

, den 10. Febr. 1939.

Sekretariat Hg.

Eingang: 11. 2. 1939

Lfd. Nr.: 1500

Beantw.: 1

Herrn Prof. Dr. M a r t i n !

Betr.: Monatsbericht J a n u a r 1939.

I. Betriebsuntersuchungen.

Die in Betrieb befindlichen Teile der Anlage wurden in üblicher Weise laufend überwacht. Irgendwelche besonderen Beobachtungen wurden hierbei nicht gemacht. Die Spaltanlage war etwa 10 Tage in Betrieb und während dieser Zeit wurden die für den Betrieb erforderlichen Untersuchungen der Zwischenprodukte, der Endprodukte und der Spaltgase durchgeführt.

II. Sonderuntersuchungen.

1.) Die Rückstände aus Tank I und der Tankgrube I wurden mehrfach untersucht. Es zeigte sich hierbei, dass das Produkt im wesentlichen unverändert war, wenn auch natürlich der Wassergehalt der in der Tankgrube lagernden Mengen sehr viel höher war als im Originalprodukt; auch der Aschengehalt hatte recht erheblich zugenommen. In den Resten aus dem Tank schwankte der Aschengehalt zwischen 0,04 und 0,4 %, wobei die Schwankungen allerdings z.T. auch auf die während des Brandes bzw. während der Brandbekämpfung dazugekommenen mineralischen Bestandteile zurückgeführt werden können. Kontaktstaub liess sich allerdings in der Asche auch nachweisen.

2.) Das Benzin aus dem Druckofen 2 - Druckversuchsanlage - vom 13. - 14. I. wurde stabilisiert und untersucht. Der Ofen war gefüllt mit verdünntem Kontakt und wurde bei hohen Temperaturen mit Sy-Gas in einfachem Durchgang betrieben. Der Benzinanfall war, bezogen auf das Gesamtprodukt, ca. 53 Gew.%. Der Olefingehalt der Benzine schwankt zwischen 11 und 14 %, dabei war die Oktanzahl bei einem Siedeende von 200° ca 30 und bei einem Siedeende von 150° ca. 48. Die Oktanzahlen von N-Mitteldruckbenzin, auf das gleiche Siedeverhalten bezogen, betragen 25 und 40. Bei einem Siedeende von

von 125° haben sich die Unterschiede schon weitgehend ausgeglichen. Die Oktanzahlen liegen für dieses Siedeende für D-Benzin bei 50 und für den jetzt untersuchten Ofen 2 bei 52 - 53. Offenbar ist durch die höhere Temperatur eine Veränderung der Konstitution der Primär-Produkte verursacht worden.

3.) Die Paraffindestillation wurde mit einer verbesserten Vakuum-Apparatur für Paraffine verschiedener Provenienz fortgesetzt. Dabei wurde bisher gefunden, dass das Paraffin vom Ofen 8, der mit Sy-Gas bei 5 atü, Fahrweise von unten nach oben, betrieben wird, ein Siedeende von ca. 420° hat, d.h. dass das gesamte Paraffin, ca. 20 % der flüssigen Produkte, für die Fettsäure-Synthese brauchbar ist. Beim Ofen 4, ebenfalls betrieben bei 5 atü, normale Fahrweise, siedet 73 % des Paraffins mit einem Siedebeginn von 320° in dem zur Oxydation geeigneten Bereich, d.s. 28,4 %, bezogen auf die flüssigen Produkte. Die anderen Untersuchungen stehen noch aus.

4. Im Zusammenhang mit den Versuchen über die Einwirkung des Tageslichtes auf die Zunahme des Peroxydgehaltes bei Primär- und Spaltbenzin, wurde die Abhängigkeit der Oktanzahl vom Peroxydgehalt bestimmt. Die Abnahme der Oktanzahl erfolgt ziemlich gleichmässig für Spaltbenzin, Primärbenzin und Mischbenzin und beträgt bei einem Peroxydgehalt von 100 mg Sauerstoff/Ltr. ca. 8 - 9 Punkte. Dabei muss beachtet werden, dass 100 mg Peroxyde in allen Fällen nach ca. vierwöchentlicher Lagerung in Glasflaschen an Licht ohne Schutzgas gebildet werden. Mit der Zunahme des Peroxydgebietes verschlechterten sich auch, wie zu erwarten war, die Bombenteste. Bei betriebsmässiger Lagerung im Dunkeln unter Luftabschluss ist die Gefahr der Peroxydbildung und damit die Veränderung der Oktanzahl sehr gering, wie aus den vorstehenden Versuchen hervorgeht und ausserdem durch vielmonatliche Lagerungsversuche in eigenen Fässern nachgewiesen werden konnte.

5.) Die Untersuchung über die Inhibitorwirkung verschiedener Zusätze wurde fortgesetzt. Dabei erwies sich der von der Hiag gelieferte Inhibitor noch in Zusätzen von

006036

0,002 % als wirksam. Das Stabisol der I.G. war bei einem Zusatz von 0,001 % noch wirksam, doch braucht man hierbei Methanol und Butanol als Lösungsvermittler, sodass der Gesamte Zusatz 0,005 % betragen muss. Die zu Anfang beobachteten Ausfällungen bei Zusatz des Hiag-Inhibitors traten später nicht mehr auf. Es ist möglich, dass es sich hierbei um eine Oxydation gehandelt hat, doch wird der Sache weiter auf den Grund gegangen. Die Zusätze mit Tannin ergaben ein recht undurchsichtiges Bild, da es zwar eines Lösungsvermittlers bedarf, aber auch dann nicht vollständig gelöst wird. Die notwendigen Mengen sind bei Tannin auch wesentlich höher als bei den anderen Inhibitoren und betragen 0,02 % mit 1 % Alkohol. Nach dem bisherigen Stand wird sich Tannin wohl kaum verwenden lassen, doch sollen noch einige Versuche ausgeführt werden.

III. Versuchsarbeiten.

1. Raffination von Ruhrgasol.

Gegen Ende des vorigen Berichtamonats musste die Aktivkohle in der Labor-Apparatur ausgedämpft werden, da grössere Mengen Gasol durchschlugen. Wie es sich bei Fortführung der Versuche herausstellte, enthielt die Ruhrgasol-Flasche 15 % über 20° siedende Bestandteile, sodass es erklärlich ist, dass die Aktivkohle nicht weiter absorbierte. Nach nochmaligem Ausdämpfen und erneutem Ansetzen mit normalem Ruhrgasol wurden wieder die üblichen Werte gefunden, d.h. der Harzdurchschlag betrug 1 - 2 mg/100 g, was in diesem Falle einer ca. 95%igen Herausnahme der Harzmenge entspricht, da das verwandte Gasol 73 mg Harz/100 g enthielt. Insgesamt sind bisher 210 kg Gasol/kg Aktivkohle raffiniert worden.

2. Paraffin-Spaltung.

Im Hinblick auf die Verhältnisse der TVP-Spalтанanlage wurde die Spaltung hochschmelzender Paraffine in Rohrschlangen bei Drucken bis zu 13 atü untersucht. Zum Vergleich wurde auch reines Gasöl eingesetzt, das schon bei 400° mit 13 atü bei hohen Aufenthaltsdauern recht beträchtliche Aufspaltungen zeigte, die teilweise unter erheblicher

056337

Gasbildung abliefen. Das Verhältnis von Gas zu Benzin betrug bei 10 % Aufspaltung 1 : 9 und bei 28 % Aufspaltung 1 : 6. Auch die Paraffine wurden bei 400° bereits aufgespalten mit etwas geringerer Gasbildung als Gasöl; z.B. betrug die Gasbildung ca 1,5 - 1,8% bei 20 % Gesamtaufspaltung, d.h. sind 7 - 8 % auf restlose Aufspaltung gerechnet. Die Versuche werden fortgesetzt, um durch selektive Spaltung die Paraffinfraktionen herauszufinden, die vorwiegend zur Gasbildung Veranlassung geben.

3. Bleicherdenbehandlung von Benzin.

Anfang Januar wurde die halbtechnische Anlage in Betrieb genommen und zunächst bei Temperaturen von ca. 150° bis höchstens 160° gehalten. Dabei trat in Übereinstimmung mit den Erfahrungen der Betriebsraffination keine Veränderung der Oktanzahl ein, wenn man die Siedekennziffer der raff. Benzine auf der gleichen Höhe wie die der stab. Benzine hielt. Bei Erhöhung der Temperatur auf maximal 190 - 200° trat eine Steigerung der Oktanzahl um 2 - 3 Punkte ein. Die Gründe für diese geringe Erhöhung sind wahrscheinlich in einer zu kleinen Aufenthaltsdauer bei hohen Temperaturen zu suchen, da aus den weiter unten behandelten Labor-Versuchen zweifellos hervorgeht, dass die Temperaturerhöhung eine Verbesserung der oktanzahlsteigernden Wirkung hervorruft. Da das Benzin immer nur durch einen Turm hindurchgeführt wurde, werden zunächst beide Türme eingeschaltet und falls das noch nicht ausreichen sollte, die Benzinnmenge gedrosselt und die Temperatur noch weiter erhöht.

In der Labor-Apparatur wurden Vergleichsversuche mit dem gleichen bisher schon benutzten Benzin unter Verwendung von Granosil 7/30 bei verschiedenen Temperaturen durchgeführt. Die Oktanzahlsteigerung betrug bei 140° ca. 1 Punkt, bei 200° 4 - 4,5 Punkte, bei 250° 8 Punkte. Z.Zt. sind Versuche bei 300, 350 und 400° im Gange. Die Ausbeutebestimmungen zeigten, dass mit steigender Temperatur bis etwa 200° der Polymerisatanfall sehr stark zurückging; z.B. betrug er bei 140° im Mittel 13% bei einer Ausbeute an Raffinat von 85 + 86 % und bei 200° 5 - 6% bei einer Raffinatausbeute in Höhe von 92 %. Die weiteren

Durchschrift

Messungen stehen noch aus. Die vorliegenden Untersuchungen wurden, wie bereits erwähnt, mit Granosil durchgeführt, das, wie wir von den Herren der Vereinigten Bleicherde-fabriken hörten, mit Schwefelsäure aktiviert ist. Bei Inbetriebsetzung wird das in der Erde noch vorhandene Sulfat zu Schwefelwasserstoff reduziert, der mit Cadmium-Acetat nachgewiesen werden konnte. Da durch den ent-stehenden Schwefelwasserstoff Schädigungen der Aktivität zu erwarten sind, sollen die gleichen Versuche nochmals mit einer salzsäureaktivierten Erde, z.B. Tonsil-Optimum wiederholt werden.

Vum

Ddr. H. Dir. Dr. Hagemann ✓
H. Dir. Alberts.