

Akten-Notiz 2168 - 30/4.03

(Nr. 142)

Betr.: SS-Oel Versuche in Op 198/Op. 94.
SS-Oel aus Athylen, das durch Dehydrierung von
Saargas-Athan gewonnen wurde.

4. Mitteilung

In der Aktennotiz Nr. 100 (Dr. Häuber-Dr. Hirschbeck v. 22. 10. 42) wurde erstmalig über die in Op 198/339 durchgeführten Versuche zur Herstellung von SS-Oel aus Athylen, das nach dem Häuber-Verfahren durch Dehydrierung von Saargas Athan erhalten war, berichtet (s. Aktennotiz Nr. 88, Dr. Häuber-Dr. Hirschbeck v. 29. 5. 42). Das Athylen war durch Nickellaugbehandlung von CO befreit und mittels CaCl_2 bzw. NaOH getrocknet worden.

Nachdem die für die geplante Oppauer SS-Oel Anlage durchgeführten Versuche zum Abschluß gekommen waren (s. Aktennotiz Nr. 125 vom 1. 6. 43/ Dr. Häuber) und Nr. 137 vom 15. 10. 43 (Dr. Bertram)) wurden die Versuche mit Häuber-Athylen wieder aufgenommen. Hierbei sollte festgestellt werden, wie weit die zur Feinreinigung des Athylens vorgesehene Behandlung durch M-Kohle, Athanolamin, Nickellaug und Silicagel zur Erzielung der geforderten Ölqualität notwendig sind.

Die Athylenherstellung erfolgte nach der an sich bekannten Arbeitsweise, wobei die Spaltung in feiner "Doppelschlange" aus FF30-Material durchgeführt wurde. Gleichzeitig wurde die Athanentschwefelung mit Athanolamin im Dauerbetrieb erprobt.

Gasseitig wurde bei den Versuchen vor allem der Gehalt des zu polymerisierenden Athylens an störenden Verunreinigungen überwacht. Die CO-Bestimmung erfolgte mit Hämoglobinlösung, die Wasserbestimmung durch Magnesiumnitrid als NH_3 , O_2 , CO_2 und NH_3 konnten im Athylen nicht festgestellt werden.

Die Polymerisation selbst wurden in der Weise durchgeführt, wie bereits in den genannten vorhergehenden Mitteilungen betrieben ist. Bei allen Versuchen wurden 200 g AlCl_3 und 1500 g Vorlauföl aus der SS-Oel Anlage in Leuna verwendet. Die Rohpolymerisate wurden wie üblich durch Abtrennung des AlCl_3 -Schlammes nach Kalkbehandlung, Abdestillieren des Vorlaufs bis $170^\circ\text{C}/1$ mm Hg und Raffination des Destillationsrückstandes mit Bleicherde aufgearbeitet. Bei der Ermittlung der Kennziffern von den Fertigölen ergaben mehrere Parallelbestimmungen durch das Analytische Labor Op gute Übereinstimmung mit den im eigenen Labor gefundenen Ergebnissen.

In den nun durchgeführten Versuchsreihen, bei denen wie früher besonders der Einfluß von Katalysatorzusätzen auf die Endprodukte untersucht wurde, gelang es bis auf wenige Ausnahmen immer, den Autoklav in etwa 6 Stunden vollzufahren. Die im einzelnen angewandten Bedingungen und erhaltenen Ergebnisse sind in der beigefügten Tabelle wieder als Durchschnittswerte gleicher Versuche zusammengestellt. Da die

X

Ausbeuten auch bei den Polymerisationen, die Ole mit unbefriedigenden Eigenschaften lieferten, durchweg hoch waren und mindestens 80-85 % des ungesättigten Kohlens betrugten, sind sie in der Tabelle nicht einzeln aufgeführt.

Bei den Polymerisationen der 1. Serie wurde das Äthylen nur durch M-Kohle und Athanol gereinigt und ohne Trocknung verwendet. Wie zu erwarten war, konnte die Folge von hohen CO- und Feuchtigkeitgehalts nur Ole mit unbedeutenden Eigenschaften erhalten werden. Alle Ole waren außerdem mehr oder weniger stark trübe. Ihr V.I. (ermittelt nach der Tabelle von Haag) betrug bei den Versuchen ohne Katalysatorzusatz durchschnittlich 103, konnte jedoch mit Al-Pulver auf 111 bis 113 gesteigert werden (Einzelheiten s. Tabelle).

Das in der 2. Versuchsserie verarbeitete Äthylen war weniger trübe durch M-Kohle, Waschung mit Nickelölzige und Silicogeltrocknung gereinigt. Die erhaltenen vollkommen klaren Fertigteile hatten im Durchschnitt einen V.I. von 112, der bei Anwesenheit von Al-Pulver bei den Folgerunnen auf 114-115 stieg, ohne dass Änderungen in Öl beobachtet werden konnten.

Bei weiteren Versuchen (Serie 3) sollte festgestellt werden, ob gleich gute Ergebnisse auch ohne Gasbehandlung mit Nickelölzige (nur Entfernung der CO) gewonnen werden können, was für die technische Herstellung von Katalysatoren von großer Bedeutung ist. Wohl in der hiermit polymerisierten Kohlen keine größeren Mengen von H₂O und CO wie in der 1. Serie festgestellt werden konnten, waren die Ergebnisse nicht ganz so gut wie dort. Der V.I. der mit AlCl₃ erhaltenen Ole betrug im Durchschnitt nur 103 gegenüber 112, erreichte jedoch bei Polymerisationen in Gegenwart von 1 % Al-Pulver den Wert von 114. Bei gleicher Dosis Zusatz von 20 g Styrolchlorid und 1 bzw. 2 % Al-Pulver ergaben sich V.I.-werte von 112 bzw. 109 gegenüber 111 (s. Tabelle). Danach scheinen also durch die Nickelölzige noch nicht-entfernbare schädliche Verunreinigungen zu wirken, können die Fertigteile auch bei geringen CO- und H₂O-Gehalten noch verunreinigen.

Schließlich wurden in der 4. Serie 4 Kohlen, die durch die M-Kohle durchgereinigt und immer bei betrachtenen Gas mit einem CO-Gehalt unter 10 % (essen Trest) abgetrennt wurden, geprüft. Hierin ergaben sich als beste Kohle die früheren Ergebnisse. Bei der Verwendung von 1 % Al-Pulver betrug der V.I. der Polymerisate durchschnittlich 112, bei 2 % Al-Pulver 114, bei 3 % Al-Pulver 115, bei 4 % Al-Pulver 116. Die Kohlen ergaben sich also als befriedigend für die Herstellung von Katalysatoren.

Bei weiter vorgeschrittenen Versuchen sollte vor allem noch untersucht werden, was die Eigenschaften der Ole sind, wenn das polymerisierte Äthylen praktisch frei von CO ist, aber gewisse Mengen an Ethylchlorid enthält. Es ist zu erwarten, dass ein solches Produkt es nicht zweckmäßig ist, das sich nicht weiter reinigen lässt, sondern schon, die durch nicht-entfernbare Kohlen-Verunreinigungen (Isopren, etc., Seresine o.ä.) hervorgerufen werden, durch Waschen, weniger gut als Äthylen befreit wird. Aus der Tabelle ist zu sehen, dass die Versuche jedoch vorerst nicht durchgeführt werden.

Zusammenfassung

Aus Äthylen, das durch Dekolorierung von Styrolchlorid gewonnen war, konnte bei genügend guter Reinigung CO-Ole hergestellt werden, die den zu den gestellten Anforderungen genügen. Das gelang besonders dann, wenn dieses Gas zur Entfernung des Geruchs enthalogen

geringen Mengen von CO mit Nickellaug gewaschen wurde. Auch ohne diese Behandlung ließen sich vor allem bei Anwesenheit von Al-Pulver bei der Polymerisation gute Öle gewinnen, deren Eigenschaften (V.I.) jedoch im allgemeinen nach den bisherigen Ergebnissen nicht so gut waren, als bei vorhergehender Behandlung des Äthylens mit Nickellaug.

~~Handzettel.~~

Verteiler:

Herrn Dir. Dr. Müller-Schäpadi
Herrn Dr. Wietzel, Or
Herrn Dr. Zorn, I na
Herrn Dr. G. Hofmann, Heydebreck
Herrn Dr. Häuber, Heydebreck
Herrn Dr. Hirschbeck, Heydebreck
Herrn Dr. Bertram, Oppau.

Anzahl d. Versuche	Gasreinigung				Gasanalyse		Al-Frucht % von 113	Butanolfrucht G	Viskosität 990 %	V. V.	Siedepunkt	Schmelzpunkt	Ergebnis
	M-Kohle	Methanolamin	Wickellauge	Silicagel	H ₂ O / cm ³	CO (%)							
3	+	+	-	-	740 - 940	0,13	-	-	5,01	100	- 33	220	
2	+	+	-	-	380	0,055	1	-	5,30	111	- 33	226	
2	+	+	-	-	820	0,13	2	-	4,28	112	- 32	221	
2	+	+	-	-	890 - 1620	0,13	20	20	4,50	94	- 29	209	
2	+	-	+	+	130 - 160	0,0065	-	-	4,58	112	- 41	201	
3	+	-	+	+	110 - 160	0,000	1	-	4,47	114	- 39	203	
2	+	-	+	+	160 - 190	0,018	2	-	6,58	116	- 36	210	
2	+	-	+	+	110	0,015	1	20	5,51	115	- 40	211	
2	+	-	+	+	90 - 110	0,018	2	20	5,94	115	- 32	209	
2	+	-	-	-	70 - 108	0,011	-	-	5,25	107	- 29	210	
4	+	-	-	-	90 - 110	0,011	1	-	5,94	111	- 32	210	
2	+	-	-	-	100 - 130	0,011	2	20	5,51	112	- 30	210	
3	+	-	-	-	80 - 130	0,011	2	20	5,53	109	- 31	221	
3	+	-	-	-	320 - 470	0,043	-	-	4,93	92	- 29	210	
3	+	-	-	-	280 - 410	0,032	1	-	5,51	92	- 32	215	
2	+	-	-	-	300 - 300	0,043	2	-	4,28	107	- 35	212	

1) 0 = keine Wirkung
 + = geringe Wirkung
 ++ = starke Wirkung