

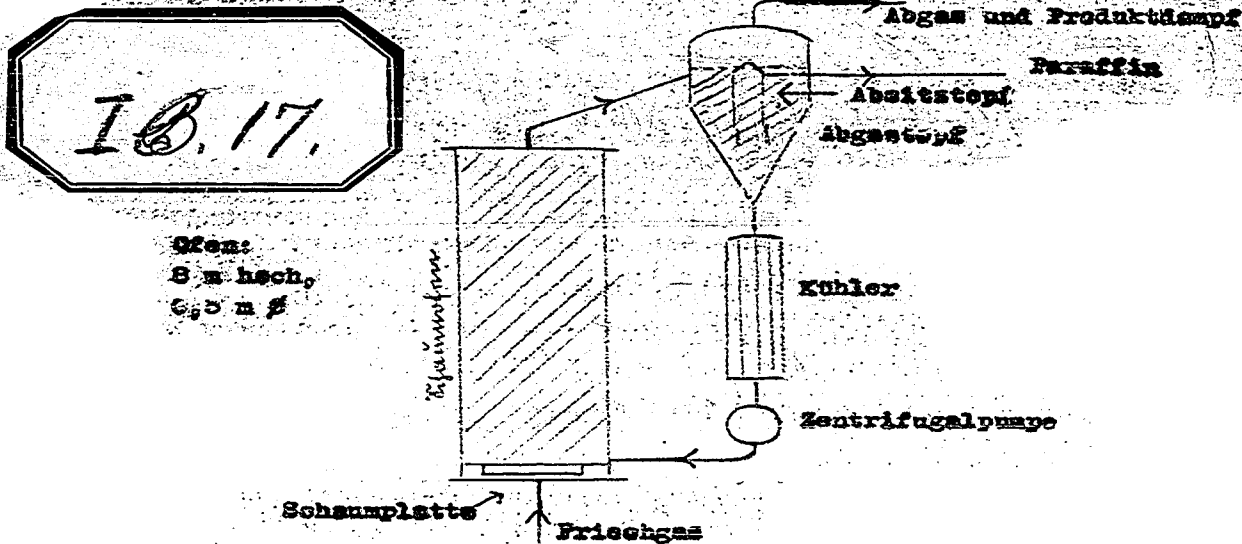
Nachdruckversuche

Zurück an
Vorzimmer-Dir. Dr. Pier
2. April 1942. H/Ls.

Stand der Synthesölversuche.

Sl. 3.42.

Über den Fahrversuch mit dem 1 1/2 ohm-Schmelzofen lässt sich nach etwa 8 Wochen Fahrzeit folgendes sagen:
Das fahren in Grossen macht keinerlei technische Schwierigkeiten mehr. Die Fragen, die n.Zt. noch offenstehen, sind solche zweiter Ordnung.



Schwierigkeiten in der Apparatur waren anfänglich nur bei der Feuersteinführung vorhanden, weil hier der im Stumpf schwebende Kontaktstaub zu Aufregungen an der Welle und zur Verstopfung des Stahnschalters führte. Durch Einlegen des von der Stahnschaltersseite her dem Stumpf entgegengedrückt wird, wurde dieser Uebelstand restlos beseitigt. In Tag werden 20 kg Mittelöl der eigenen Produktion heringedrückt.

Durch Anschluss horizontaler oder schwachgeneigter Flächen in Ofenkreislauf wurde das Absetzen des Kontakts vermieden.

Ein Umlauf vollzieht sich in etwa 3 Minuten. Der Umlaufzeit ist so, dass der Kontakt im Ofen mit hochgenommen wird. Ein Abregeln des Kontakts - Kerngröße 1-5 mm - wird so vermieden.

Der Absetztopf dient dazu, Paraffin, das infolge Verwehruung des Stumpfes überläuft, vom Kontakt durch Absitzen des letzteren zu trennen.

In Kühler wird die Reaktionswärme an Wasser abgegeben, das Dampf von 20 at liefert.

20.129 N

Schaumplatte.

Als Schaumplatte wurde erst eine aus Quarzsplinter mit Glasver-
kittung hergestellte Platte von 0,1 mm Porosität von 55 cm μ be-
nutzt. Die Platte versprang, da sie den auftretenden thermischen
Spannungen nicht gewachsen war. Um die Temperaturunterschiede im
Schaumstein zu vermindern, wurde das Frischgas vorgewärmt und der
Stein durch ein oben und unten sitzendes angeschliffenes Eisengitter
verstärkt. Es ging nun besser, aber auch dieser Stein zeigte nach
dem Ausbau einen Sprung.

Es wurde nun an Chamottesteinen übergegangen, die gegenüber
Wärmespannungen wenig empfindlich sind. Der Stein mit 0,2 mm Porosi-
tät hatte eine sehr gute Offenleistung bewirkt. Es waren jedoch
fast 5 at nötig, um das Gas hindurchzubringen. Es wurde deshalb eine
Chamotteplatte von 0,2 mm Porosität genommen. Der Druckverlust
ging jetzt auf 1 at zurück, der zudem noch zum größeren Teile auf
Behebung des hydrostatischen Drucks der Sumpfkäule ging. Leider
zeigte sich infolge des vergrößerten Schaums ein Rückgang der Lei-
stung um etwa $\frac{1}{4}$, sodass jetzt eine Platte mit darunterliegenden
der Porosität, nämlich etwa 0,15 mm, in Auftrag gegeben ist. Sollte
es dennoch nötig sein, so der Porosität von 0,1 mm zurückzu-
kehren, so lässt sich der Druckverlust durch Vergrößern der Plat-
tenoberfläche, unter Beachtung durch Verwenden von Schaumkerzen, her-
abmindern.

Einfluss der Gaseinheit und des Kontakts.

Das von uns verwendete und mit 60 auf μ : $E_p = 55 : 45$
gestellte Butylfrischgas genügte bis vor 2 - 3 Wochen hinsichtlich
seines S-Gehalts den Anforderungen. Er lag um 2 mg S pro cbm. Neu-
erdings stieg der Gehalt an organischen S stark an, auf 5 bis 8 mg,
ja sogar auf 8 mg. Da wir keine S-Reinigung mehr vor dem Ofen lie-
gen haben, machte sich die nun einsetzende Verschweißung des Kon-
takts immer stärker bemerkbar und führte zu einem Rückgang der Lei-
stung auf die Hälfte und weniger.

Es wurde sofort mit vorhandenen Apparaten eine S-Reinigung
in Bau genommen, die demnächst fertig wird.

Auf dem Ofen wird noch in dieser Woche der Kontakt zwecks Re-
generation herausgenommen, abgeschleudert, im Gas Luft abgeräumt,
das Gyd mit Alkali angeteigt, getrocknet, reduziert und abschließend
das reduzierte Fein verteilte Eisen wieder mit Mittelöl zum
Einpuspen in den Ofen verpackt. Diese Regeneration des verschweiß-
ten Kontakts hat in Kleinen stets zu vollen Erfolg geführt. Es wird
sich nun zeigen, ob dies auch in Grossen gilt.

In der letzten Zeit zeigte der Ofen noch eine andere Erschei-
nung, nämlich einen Rückgang des Paraffinanfalls bis auf einen klei-
nen Rest unter gleichzeitigem Anwachsen des Benzolanteils auf mehr
als 60 %. Wir wissen noch nicht, ob dies von der Verschweißung
kommt oder etwa von einem durch die Fettsäuren des Sumpfs verursach-
ten Heranrücken des Alkalis, dessen Gegenwart erwiesenermaßen zur
Bildung grösserer Kohlenwasserstoffmoleküle führt, und einem Heran-
wärters des fettsäuren Alkalis durch den Überlauf aus dem Ofen. Die
gleiche Erscheinung haben wir an einem kleineren Ofen noch nicht mit
derselben Deutlichkeit wahrgenommen. Versuche zur Klärung der Sache

1) ein Parallelversuch im 30 ltr.-Ofen führte zu einem gleichlauten-
den Ergebnis.

lage sind in Gang.

Ofenleistung und Produktqualität.

Der grosse Ofen wurde erst bei 250° und dann bei 270° gefahren. Die Leistung betrug

	mit feinporigem Stein bei 250°	mit grobporigem Stein bei 250°	bei 270°
Leistung (feste u. flüss. Prod. + Gasöl)	550 kg	450 kg	550 kg
" (in kg Prod. pro Ltr. Ofenraum und Tag)	0,37	0,3	0,37
Gas-Umsatz	80-82 %	70-75 %	ca. 75 %

Frühere Versuche hatten gezeigt, dass das bei 280° hergestellte Mittelöl sich vollständiger in Sulfonate und Schmieröle verwandeln lässt als das bei 250° hergestellte. Wir fuhren erst bei 250°, weil wir glauben, dass dieses Produkt mehr gerade Ketten hat als das bei 280° erzeugte. Später fuhren wir dann langsam auf 270° vor, blieben aber hier stehen, weil wir, wie oben beschrieben, wegen des größeren Schaumsteins keinen maximalen Umsatz erreichen konnten und infolgedessen vom Sumpf mehr überdestillierte, als erzeugt wurde. Ein Rückflusskühler, um dies zu verhindern, ist bei der derzeitigen Apparatur noch nicht eingebaut. Bei 280° wäre der Sumpfverlust schon zu gross gewesen und hätte täglich ergänzt werden müssen.

Die Produktzusammensetzung war folgende:

	bei 250°	bei 270°
Benzin bis 200°	47 %	60 %
Mittelöl 200-350°	30 "	28 "
Paraffin > 350°	23 "	12 "
	100 %	100 %

Dazu kommen noch 5 % wasserlösliche Alkohole und 5 - 10 % Gasöl (80 % Olefine) in beiden Fällen.

Die Prüfung des bei 250° erzeugten Mittelöls durch Herrn Dr. Haussmann führte zu einer überraschenden Feststellung: Neben der Bildung von Sulfonaten mit Schwefelsäure entstanden durch Olefinpolymerisation bzw. Alkylierung hochsiedende Produkte. Herr Dr. Haussmann glaubt, dass dies von Olefinen mit einem tertiären C-Atom an der Doppelbindung herrührt. Er entwickelte mit verdünnter Schwefelsäure eine neue Trennmethode für Mittelöls, die zur Bildung von 3 Schichten führt. Die obere enthält die Olefine mit "normaler" Doppelbindung und die gesättigten Kohlenwasserstoffe, die mittlere die Olefine mit tertiärem C an der Doppelbindung und die sauerstoffhaltigen Verbindungen, die untere enthält die Schwefelsäure. Die obere Schicht wird zum Sulfieren verwandt, die mittlere Schicht, die in der Hauptsache Alkohole enthält, kann zum Oxidieren benutzt werden, wobei wegen des Fehlens von gesättigten Kohlenwasserstoffen keine Destillation mehr nötig ist. Über die Qualität der so erhaltenen Produkte kann im Augenblick noch nichts ausgesagt werden.

Später werden auch die bei 270° und 280° hergestellten Produkte auf ihre Eignung geprüft werden.

gez. Michael.