteil an:

Festen Zusätzen	6,5 %	} 26,3 %
H ₂ O	15,7 %	
Formaldehyd	4,1 %	

Es wurde genau so behandelt wie Ansatz 1 und hatte ebenso nach 5 Tagen von 1 820 g bereits 1 114 g verloren.

Das von Herrn Dr. Traam gezeichnete Verdampfungskurvenblatt im Bericht vom 21.4.41 gibt bereits Aufschluß über das im ersten Augenblick etwas eigenartige Verhalten des Granulates oder der kleinen Würfel. Dieses Blatt zeigt die Verdunstungskurven von Blöcken in Größe $10 \times 7 \times 7 \text{ cm} = 180 \text{ cm}^2 = 490 \text{ cm}^3$ bei verschieden hohem Zusatz an festen Stoffen. Die Kurve III mit 4 % Feststoffen fällt von 150 g in 2 Tagen auf 120 g, das heißt pro cm^2 Oberfläche beträgt der Verlust 0,08 g. Bei der Annahme, daß die Granulen $\frac{1}{10}$ der linearen Abmessung des Blockes hätten, würde jede Granule bei $3,8 \text{ cm}^2$ Oberfläche $0,49 \text{ cm}^3$ Inhalt haben. Da, wie wir oben gesehen haben, durch 1 cm^2 Oberfläche 0,08 g verdunstet, würden durch ca. 4 cm^2 schon 0,32 g verdunstet; da $0,49 \text{ cm}^3$ Benzol von spez. Gewicht 0,7 etwa 0,35 g wiegen, so wäre also innerhalb von 2 Tagen das gesamte Benzol verdunstet. Da aber bei der Lagerung sich die einzelnen Granulen berühren, wird die freie Oberfläche in Wirklichkeit etwas kleiner werden. Dessen ungeachtet ist aus den Traam'schen Kurven zu ersehen, daß die Verluste bei kleinen Formen überaus hoch sind, und daß deswegen eine Lagerung von großoberflächigen Körpern nicht durchgeführt werden kann, abgesehen von der Herstellung, die auch kein einheitliches granuliertes Produkt ergeben hat. Die Lagerung wird nur in großen Blöcken möglich sein.

Es sollten nun die Verdampfungskurve und die Druckfestigkeit größerer Blöcke festgestellt werden. Zur Bestimmung der Druckfestigkeit wurde eine Apparatur gebaut, die kurz beschrieben werden soll. Sie bestand aus einem zylindrischen Gefäß von 200 mm l.W. und ca. 450 mm Höhe. Sie hatte einen schräg eingebauten Boden, damit das aus dem Block austretende Benzol besser abfließen kann. Gleich über dem Boden befand sich an der tiefsten Stelle ein Ablaufstutzen. Auf eine eingebaute Lochplatte oberhalb des schiefen Bodens wurde das verfestigte Benzol gelegt. Mit Hilfe eines Stempels, dessen Stab in der Mitte eine Tragplatte besaß und außerdem durch eine am oberen Ende des Gefäßes angebrachte Führung sich nicht verschieben konnte, wurde durch aufgelegte Bleiringe das Benzol gleichmäßig belastet. Jeder Bleiring entsprach einem Druck von 1 m gelagerten Festbenzol.

Nach der Zusammensetzung von Ansatz 2 wurde ein Block dieser Größe hergestellt und in einen passenden Aluminiumgefäß, das nur oben offen war, zwecks Abbindung der Mischung aufbewahrt. Nach 24 Std. hatte die Masse, die nur die obere Fläche des Zylinders der Luft ausgesetzt hatte, 40 g, nach 48 Std. weitere 10 g, abgenommen. Am selben Tage wurde diese Masse in die Druckapparatur gegeben und während einer Stunde mit 8 Bleiplatten à 19,5 kg belastet, das entspricht einer Lagerhöhe dieses Benzins von ca. 8 m. Während dieser Zeit trat kein Benzin aus dem Block. Er wurde anschließend ohne Al-Gefäß frei an der Luft (geschlossener Raum ca. 22 - 24°C) gelagert und nahm weiter an den laufenden Tagen um 42, 20, 13, 8 und 5 g ab, wurde dann noch einmal während 7 Tagen einer neuen Druckbelastung ausgesetzt, wobei wieder kein Tropfen Benzin aus dem Block herauskam. Die Abnahme des Gewichtes gestaltete sich folgendermaßen:

		1 671 g	Diff.-Verlust
Gesamtmasse		1 671 g	
Nach 1 Tag	} gelagert in Al-Gefäß	1 631 g	40 g
" 2 Tagen		1 621 g	10
1. Druckprobe (1 Stunde)		1 619 g	2
Herausnahme u. Lagern a. d. Luft		1 603 g	16 +
Nach dem 1. Tag		1 561 g	42
" " 2. "		1 541 g	20
" " 3. "		1 528 g	13
" " 4. "		1 520 g	8
" " 5. "		1 515 g	5
2. Druckprobe (7 Tage)		1 498 g	17 +
		<u>1 498 g</u>	
		Gesamtverlust	173 g

Dies entspricht ca. 10 % der gesamten Flüssigkeitsmenge, wobei zu beachten ist, daß bei der Druckprüfung durch das Herausnehmen und Hereingeben ein kleiner Verlust entstehen kann, der nicht auf das Konto Verdunstung geht (+). Aus den Verlusten beim Lagern an der Luft: 42, 20, 13, 8, 5 g ist zu ersehen, daß die Verdampfungskurve sehr schnell verflacht. Anders liegen die Verhältnisse bei dem französischen Konkurrenzprodukt, das, an die Luft gebracht, zuerst abnimmt, dann aber schon nach 2 1/2 Tagen eine vollkommene Gewichtskonstanz zeigt. Die Verdampfung in

3 Kugelehen sah so aus:		Verlust
Anfangsgewicht	0,3242	
Nach 18 Stunden	0,3080	5 %
" 65 "	0,3026	1,6 %
" 94 "	0,3025	-
" 163 "	0,3025	-

Die Siedeanalyse dieses Benzins (3 ccm mit Mikrokolonne) zeigte, daß es sich um einen Spezialschnitt eines Autobenzins handelte
Siedebeginn 78°.

15 % = 92°	60 % = 138°	Nachlauf: 2,5 %
30 % = 102°	75 % = 150°	Rückstd.: 10 %
45 % = 123°	80 % = 154°	Gasverl.: 7,5 %

Beim Abflammen der hellbraunen Kugelehen (Ø 0,6 - 0,8 cm) blieb 10,1 Gew.%, beim Kühlen 3,0 Gew.% Trockensubstanz zurück. Es handelt sich hier um ein Produkt auf ganz anderer Basis mit sicherlich stark abweichendem Herstellungsverfahren, wie das Äußere bereits vermuten läßt.

Zusammenfassung:

- 1.) Wegen der ungünstigen Verdunstungsverhältnisse bei dem Fuarde'schen Benzin ist eine Lagerung des Benzins in granulierter Form unmöglich.
- 2.) Die Lagerung muß in möglichst großen Klüften vor sich gehen.
- 3.) Die Druckfestigkeit erreicht eine Lagerhöhe von mindestens 8 m.

Heinrich Spiske