



004573

Arbeiten über den Ringversuch der Synthesewerke des Westens über die Zerfallsbildung bei Synthesebenzin wurden fortgesetzt.

1. Alkoholbestimmung in Wasser der Drucksynthese

Die Versuche über den Alkoholgehalt wurden fortgesetzt und zwar soll eine größere Probe hergestellt werden, um daraus wasserfreien Alkohol herzustellen und dann die Zusammensetzung des Alkohols zu prüfen.

2. Paraffinversuche

In der Paraffinabteilung wurden Vakuumdestillationen durchgeführt. Die üblichen Untersuchungen der Produkte aus der Paraffinabteilung sind größere Versuchsreihen worden abgeleitet und zwar:

- a) die Untersuchung der Frage, ob durch die Destillation eine Veränderung der Eigenschaften des Paraffins eintritt;
- b) die Untersuchung der Eigenschaften von Extraktionsparaffin.

Die Untersuchungen der Paraffins vor und nach Destillation ist es schon vorgekommen mit dem Paraffin aus dem Betrieb, doch konnte infolge betrieblicher Schwierigkeiten diese Proben noch nicht gezogen werden, sodass wir einseitig die Veränderung des Paraffins bei Labordestillation geprüft haben. Dazu wurde das Hartparaffin durch selektive Behandlung in Destillat und Rückstand aufgeteilt und bei einer zweiten Probe zunächst im Hochvakuum destilliert und dann Destillat und Rückstand wieder vereinigt und dann wieder selektiv aufgeteilt. Bei der ersten derartigen Untersuchung ergab sich, dass nach der Destillation die Menge an niedriger-schmelzender Anteile etwas ansteigen war, sodass es den Anzeichen hatte, dass durch Destillation eine Änderung eintritt. Da es sich hierbei um sehr wichtige grundlegende Dinge handelt, soll der Versuch nochmals wiederholt werden.

Die Untersuchung des Extraktionsparaffins wurde dadurch erweitert, dass das zur Extraktion benutzte Dieselöl wesentliche Anteile an über 720 siedenden Anteilen enthält, doch sind solche Anteile jetzt getrennt worden, auch trotz dieser Schwierigkeiten also eine bessere Vergleichsbasis zu anderen Paraffinen zu erhalten.

3. Asphaltversuche

Die Untersuchungen für den Prüfstand wurden fortgesetzt. Ebenso sind die im Interesse des Harzparaffinantes angefangenen Arbeiten zur Festlegung einer Methode der Hartasphaltbestimmung weitergeführt worden.

4. Versuchsarbeiten

1. Herstellung von Schmieröl aus Reichparaffin über Chlorierung und Alkylierung

Es steht nunmehr eindeutig fest, dass die Winterungstemperatur des Schmieröls im wesentlichen von entscheidender Bedeutung für die Höhe der erhaltenden Schmierfähigkeit ist. Man kann z. B. durch Zusetzen von Alkali an Kieselsäure die Winterungstemperatur herabsetzen, sodass man aus einem Material, das sonst bei 1000° gefriert, ein Schmieröl herstellt, das bei der gleichen Temperatur gefriert, recht günstige Ergebnisse erzielen kann. Das Alkali spielt hierbei keine Rolle. Es ist nach dem Ölrun wieder ausgewaschen worden.

Die Alkylierungen mit saurem Katalysator sind mit unter optimalen Bedingungen durchgeführt worden.

Lebenschemie Aktiengesellschaft

Oberhausen-Höfen

Kugeln aus Schmieröle erhalten kann, die bei  $V_{20}$  höher als 50 % Viskositätsabfällen in der Größenordnung von 1,5 - 1,55 haben und mit einer  $n$ -Öl-Ausbeute von über 70 % anfallen.

Die weiteren Arbeiten auf diesem Gebiet gehen nun dahin aufzuklären, warum dieser außerordentlich interessante Einfluß der Sinterungstemperatur besteht. Einen Hinweis hierfür kann man finden durch gewisse Versuchsreihen, die erwiesen, daß die Entschlammungswirkung und der Fällungstemperatur bestehen. Es wurde nämlich bei der Kiesel säure ähnlich wie beim Aluminiumoxyd gefunden, daß mit dem bei niedriger Temperatur gefällten Produkt bei der gleichen Glühungstemperatur wesentlich bessere Ergebnisse zu erzielen sind als mit den bei höheren Temperaturen gefällten  $SiO_2$ . Weiter soll nunmehr in verstärktem Maße das Gesamtverschleißverhalten der gesamten Fraktion zwischen 320 und 470 g in den Versuchsberangungen werden.

2. Paraffinanalysen

1)  $CO_2$ -Versuchsanlage

Die Produktion der  $CO_2$ -Versuchsanlage betrug im Dezember 2576 kg aus 265 kg Hartwachs, entsprechend 90,6 % Ausbeute außerdem wurden 169 kg  $CO_2$  durch Asphyxiation in der Stundenzahl von 127 in der Anlage von 25 Tagen in Betrieb, 2 Tage war Stillstand in der Anlage. Ein Tag Betriebsstillstand wegen verschiedenen Umbauarbeiten, außerdem wurde über Weihnachten nicht gearbeitet. Seit dem 8. Dezember wird in drei Schichten gearbeitet.

Die Ausbeute liegt etwas niedriger als in den Vormonaten, da ein Teil des Wachs mit etwas höheren Temperaturen gefahren wurde, um nochmals den Einfluß der Temperatur festzulegen. Es zeigte sich aber, daß eine Erhöhung von der Durchschnitts-120-122° auf etwa 127° lediglich eine Verschlechterung der Ausbeute ergab, ohne seine Verbesserung der  $CO_2$  zu bewirken. Auf etwa gleiche  $CO_2$  bezogen, liegt die Ausbeute für 127° bei 89 % und für 122° bei 92 %. Es ist zu erwarten, die gleichen Versuche auch noch bei noch niedrigeren Temperaturen zu machen, obwohl unter Umständen nach früheren Ergebnissen damit zu rechnen ist, daß die Reaktionsgeschwindigkeit dann etwas abfällt.

Eine genaue Überprüfung der mit dem Einleitungsrohr, das 3 mm LÖcher im Ringraum unten trug, erzielten Ergebnisse zeigt, daß offenbar diese Konstruktion etwas schlechtere Werte gibt als das Einleitungsrohr das die gleiche Anzahl gleich dimensionierter Löcher seitlich trägt. Der Einbau eines Nitrosseinleitungsrohres, das 4 mm LÖcher seitlich trägt, brachte gegenüber 3 mm noch keine deutliche wahrnehmbare Verbesserung bzw. die Ergebnisse sind durch andere Dinge noch etwas verfälscht. Es sollen nach dieser Richtung hin noch weitere Versuche unternommen werden, um die Wirksamkeit des Einleitungsrohres zu erklären.

Die Endgasreinigung war an sich störungsfrei in Betrieb, bis auf einige Schwierigkeiten mit dem Erhitzer und dem Motor des Ventilators, die aber mit der eigentlichen Endgasreinigung nichts zu tun haben. Insgesamt hat man mehr als 1609 Stunden Laufzeit und nach der Siebung 7 Regenärzungen hinter sich und läuft jetzt in der 14. Betriebsperiode.

Besondere Schwierigkeiten in der Durchführung der Reaktion traten nicht auf. Von Pfandler ist ein neuer eszillierter Wälzlager geliefert worden, der nunmehr eingebaut ist und auf seine Betriebsdauer untersucht wird. In Kugellager und an Getriebe waren einige Reparaturen notwendig, die durch Ersatzteile leicht behoben werden konnten.

b.w.

004531

II) Katalysatoren

Seit einigen Wochen sind Versuche in Gange die aus Zweck haben, die günstigste Reaktorform zu ermitteln und zwar handelt es sich grundsätzlich darum, ob es zweckmäßiger ist, einen Reaktor zu wählen der bei verhältnismäßig großem Querschnitt eine niedrige Bauhöhe hat oder einen Reaktor der bei einseitig geringem Querschnitt eine große Bauhöhe hat. Beide haben ihre Vorzüge und Nachteile. Normalerweise sollte man annehmen, daß bei Gasreaktionen, wobei ein Teil des Gases mit der Flüssigkeit reagieren muß, die hohe Form zweckmäßiger ist. Da aber unser Problem nicht nur eine reine Gasabsorption, sondern auch eine Frage der Durchmischung zweier in spezifischen Gewicht außerordentlich verschieden Flüssigkeiten ist, was ebenfalls in einem Reaktor mit verhältnismäßig niedriger Bauhöhe erleichtert wird, ist die Frage theoretisch nicht zu lösen. Die bisherigen Versuche wurden mit einem Reaktor in Rohrform durchgeführt und ergaben, daß, wie zu erwarten, auch die Gasmenge wie die Reaktionsgeschwindigkeit von erheblichem Einfluß ist, wobei allerdings bei dieser Form die Umsetzung einen größeren Einfluß hat als die Reaktionsgeschwindigkeit. Die gleichen Versuche wurden jetzt auf Grund der Ergebnisse über die Wirkung des Einleitungsrohres auch mit einem etwas anders konstruierten Reaktor durchgeführt und sollen anschließend auf einen bereits vorbereiteten Reaktor mit niedriger Bauhöhe übertragen werden. Die Versuchsreaktoren haben beide einen Inhalt von ca. 15-20 Liter.

Die Herstellung der Alkohole aus paraffinfreien Säuren verschiedener Kettenlänge ist in mehreren systematischen Arbeiten in Angriff genommen worden. Es soll bekanntlich bei diesen Arbeiten geklärt werden, wo das Optimum der Ausbeute bei den Alkoholen liegt. Die jetzt bearbeitete Vorversuche mit Alkohol auf 75°C ergeben, daß neben mit 5 g. CO<sub>2</sub> g. Säure 27% Alkohol, 75% Wasser in 10 g. Ethyl zu erhaltigen Säuren, auch bei der Reaktionsform eine nennbare Erhöhung der Reaktionstemperatur auf 95°C die Produkte erzielt werden, die Menge aber nur geringe 72 und 78% betragen. Weitere Untersuchungen über die Natur der Produkte sind in Gange.

Herrn Dr. Dr. Dr. H. H. H.

H. H. H.