



Von Prof. Dr. H a r t n i l

Beitr. Monatsbericht Februar 1944

I. Betriebsuntersuchungen

Die Betriebsuntersuchungen wurden in der üblichen Weise durchgeführt. Besondere Schwierigkeiten traten nicht auf. Die Versandprodukte hatten die verlangten Werte.

II. Laboruntersuchungen

1. Gas- und Gasoluntersuchungen

Das Interferometer wurde laufend zur Untersuchung der Beladefähigkeit von Aktivkohle eingesetzt. Dabei wurden einerseits  $O_2$  und  $CO_2$ -Beladungen an Kohlen der Aktivkohle-Anlage II durchgeführt, die auch Vergleiche zwischen einzelnen Kohlenarten gezogen. Die Arbeiten sind im wesentlichen abgeschlossen. Berichte hierüber sind in Vorbereitung.

Zur Überprüfung der Änderungen in der Zusammensetzung des Wassergases, die sich beim Durchgang durch die Feinreinigung ergeben, wurden Gasanalysen durchgeführt am Staurend 01A vor der Feinreinigung und am Staurend 01B nach der Feinreinigung. Durch Konvertierung und Verbrennung des Feuerstoffs tritt eine geringe Änderung in der Zusammensetzung auf und zwar fällt der Aktivkohlegehalt um ca. 0,1% ab und die Dichte ändert sich in der Größenordnung von unter 0,2%. Trotz dieser sehr geringen Abweichung soll ab sofort für die Auswertung der Betriebskontrolle die Analyse am Staurend 01B zugrunde gelegt werden.

Die theoretischen Ausbeuten auf Grund der Dekadenproben ergaben für Februar folgende Werte:

Drucksynthese: 145,9 g flüss. Produkte + 16,6 g Gasol/m<sup>3</sup> Nutgas  
Kocalsynthese: 127,9 g + 19,4 g

2. Reinigung von Gasen

Bei weiteren Schwefeluntersuchungen in feingereinigtem Wassergas wurde gefunden, daß in der Balltappatur etwa 20% Schwefelorganischen Schwefels nicht festgestellt werden. Absolut genommen ist allerdings diese Menge gegenüber 5% in grob gereinigtem Wassergas wesentlich kleiner. Weitere Untersuchungen sind noch in Vorbereitung.

In Wassergas hinter dem Gasometer wurden mehrfach Ammoniakbestimmungen durchgeführt. Bei denen bisher ein Ammoniakgehalt von 170 - 180 mg/m<sup>3</sup> ermittelt wurde. Weitere Untersuchungen müssen allerdings diese Zahlen noch bestätigen.

Bei älteren Untersuchungen der Alkalilauge wurde gefunden, daß in der angesäuerten Lauge soviel Luft enthalten ist, daß sie auf die absorbierte Kohlenmenge bezogen in der Größenordnung von 0,1% liegt. Da diese Lauge noch der Pumpe gezogen wurde, sind weitere Untersuchungen vorbereitet, um festzustellen, ob vielleicht die angesaugte Lauge in der Pumpe Luft ansaugt.

3. Benzol- und Dieselpluntersuchungen

Nach Abschluß der Ringversuche der Synthesewerke wurde noch ein

00157

weiterer eigener Versuch angesetzt, um die Abhängigkeit der Oktanzahl von der Peroxybildung erneut zu bestimmen. Es zeigte sich wieder, daß in peroxydangereicherten Benzin die Oktanzahlen außerordentlich schwer zu bestimmen sind und die Streuungen offenbar wesentlich größer sind als in peroxydfreiem Benzin.

Des Weiteren beabsichtigt, die von mir aufgestellte Kurve, welche die Abhängigkeit der Cetanzahl bei Synthesedieselkraftstoffen wiedergibt, in seinen Untersuchungsverfahren zu veröffentlichen, werden neue Versuche angesetzt, um diese Kurve möglichst exakt festzulegen. Dabei ergeben sich gewisse Differenzen gegenüber früher, die anscheinend nicht durch die Änderungen der Methode als Hauptverursacher erklärt werden können. Weitere Versuchsreihen mit olefinischen Dieselölen sind beabsichtigt, da es sich dabei um eine Oligomerisierung früherer Dieselöle die beobachteten Unterschiede erklären können.

4. Die der STA wurden insgesamt 7 Proben untersucht.

Bei der Prüfung des Fettsäuregehaltes im Gessöl wurde eine größere Menge in Laboratorium mit Natronlauge behandelt und in der Lauge die Fettsäure bestimmt. Es wurde gefunden, daß man aus der Menge des Gessöl vor und nach der Laugung die gewinnbaren Fettsäuremengen genau berechnen kann. Größere Verluste durch wasserlösliche Seifen treten nicht auf.

Für die Betriebskontrolle wurden Proben von rohem AK-Benzin (bei Kesselsöl bestimmt) außerdem wurde der Quecksilbergehalt im Benzol ermittelt, wobei gefunden wurde, daß eine gewisse Grenze an Mischungsverhältnis vorhanden ist, sodaß man die der Kennziffer des rohen AK-Benzins etwa den Quecksilbergehalt vorherüberschauen kann.

4. Paraffinanlagen

In der Paraffinabteilung werden außer den üblichen Untersuchungen der Produkte aus der Paraffinanlage verschiedene Versuchsreihen weitergeführt.

a) Veränderung der Eigenschaften von Paraffin durch Destillation

Bei der nochmaligen Kontrolle der bisherigen Ergebnisse, wobei die Destillation im Vakuum nur bis etwa 500 Grad Celsius erfolgte, ergab sich wieder, daß bereits bei dieser Temperatur eine geringe Vermehrung der Weichwachsteile eingetreten ist. Weitere Untersuchungen nach dieser Richtung betreffen jetzt zunächst die Frage, ob durch die Betriebsdestillation bereits eine Veränderung in den Eigenschaften des Hartparaffins eintritt.

b) Untersuchung der Eigenschaften von Extraktionsparaffin

Nachdem durch eine weitere Destillation alle Anteile von Primärparaffin, die aus dem Lösungsmittel extrahiert werden können, entfernt worden sind, wurden die Anteile oberhalb 380°, die das reine Extraktionsparaffin darstellen, selektiv und destillativ aufgetrennt. Dabei wurde gefunden, daß die Anteile an Weichwachs erheblich wesentlich höher sind als entsprechend geschlittene Primärparaffine und vor allem die Schweranteile sehr viel kleiner sind. Außerdem wurden typische Differenzen in der Zusammensetzung zwischen den beiden Öfen 141 und 142 gefunden. Die Untersuchungen werden aber noch fortgesetzt.

c) Untersuchung über die Zusammensetzung von Tefelparaffin

Bei einer Aufstellung unseres normalen Tefelparaffins mit Kesselsölen zeigte sich, daß es kein besonders einheitliches Produkt

904571

hergestellt, sondern neben 30 % Paraffin mit einem Schmelzpunkt von 41° etwa 30 % Paraffin mit einem Schmelzpunkt von 57° enthält. Normalerweise wird von Tafelparaffin ein sehr viel engeres Schmelzintervall verlangt.

3. Untersuchungen

Die Untersuchungen für den Prüfstand wurden fortgesetzt. Ebenso sind die vergleichenden Hartasphaltbestimmungen weitergeführt worden. Die Versuchereihe ist noch nicht abgeschlossen, da noch weitere künstlich und natürlich gegerbte Öle untersucht werden müssen.

4. Verschiedene Untersuchungen

Über die Untersuchungen der Korrosionen an den Gasrohrkorn in der II-Anlage ist ein erster Bericht über die Eigenschaften der verschiedenen Paraffinkondensate herausgegangen. Im Prinzip wurde gefunden, daß die Paraffinkondensate fast ausnahmslos sehr niedrige  $p_n$ -Werte bis 5,5 aufweisen, wahrscheinlich hervorgerufen durch gelbste Kohlenhydrate bzw. geringe Spuren von Fettsäuren aus der Synthese. Wie weit diese niedrigen  $p_n$ -Werte die Ursache von Korrosionen sein können, wird zur Zeit durch Korrosionsversuche im Betrieb geprüft.

Über die Entfernung der Verkrustungen an den Kühlern der Gasverdichter ist inzwischen ein abschließender Bericht herausgegangen mit einigen Vorschlägen, wie zweckmäßigerweise diese Verkrustungen entfernt werden können.

III. Teilschwerarbeiten

Herstellung von Schmieröl aus Weichparaffin über Chlorierung und Fenchlorierung

Die Untersuchungen gehen in der besprochenen Richtung weiter. Über die Ergebnisse wird erst im nächsten Monat wieder in einzelnen Berichten berichtet.

1. Herstellung von Getriebeölen mit hohem Tropfpunkt

Die Untersuchung der von der Firma Galypsol gelieferten Fette ergab recht interessante Ergebnisse. Sie zeigte vor allem, daß bei der Wahl der Fettsäuren als auch in der Art des Öles prinzipielle Unterschiede zwischen der Friedensqualität und der jetzt gelieferten Qualität bestehen. Während in der Friedensqualität etwa 15 % Fettsäuren mit einer  $M_n/M_1$  in der Größenordnung von 190 vorhanden sind, sind mit Schmelzpunkten in der Größenordnung von 140 - 150, evtl. vermischt mit etwas Mengenstare zeigen die Säuren bei der Kriegsqualität wesentlich niedrigere Schmelzpunkte. Anscheinend sind hierbei a.T. Harzsäuren beteiligt worden. Weiterhin wurde gefunden, daß tatsächlich die sich im Betrieb schlecht verhaltenden Fette vollständig benzinslöslich waren, was natürlich die Betriebsergebnisse durchaus bestätigt. Weitere Untersuchungen hierüber sind noch in Vorbereitung und werden dann geschlossen in Berichtsform herausgegeben.

2. Paraffinoxydation

a) 7,8-Verbindungsanlage

Die Produktion der Versuchsanlage betrug im Februar 1944 2680 kg OP 3 aus 2925 kg Hartparaffin, entsprechend einer Durchschnittsausbeute von 91,6 %, außerdem wurden 277 kg OP 1 und 100 kg OP 4 durch Nachoxydation auf etwas höhere Säurezahl gebracht. Die Anlage hatte 26 Betriebsstage Stillstand infolge eigener Reparaturen war nicht notwendig. Dagegen trat 3 Tage Ausfall infolge Stillstand im Säurebetrieb ein. Eine Ausbeute ist gegenüber dem Vormonat wieder etwas abgefallen, weil im Laufe einer Versuchsserie wieder mit etwas höheren Temperatu-

101572

ren gefahren worden war, die bekanntlich einen Abfall der Ausbeute verursachen.

Der Behälter 1 der Indgasreiniung ist entleert worden, da der Widerstand zu hoch war. Das Sillkangel wurde zunächst gestapelt und die frühere Charge 1, die noch 500 Betriebsstunden herein einfallen gesiebt worden war und in Trommeln zur Verfügung stand, in den Behälter 1 wieder eingefüllt. Bisher sind damit 840 Betriebsstunden erreicht worden. Im Behälter 2 ist eine Charge 1 eingefüllt, die bis Februar einschließlich 580 Betriebsstunden hat.

Größere Störungen sind sonst nicht aufgetreten. Zweimal trat eine Überschreitung des Reaktors ein, was aber durch die etwas hohen Temperaturen und die noch nicht genügende Hinarbeitung der Osterbeiter erklärt werden kann. Bei einer entsprechenden automatischen Regelung der Großanlage dürften sich derartige Störungen vollständig beseitigen lassen.

1) Laborversuche

Nachdem die Versuchsreihe in dem Rührreaktor mit 14 Liter Inhalt und 4 - 6 kg Paraffinester in wesentlichen abgeschlossen war, da die optimalen Versuchsbedingungen gefunden waren, wurde ein Kesselreaktor mit etwa gleichen Inhalt, in dem über die Kinfüllhöhe im Vergleich zum Durchmesser wesentlich kleiner war als in dem Rührreaktor, in Betrieb genommen. Bisher durchgeführte Versuche zeigen, daß der Oxydationsgrad offenbar von der Behälterform unabhängig ist, da unter ähnlichen Betriebsbedingungen die gleichen Säuresahlen in beiden Fällen erreicht werden.

Auf Anforderung des Patentamtes wurde für unsere Anmeldung über die Oxydation von Mischölen, wobei zur Beschleunigung Peroxyde zugesetzt werden, nochmals einige Versuche mit  $O_2$  durchgeführt. Diese Versuche bestätigten in wesentlichen unsere früheren Erkenntnisse, da durch Zusatz von Peroxyden, z.B. Bleioxyd, die Ausbeute an Säure wesentlich gesteigert werden konnte und zwar um ca. 10% gegenüber den katalytischen Versuchen; außerdem liegen die Durchschnittsdruckzahlen zum Zusatz von Peroxyden wesentlich höher.

Da jetzt Oxydationsprodukte mit etwa gleicher NZ vorliegen, die unter verschiedensten Temperaturbedingungen hergestellt sind, wurde eine Untersuchungsreihe eingeleitet, um festzustellen, wie sich diese Temperatureinflüsse auf die Zusammensetzung der Oxydationsprodukte auswirken. Ganz eindeutige Ergebnisse liegen aber noch nicht vor. Offenbar ist aber bei niedrigerer Temperatur ein höherer Oxydationsgrad erreicht worden, d.h. es ist eine größere Anzahl von reinen Säuren gebildet worden, was daraufhindeuten sollte, daß die mittlere Molekül der gebildeten Säuren größer ist. Nach einer Aufteilung der Säuren scheinen aber die niedrigen Säuren in größerer Menge vorhanden zu sein; hier können erst weitere Untersuchungen entsprechende Aufklärungen bringen.

In Rahmen der Herstellung von Alkohol und Ester wurden mehrere Ester aus CP 1 und CP 12 mit 5 - 6-wertigen Alkohol hergestellt. Die Ester sind aber noch nicht ganz einwandfrei, da noch zu viel freie Säuren vorliegen. Weitere Arbeiten sind hier notwendig, um einwandfreie Ergebnisse zu erzielen, insbesondere müssen die Arbeitsbedingungen noch etwas variiert werden.

Mr. H. Dr. Hagenmann

