

Oberh.-Holten, den 17. Februar 1944

Herrn Prof. Dr. Martin

Sekretariat No.  
Eingangs-Nr. 112/44  
Lit. Nr. 284  
Beantwort.

Betr.: Monatsbericht für Januar 1944

I. Betriebsuntersuchungen.

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

II. Sonderuntersuchungen.

1. Gas- und Gasoluntersuchungen.

Die Vergleichsuntersuchungen zwischen interferometrischen Gasanalysen und Tiefenperaturesiedeanalysen konnten abgeschlossen werden, da eine ausreichende Übereinstimmung erzielt wurde. Ein Bericht über diese Arbeit ist in Vorbereitung.

Nach Beendigung dieser Arbeiten konnte das Interferometer vollständig für andere Zwecke eingesetzt werden. Zur Zeit wird die Beladefähigkeit der Aktiv-Kohle verschiedener Adsorber vor und nach Regenerierung geprüft. Die Kohle wird dabei verglichen mit frischer Aktiv-Kohle Supersorten P.3.. Die Ergebnisse zeigen bisher, daß die Kohlen der Aktiv-Kohle-Anlage 2 schon recht stark geschädigt sind, so daß ihre Beladefähigkeit im Durchschnitt nur etwa 30-35 % der von frischer Kohle beträgt. Durch die Regenerierung bei 400° mit Wasserdampf steigt die Beladefähigkeit auf etwa 60 %. Weitere Untersuchungen sind noch in Gange. Die Aufnahmefähigkeit bis zum ersten Durchschlag von C<sub>2</sub> und C<sub>3</sub> wird noch geprüft. Nach Beendigung der Versuchsreihe wird hierüber ein besonderer Bericht herausgegeben. Es ist weiter vorgesehen, in diese Vergleichsuntersuchungen auch verschiedene neue Kohlen der Lurgi, unter anderem die bereits im Adsorber 6 eingefüllte T.B.-Kohle einzubeziehen.

Da die Mischen von Wassergas und Synthesegas bei der Feststellung der Gasengen durch die Betriebskontrolle eine wesentliche Rolle spielen, wurden Vergleichsuntersuchungen angesetzt zur Bestimmung der Gasichten auf Grund der Gasanalysen und mittels Anwägung nach Dumas. Die Übereinstimmung ist bisher noch nicht befriedigend. Weitere Untersuchungen sind daher erforderlich, um die Genauigkeit beider Methoden zu bestimmen.

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

Brucksynthese: 145,2 g flüss. Prod. + 17,1 g Gasol/m<sup>3</sup> Ausgangsgas  
Normalsynthese: 110,9 g " " + 21,6 g " " " "

Der Bericht über die Kohlenoxydbilanz bis Ende Dezember ist inzwischen herausgegeben, es ist beabsichtigt, vierteljährlich diese graphischen Darstellungen herauszugeben. Für den Januar ergab doch die gleiche befriedigende Übereinstimmung wie bisher. Der Ende Dezember beobachtete Abfall bei der Normalsynthese hat sich wieder ausgeglichen, so daß auch hier wieder 97 bis 98 % des Kohlenoxydes wiedergewonnen werden.

2. Reinigung von Gasen.

Im Zusammenhang der Untersuchungen über den Schwefelgehalt in Gasen wurde gefunden, daß in grob gereinigtem Wassergas etwa 5 % des orga-

004571

nischen Schwefels in Spaltöfen nicht erfasst werden. Die gleichen Untersuchungen für feingereinigtes Wassergas sind noch nicht beendet, da hier eine weitere Schwierigkeit infolge der außerordentlich geringen im Vertrennungrohr erfassten Schwefelmenge auftritt.

Die Interfabrik hat in den letzten Wochen den etwas höheren Sauerstoffgehalt der Kohlendure aus der Alkaid-Anlage bemängelt. Wir haben daraufhin Untersuchungen über die Höhe dieses Sauerstoffgehaltes und die Herkunft aufgenommen. Es wurde gefunden, daß der Sauerstoff durch kleine Mengen von Luft hervorgerufen ist und zwar ist seine Menge sehr schwankend, liegt aber im Mittel bei 0,1%. Die Herkunft der Luft konnte aber noch nicht aufgeklärt werden. Aus dem Dampf stammt sie jedenfalls nicht. Zur Zeit sind Untersuchungen im Gange mit angereicherter Alkaidläuge.

1) Benzol- und Dieseluntersuchungen.

Der Ringversuch der Synthesewerke des Westens über Peroxybildung und ihren Einfluß auf die Oktanzahl wurden im wesentlichen abgeschlossen. Es wurden lediglich die Bestimmungen der Peroxyde der verschiedenen Benzine weitergeführt. Dabei stellte sich heraus, was anfänglich nicht so klar war, daß offenbar ein grundsätzlicher Unterschied zwischen Rohrohne- und Hoeschbenzinen einerseits und den Benzinen der Normaldrucksynthese andererseits besteht. Interessant war übrigens, daß auch diesmal wie bei dem 1. Versuch des Rheinprechtens ein die stärkste Zunahme der Peroxyzahlen ergab, während unser Benzol die geringste Oxydationswirkung zeigte.

Die aus verschiedenen Gründen bisher noch nicht fertiggestellte Untersuchung der Benzine aus dem Faßlagerversuch wurde nunmehr abgeschlossen. Die Ergebnisse werden jetzt zusammengestellt.

2) Untersuchung der Festbeladung von Aktiv-Kohle.

Die Aktiv-Kohlen der A.K.-Anlage 2 ergeben sehr häufig hohe Festbeladungen; in der Größenordnung von 0,5-1 g wird an diese Auslämpfung bei 300° noch eine Extraktion mit Äther angeschlossen, so findet man im Durchschnitt nochmal die gleiche Menge an paraffinartigen Substanzen, die Schneltpunkte bis zu 40° aufweisen können.

3) Paraffinuntersuchungen.

In der Paraffin-Abteilung wurden außer den üblichen Untersuchungen der Produkte aus der Paraffin-Anlage die bei den in vorigen Monatsbericht erwähnten Versuchsreihen weitergeführt.

a) Veränderung der Eigenschaften von Paraffin durch Destillation.

Bei einer nochmaligen genauen Untersuchung über die Veränderung der Zusammensetzung des Hartparaffins bei der Destillation wurde es vorgegangen, daß R.B.-Hartwachs in Ölbad bei besten Vakuum bis 560°, auf Normaldruck bezogen, überdestilliert wurde. Nach Vereinigung von Destillat und Rückstand ergab sich schon eine ganz geringe Verärfung des Paraffins. Teilt man nun Original-Hartwachs und das einmal destillierte Produkt in der üblichen Weise, indem man in Weichwachs, Mittelfraktion und Super auftrennt, so ergibt sich, daß in dem destillierten Produkt der Weichwachsanteil um 4,2% zugenommen hat, während die Superfraktion, die einen E.P. von 103° hat, um 4,8% abgenommen hat. Die Untersuchungen werden fortgesetzt; es scheint sich aber zu bestätigen, daß die Destillation des Hartparaffins nicht ohne Aufspaltungen durchzuführen ist.

b) Untersuchungen der Eigenschaften von Extraktionsparaffin.

Bei Fortführung der Arbeit wurde gefunden, daß das Dieselöl, das

zur Extraktion der Öfen benutzt wurde, bis etwa 380° übergeht. Die paraffinhaltigen Öle wurden daher bis zu dieser Temperatur abdestilliert, dabei verblieben nur noch etwa 9 % Rückstand. Dieses eigentliche Extraktionsparaffin soll nunmehr weiter untersucht werden.

Eine j. Versuchsreihe wurde noch angefangen mit dem Ziel, in unserem Hartwachs isomere Kohlenwasserstoffe nachzuweisen. Dazu wurden 13 durch Selektivverlegung hergestellte Fraktionen im Vakuum destilliert. Zunächst zeigte sich, daß die drei ersten niedrigschmelzenden Fraktionen ein verhältnismäßig weites Siedeband haben, während die höher schmelzenden Anteile ein weit engeres Siedeintervall besitzen. Diese Beobachtung deutet schon darauf hin, daß in den niedrig schmelzenden Anteilen auch hochsiedende, verzweigte Paraffine enthalten sind. Dies ist besonders charakteristisch ist aber, wenn man die zum mittleren Siedepunkt, auf Grund der Eigenschaften der Normalparaffine, gemessenen Siedepunkte mit den mittleren wahren Siedepunkten vergleicht: z. B. hat die untere Fraktion einen S.P. von 46°, dem entspricht bei Normalparaffin ein Siedepunkt von 380°, in Wirklichkeit liegt aber der mittlere Siedepunkt bei 450°. Die Differenz beträgt also 70°. Demgegenüber hat die Fraktion 9 einen S.P. von 66,5° zu dem ein Siedepunkt von 473 gehört, während der mittlere Siedepunkt bei 480° liegt. Die Differenz beträgt also nur 7°. Es zeigt sich also ganz deutlich, daß in den unteren Fraktionen, Produkte mit hohem Siedepunkt aber niedrigem Schmelzpunkt anreichert sind. Die Untersuchungen werden fortgesetzt um auch möglichst einen genauen Überblick an den verzweigten Kohlenwasserstoffen zu gewinnen.

6. Untersuchungen.

Die Untersuchungen für den Prüfstand wurden fortgesetzt, ebenso sind vergleichende Hartasphaltbestimmungen selbsterführt worden. Die Untersuchungen sind noch nicht abgeschlossen, da noch mehr Vergleichsöle geprüft werden müssen.

7. Verschiedene Untersuchungen.

Zur Zeit laufen noch einige Untersuchungen über die Korrosion an den Gaserhitzern der A.A.-Anlage und über die Frage der Entfernung von Verunreinigungen an Abläfern der Gasverdichter.

1. Versuchsarbeiten.

Vorbereitung von Schmelzöl aus Reichparaffin über Chlorierung und Entschlackung.

Vie bereits kurz erwähnt, wurde außer bei Aluminiumoxyd auch bei Kieselsäure gefunden, daß der bei 20° gefüllte Kontakt eine bessere Entschlackungswirkung hat, als der heißgefüllte Kontakt. Nach dem Glühen erhält man aus Beispiel bei der Entschlackung für die bei 20° gefüllte Kieselsäure eine Jodzahl von 118 und für die heißgefüllte Kieselsäure eine Jodzahl von 50. Ganz ähnlich scheinen auch SiO<sub>2</sub> und Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Mischungen zu wirken, von denen eine heißgefüllte Probe nach dem Glühen bei 250° nur noch eine Jodzahl von 25 ergab. Seitens Versuche über die Entschlackungswirkung wollen jetzt zunächst klären, welcher Art die Produkte sind, die außer niedrigen Chlorgehalt auch niedrige Jodzahlen aufweisen. Es ist wahrscheinlich, daß es sich um naphthenhaltige Produkte handelt. Es könnte aber auch sein, daß hierbei olefinische Produkte gebildet werden, deren Doppelverbindungen nicht alle auf Jod ansprechen. Es sind in der Literatur schon mehrfach solche Verbindungen beschrieben worden.

Die Polymerisationsversuche werden in Zukunft mehr nach der Richtung verbesserter Qualität der erhaltenen Öle gelenkt und zwar ist hier in 1. Linie an die physikalische Beschaffenheit der Öle gedacht. Es soll weiter anderen versucht werden, die bisher noch trüben Öle ohne Verluste

und es raffinieren, daß sie klar durchscheinend wirken.

### 2. Paraffinreaktoren.

#### a) P.O.-Versuchsanlage.

Die Produktion der P.O.-Versuchsanlage betrug im Januar 1944 3413 kg O.P. 3 aus 3629 kg Hartparaffin entsprechend 94,3 % Ausbeute. Außerdem wurden 222 kg O.P. 3 durch Nachoxydation von Versuchsprodukten der Kleinversuche gewonnen. Die Anlage hatte 29,92 Betriebstage. Stillstände infolge von eigenen Reparaturen waren nicht notwendig. Die Ausbeute ist höher als in den letzten Monaten und zwar vor allem deswegen, weil bei Untersuchungen des Temperatureinflusses eine ganze Reihe von Versuchen bei 115-118 durchgeführt worden sind, die eine wesentlich höhere Ausbeute wie bisher ergaben. Nach den bisherigen Untersuchungen beträgt man bei sonst gleicher Arbeitsweise im Temperaturbereich von 126-128 etwa 83-89 % Ausbeute. Im Temperaturbereich von 120-123, 82-91 % Ausbeute und im Temperaturbereich von 115-118 etwa 95 % Ausbeute. Das Ansehen des erhaltenen O.P. 3 und die Säurezahl innerhalb der drei Temperaturbereiche sind gleich. Es ist 1. vorgesehen, bei noch tieferen Temperaturen zu arbeiten und 2. eine Untersuchung der Kristallisationsprodukte einzuleiten, um festzustellen, ob sich die Zusammensetzung der reinen Säuren bei einer so starken Veränderung der Ausbeute ebenfalls ändert. Der Behälter 1 der Endgereinigung mußte nach einer Gesamt-Betriebsdauer von 1822 Stunden nochmals ausgebaut werden, da das Silicagel zu leben, da der Siederstand zu groß wurde. Offenbar läßt sich nicht ganz verhindern, daß ein Teil des Silicagels entweder während des Adsorptionsvorganges oder während der Regenerierung sehr stark verkleinert wird. Es ist vorgesehen das Silicagel abzusieben und wieder erneut einzusetzen. Man muß jedenfalls für die Großanlage vorsehen, das Silicagel leicht auswechselbar zu machen.

Die Anlage war sonst während des ganzen Monats störungsfrei im Betrieb, es wurde dauernd in 3-Schichtenbetrieb gearbeitet, wobei wir Mitarbeiter eingesetzt haben, die sich bisher nach Anlernung gut bewährt haben.

#### b) Laborversuche.

Die Einführung eines Einleitungsrohres mit etwas größeren Löchern im Versuchsreaktor, hat keine Verbesserung des Oxydationsgrades ergeben, ebenso ist eine Verringerung der Einsatzmengen zur Vergrößerung des Gasdurchsatz-Verhältnisses ohne Einfluß geblieben. Man kommt in 4 Stunden unter den bisher günstigsten Bedingungen etwa auf eine NS von 10-15. Die Versuche werden jetzt auf den anderen Versuchsreaktor auf der niedrigen Bauweise ausgedehnt, um auch hier die Säurezahl unter optimalen Bedingungen zu ermitteln.

Eine weitere Untersuchung von luftoxydierten Paraffin in Vergleich zu O.P. 3 und O.P. 4 zeigte, daß vor allen die höchstschmelzenden Anteile in geringeren Mengen vorhanden sind, obwohl die beiden untersuchten Proben wesentlich geringere Säurezahlen haben als das untersuchte O.P. 3. Vergleichsweise waren auch die niedrig schmelzenden Anteile größer. Es ist sogar so, daß in unsern O.P. 4, das aus Tafelparaffin hergestellt ist, weniger niedrig schmelzenden Anteile enthalten sind als in einem luftoxydierten Produkt der I.O. bei ungefähr gleicher Säurezahl. Durch diese Untersuchungen wird weiter bestätigt, daß die Luftoxydation eine wesentlich stärkere 3,altung bewirkt, als unsere Art der Oxydation.

Auf Grund der schlechten Erfahrung, die im Betrieb mit einem Wälzlagerwerk der Firma Callypol beim Betrieb der Entchlorer gemacht worden ist, haben wir schon vor einigen Wochen Untersuchungen über Fette aufgezogen, die hohe Fließ- und Tropfpunkte aufweisen sollen. Man kommt

*Dr. Hagenmann*

- 5 -

4577

mit 15 g O.P. 3 und verschiedenen Ölen zu Fließ- und Tropfpunkten von 150, 160 und 163°. Dagegen wird durch I.O.-Nachs L bei sonst gleichen Bedingungen der Fließ- und Tropfpunkt auf etwa 130° herabgesetzt. Mit Nachsaffetturen wird noch nicht mal ein Fließ und Tropfpunkt von 100° erreicht. Ich möchte aber diesen Vergleichsuntersuchungen keine allzu große Bedeutung beimessen, da die von uns gewählten Versuchsbedingungen unter Umständen nicht die günstigsten sind. Die Untersuchungen werden mit unseren Ölen und O.P. 3 fortgesetzt, da evtl. beabsichtigt ist, falls sich unsere Mischungen gut bewähren, diese in etwas größerem Umfang für die Ölanlage herzustellen.

Herrn Dir. Dr. Hagenmann ✓

