

Stand der Syntheseölversuche.

14.11.41.

Zurück  
Vorzimmer Dir. Dr. Pief

18

1) Die Alkoholfahrweise.

Die Alkoholfahrweise wurde von uns im Gasumwälz- und im Schaumofen jeweils mit einigen Litern Kontakt, den wir von Leuna bezogen, studiert. Es zeigten sich Diskrepanzen in der analytischen Bewertung der Produkte, die in der Verschiedenheit der angewandten Bestimmungsmethoden begründet waren. Um eine Einheitlichkeit mit Leuna in der Beurteilung der Produkte zu erzielen, übernahmen wir die Leunaer Methodik, deren Eigenart darin besteht, daß zunächst die im Produkt vorhandenen Säuren mit Lauge entfernt werden. Leuna will damit einen Verlust an Alkoholen durch Veresterung mit den vorhandenen Säuren, die nach Leunaer Angaben bei der Destillation eintritt, vermeiden. Tatsächlich weist man so mehr Alkohole nach, schon deshalb, weil die primär vorhandenen Ester verseift und so neue Alkohole frei werden.

Um eine einwandfreie Bestimmung der Alkohole nach der Leunaer Methode zu erhalten, sandten wir zwei Proben von uns mit Leunaer Kontakt hergestellter Synolprodukte nach Leuna, von denen das eine bei 195° in der Gasumwälzung, das andere bei 210° in der Schaumfahrweise hergestellt war. Verglichen soll damit ein in Leuna hergestelltes und ebendort analysiertes Synolprodukt werden.

Die hauptsächlichsten Daten sind:

Synolprodukt:

Herstellungsart Herstellungsort	Gasumwälzung Ludwigshafen	Schaumfahrweise Ludwigshafen	Röhrenofen Leuna
Benzin bis 200°	46,1 %	51,2 %	59,6 %
Mittelöl 200-350°	22,3 "	21,7 " 1)	21,4 "
Paraffin 350°	31,6 "	27,1 " 2)	19,0 "
Alkoholgehalt im Mittelöl	30,5 Gew.-%	14,5 Gew.-%	34,2 Gew.-%
derselbe bezogen auf Gesamtprodukt	6,8 "	3,2 "	7,3 "

1) Das Mittelöl bezieht sich hier auf die Fraktion 200-350°.  
2) Das Paraffin ist hier von 350° ab gerechnet.

Auch im Fall des in Leuna selbst hergestellten Produktes ist der Alkoholgehalt im Mittelöl nur 34 %, das sind 7,3 % des Gesamtproduktes, d.h. nur dieser geringe Anteil des Gesamtproduktes kommt für die Verarbeitung auf Textilhilfsmittel in Frage. Selbst wenn der Mittelölanteil günstiger ist, beispielsweise 50%, kommt man erst auf 10 % für Textilzwecke verwertbare Alkohole im Gesamtprodukt.

Dagegenüber liegt die Olefinfahrweise wesentlich günstiger. Bei 50 % Mittelölanteil befinden sich in diesem 60 % Olefine, das sind 18 % auf Gesamtprodukt bezogen. Berücksichtigt man, daß noch 20 - 25 % Paraffin vorhanden sind und daß sich daraus noch 70 % Mittelöl mit ebenfalls 70 % Olefinen durch Kracken erhalten läßt, so kommt man insgesamt auf 28 - 30 % verwertbare Olefine, bezogen auf Gesamtprodukt.

Angesichts dieser Sachlage und des Umstandes, daß sich neuerdings der größere Teil des Benzins durch Oxieren in für Lackzwecke brauchbare Alkohole verwandeln läßt (Dr. Schuster, Hauptlabor), haben wir bei unseren Versuchen die Schaumfahrweise ins Große zu übertragen der Olefinfahrweise den Vorzug gegeben.

## 2) Olefinfahrweise.

Die Olefinfahrweise unterscheidet sich bekanntlich von der Alkoholfahrweise in erster Linie dadurch, daß höhere Temperaturen, etwa 240° oder 250°, eingehalten werden. Sie läßt sich besonders vorteilhaft in Schaumöfen durchföhren.

Im Kleinen ist die Schaumerzeugung sowohl durch intensives Röhren als durch Hindurchpressen des Gases durch Schaumplatten mit Erfolg durchgeführt worden. Beim Übergang ins Große ergeben sich bei den Röhrofen sehr große Schwierigkeiten. Der arbeitende Katalysator besteht nämlich nicht nur aus metallischem Eisen, sondern auch aus Eisenoxyd und Eisenkarbid. Die letzteren besitzen bekanntlich eine große Härte, weshalb sie gewissenmaßen als Schleifmittel wirken. Dies zeigte sich in sehr unliebsamer Weise an der Einführung der Röhrerwelle in den Ofen, die durch eine Stopfbüchse am Ofenboden erfolgt. Hier traten immer schon nach Stunden Schleifwirkungen des Kontaktes auf, die bald zum Undichtwerden der Stopfbüchse und zum Auslaufen des Ofeninhaltes

fürten. Alle Abänderungen der Stopfbüchse konnten den Misstand nicht beheben.

Immerhin konnte während der kurzen Fahrperioden gesehen werden, daß eine Übertragung des Rührrohrs ins Große prinzipiell möglich ist.

Es bestand nun noch die Möglichkeit, die Rührerwelle von oben einzuführen und dadurch die Stopfbüchse in den Gasraum zu verlegen oder überhaupt ohne Stopfbüchse mit Maulwurfmotor zu arbeiten. Alle diese Konstruktionen erfordern aber eine fliegende Welle von beträchtlicher Länge. Angesichts der großen äußeren Schwierigkeiten während der Kriegszeit technische Neukonstruktionen zu entwickeln, wurden diese Arbeiten vorläufig zurückgestellt, da man ja im Schaumplattenofen die Möglichkeit hatte, ohne allzugroße Schwierigkeiten den Übergang ins Großtechnische zu machen. Wohl hat man auch hier eine Stopfbüchse im Sumpf zum Antrieb der den Sumpf unwälzenden Pumpe. Aber ihre Drehzahl ist gering und dieser grundlegende Unterschied machte sich schon bei den ersten Versuchen mit dem 25 Ltr - Ofen geltend, wo ohne weiteres eine mehrtägige Laufzeit erreicht wurde. Durch Verbesserungen an Pumpen und Stopfbüchsen wurden hier mehrwöchige Laufzeiten erreicht, ohne daß besondere Maßnahmen ergriffen wurden, den kontakthaltigen Sumpf von der Stopfbüchse abzusaugen, wie es bei dem z. Zt. im Einbau befindlichen 1,5 cbm - Ofen durch Anbringen einer Ölspülung an der Stopfbüchse vorgesehen ist.

25 Ltr. - Schaumplattenofen.

Er besitzt oben einen Ausgasungstopf, in dem der aufsteigende Sumpf sein Gas abgibt, um dann in den äußeren Umgang einzutreten, aus dem mittels einer Zahnrumppe der Sumpf wieder unten bei der Schaumplatte in den Ofen eingeführt wird. Der Sumpf soll in einigen, beispielsweise 3, Minuten einen Umlauf vollziehen, wodurch dem Absinken des Kontaktstaubes begegnet wird und gleichzeitig Gelegenheit vorhanden ist, die Reaktionswärme an einen im Umgang eingebauten Kühler abzugeben.

Der Ofen wurde mit einem aus Eisenrot hergestellten Kontakt viele Wochen bei 250° mit gutem Erfolg gefahren. Hierbei wurde mit 300 g Eisenkontakt im Liter Sumpf eine Leistung von 0,2 und darüber erhalten. Die Produktausammensetzung war folgende:

Benzin bis 200°	40 - 34 %
Mittelöl 200 - 350°	30 - 33 %
Paraffin >350°	ca. 25 %
Olefingehalt im Mittelöl	rund 60 %

Der mit dem überlaufenden Sumpf austretende Kontakt wurde von Zeit zu Zeit wieder in den Ofen zurückgepumpt.

Beim versuchsweisen Höherfahren des Ofens auf 310° zeigten sich Schwierigkeiten, den Kontakt im Sumpf zu halten (wahrscheinlich infolge zu geringer Viskosität des Sumpfes). Die Versuche werden fortgesetzt.

#### 300 Ltr. - Schaumplattenofen.

Dieser wurde erst als Rührföfen betrieben und dann wegen der oben geschilderten Schwierigkeiten in einen Schaumplattenofen umgebaut. Er wurde, da keine Pumpe vorhanden war, ohne eine solche allein durch die Marmutpumpenwirkung des Schaumes in Umwälzung gehalten. Das Ausgangsrohr ist zentral in den Ofen hineingestellt. Da nicht genügend Kontakt vorhanden war, wurde er mit etwa der halben Kontaktladung gefahren. Der Sumpf lief um, war aber bei Störung der Gaszufuhr nicht in Gang zu halten, da der Kontakt absank und die Wiederingangsetzung der Umwälzung verhinderte. Die Leistung entsprach der geringeren Kontaktmenge.

Der Ofen ist z.Zt. im Ausbau und soll in Kammer 304 aufgestellt werden, da an seine bisherige Stelle der inzwischen fertiggewordene

#### 1,5 cbm - Schaumplattenofen

treten soll. Von diesem wird eine tägliche Leistung von 300 - 400 kg Produkt erwartet, mit dem dann auch schon größere

Versuche zur Weiterverarbeitung von verschiedenen Fertigpro-  
dukten wie Alkylsulfonate, Seife, <sup>2</sup>Öderöle und Lack-Alkohole  
gemacht werden können. Die Inbetriebsetzung wird in 3 Wochen  
erwartet.

gez. Michael