

Stand der Syntheseölversuche.

( 10.6.41 ).

Kleinversuche.

Hier werden die Leunaer Synolkontakte geprüft. Da sich in den kleinen Schaumplattenöfen keine scharf definierten Verhältnisse herstellen lassen, wurden hierzu die Rühröfen benutzt.

Im Rühröfen wurde mit zerriebenen Synolkontakt (im Sumpf von Leunaer Synolschweröl) bei  $195^{\circ}$ , was als unterste Arbeitstemperatur angegeben wird, nur eine ganz ungenügende Leistung erzielt. Die Temperatur wurde deshalb auf  $210^{\circ}$  heraufgenommen, wo die Leistung 0,15 bei nur kleinem Umsatz erhalten wurde. Bei dieser kleinen Leistung hätte lange gewartet werden müssen, bis der Sumpf durch Neubildung ersetzt worden wäre d.h. bis man lediglich durch Neubildung entstandenes Produkt erhalten hätte.<sup>1)</sup> Es wird deshalb jetzt die Kontaktkonzentration verstärkt und die Mahlfineinheit gesteigert um höhere Leistungen zu erzielen. Dann erst kann die wichtige Frage entschieden werden, ob das Produkt durch die Schaumfahrweise qualitativ geändert wird oder nicht.

Dagegen wurden im Gasumwälzofen mit stückigem Synolkontakt schon bei  $195^{\circ}$  gute Ergebnisse erzielt. Der Ofen läuft mit 3-4 mm Korngrösse seit 3 Wochen störungsfrei und hatte ursprünglich die Leistung 0,4, jetzt 0,5. Produkt wurde nach Leuna geschickt und auch hier untersucht. Ein Versuch mit einem Kontakt der Korngrösse ca 15 mm führte zu ganz ungenügenden Ergebnissen; ob dies eine Folge der gröbere Korngrösse oder einer weniger gut gelungenen Kontaktreduktion ist, kann zunächst nicht entschieden werden.

Ein kleinerer Umwälzofen mit unserem alten Eisenrotkontakt, der im grossen Ofen nicht widerstandsfähig genug war, läuft jetzt bei  $250^{\circ}$  und einer Leistung von 0,3 ununterbrochen 8 Monate.

Großversuche.

Der grosse Umwälzofen (Kammer 506) wurde mit neuem Sinterkontakt gefüllt, da der alte beim einseitigen Kaltfahren mit

1) Das Produkt wurde nach Oppau zur Untersuchung gegeben. Nach Leuna soll erst Produkt gesandt werden, wenn es einwandfrei ist. Bei zu kleiner Leistung verweilt das Produkt unverhältnismässig lange im Ofen.

Null-Wasserstoff, dessen Verschwefelung uns damals noch nicht bekannt war, vergiftet worden war. Beim Füllen wurde derjenige Ofenteil, in dem sich Ruß gebildet hatte, mit inertem Material gefüllt. Da der Oppauer Kompressorenbetrieb mit dem Verlegen der Anschlussleitung noch nicht fertig ist, wird wie früher für diesen Versuch das inerte reiche Abgas der Bütlyfabrik verwandt. Bei 17-18% Inertgas wird bei 320° eine Leistung von 0,8 bei 75 % Umsatz erreicht. Das ist als gute Leistung zu bezeichnen.

Beim 300 l - Rühr- Schaumofen ergaben sich eine Reihe technischer Probleme, zunächst die Betriebssicherheit der unten liegenden Stopfbüchse. Wir glauben, dass sie bei künftigen Konstruktionen vermieden werden muss, da ein kontakthaltiger Sumpf immer wieder Störungen bringen wird. Ferner scheint es notwendig zu sein, vom engen und hohen Ofen abzugehen. Der von oben zum Rührer sich ausbildende Gas-schlauch ist so eng, dass anscheinend kein genügender Zutritt von Frischgas zum Rührer möglich ist. Ein Gaseintritt beim Rührer selbst hat wieder andre Nachteile. Ein weites niedriges Reaktionsgefäß mit von oben eingeführtem Rührer entspräche der im Kleinversuch bewährten Form und dürfte sich nach unseren sonstigen Erfahrungen auch im Großen bewähren. Leider ist z.Zt. kein Techniker greifbar um solch einen Ofen zu zeichnen. Das erforderliche Ofengefäß ist vorhanden. Nur der Rührer wäre neu anzufertigen.

Abgesehen von der technischen Seite haben die Versuche im Rühr- ofen mit Eisenrot-Kontakt auch chemisch noch nicht befriedigt. Wir mussten immer noch mit dem mit schlechtem Wasserstoff reduzierten Kontakt fahren, da wir erst jetzt in Stand gesetzt sind grössere Kontaktmengen mit Elektrolytwasserstoff zu reduzieren.

Während sich in unserer Kleinapparatur der Kontakt beim Fahren sich größtenteils entgiftete, tat er dies im Großversuch trotz vorgelegtem Gasfilter und dauernd negativem Schwefelbefund nur in untergeordneter Weise. Auch der kleine parallel geschaltete Testofen läuft hier schlechter als in der Kleinapparatur. Wir haben nunmehr diese Öfen trotz des hohen Inertengehaltes an das Gas für den Ofen 506 mit angeschlossen um endlich wenigstens S-freies Gas zu haben.

Der 30 ltr.-Schaumplattenofen wurde mit einer Umlaufpumpe versehen, die den Sumpf oben abnimmt und unten einpumpt. Der Kontakt wird so dauernd mit hochgenommen. Auch hier zeigten sich Stopfbüchsen-schwierigkeiten. Es wurde festgestellt, dass das Ausgasen des Sumpfs im oberen Ofenteil nicht genügend erfolgt, wenn nicht beson-

dere Maßnahmen getroffen werden. Die Verhältnisse wurden an einem gleich grossen Glasmodell eingehend studiert und die gewonnenen Erkenntnisse verwertet. Ein automatischer Flüssigkeitsumlauf kommt trotz der Mammutwirkung der Gasblasen nicht zustande, weil der schwere Kontakt das Ingangkommen des automatischen Umlaufs verhindert. Erst wenn der Umlauf begonnen hat, läuft er von selber weiter.

Auch hier zeigte sich die gleiche Erscheinung wie im Rühröfen, dass der Kontakt sich nicht genügend entgiftete. Die Wirkung war zwar besser als dort, aber noch nicht genügend. Inzwischen haben wir neuen einwandfreien Kontakt hergestellt, der im Kleinen sehr gut arbeitet. Der Ofen wird jetzt damit gefüllt. Die früher benutzten sulfathaltigen Schaumsteine wurden durch sulfatfreie ersetzt.

gez. Michael