

Arbeits- und Synthese-Anlage. Am 5. Oktober konnten die ausgefallenen Anlagen erst wieder in Betrieb gesetzt werden. Der dadurch verursachte Produktionsausfall beträgt ca. 600 t N. Aus diesem Grunde erreichte die Gesamtproduktion in diesem Monat nur die Höhe von 3.542 t N.

Die erwähnte Störung wirkte sich auch in der Düngemittelherstellung entsprechend aus. Die Hindererzeugung beträgt in

Ammoniumsulfatalpeter 529 t N

Kalkammonialpeter 155 t N

Die Athanackanlagen lief an 22 Tagen. Für Reparaturen und Ausdampfen waren insgesamt 7 Tage Stillstand erforderlich.

Durch den Stromausfall am 1.10. auf dem RWE-Netz wurden durch Überdruck die Deckel in der Gasreinigung ausgebeult. Wir berichteten hierüber genehmigt am 5.10.1939.

Die Katalysatorfabrik erzeugte 109 Ofenfüllungen. Zum Versand an die Lizenznehmer gelangten 104 Ofenfüllungen. Aus abgebrauchter Kontaktmasse wurden regeneriert 101 t Co, 4,2 t PbO_2 und 2 t MgO .

In Berichtsmonat wurden 651 t Feinreinigungsmasse erzeugt. Davon gelangten 638 t zum Versand.

Aus dem Laboratorium ist folgendes zu berichten:

Atomatisierung.

Der Bau der kleintechnischen Anlage wurde weitgehendst gefördert. Die Destillationskolonnen sind aufgestellt. Soweit bisher bekannt ist, wird es möglich sein, den Anfahrtermin Anfang Dezember einzuhalten.

In der halbtechnischen Anlage liegen die Ausbeuten bis jetzt etwas unter den Laboratoriumswerten, sonst laufen die Versuche normal. Es konnten bis zu 70 % Aromaten erzeugt werden. Die niedrigeren Ausbeuten liegen im wesentlichen an einer erhöhten Kohlenstoffabscheidung, die wahrscheinlich auf Einschleppen von Dioxyn in feinerer Form aus dem Vorwärmer hervorgeht.

Katalytische Spaltung.

Es wurde eine halbtechnische Anlage gebaut, die befriedigend arbeitet. Es werden im wesentlichen dieselben Resultate wie im Labor erhalten, und zwar werden bei Recyclo-Spaltung und 40 % Element bei 400° 40 % Aufspaltung erhalten. Die erhaltenen C_2 - und C_3 -Spaltprodukte geben besonders hochwertiges Benzol.

Polymersation.

Es wurden für die technischen Versuchsanlagen 400 l

Original-Ipatieff-Kontakt aufbereitet und 300 l Phosphorsäure-Kontakt nach der bei uns entwickelten Methode hergestellt. Die besagten Isomerisierungs- und Polymerisationsversuche wurden weiter fortgeführt. Es konnte nunmehr einwandfrei festgestellt werden, dass aus Butylen 1-Butylen gebildet wird. Das Einsatzgas hatte 32,3 % $1-C_4H_8$, 4,3 % $2-C_4H_8$, 1,6 % $1-C_4H_8$. Das Gas nach der Isomerisierung hatte 2,9 % $1-C_4H_8$, 19,7 % $2-C_4H_8$ und 14,2 % $1-C_4H_8$. Nach selektiver Polymerisation bleibt $2-C_4H_8$ über. Wie in einem weiteren Versuch gezeigt werden konnte, kann auch das $2-C_4H_8$ zu $1-C_4H_8$ mit oder ohne den gleichen Effekt umgewandelt werden wie das $1-C_4H_8$. Das aus dem Isomerisierungsgas hergestellte Polybenzol hatte die 165° geschnitten und vollkommen hydriert eine Motorkeinzahl von 92 ohne Blei, die auf über 100 mit 0,9 Blei hinaufging. Es wurde festgestellt, dass bei einem aus dem Betrieb erhaltenen Gasöl mit 53 % ungesättigtem Gehalt sehr leicht eine 96 % Polymerisation zu erreichen war. Polymerisierte man dagegen ein Gasöl mit nur 27 % Olefinen so wurde bei gleichen Verhältnissen nur eine 87 % Polymerisation erreicht. Es soll noch festgestellt werden, ob diese Erscheinung auf Verschiedenheit der Qualität der Olefine zurückzuführen ist.

Olefinwirkung.

Die systematischen Alterungsversuche wurden weitergeführt und dabei wieder die ganz vorzügliche Wirkung des Schwefelzusatzes bei nachbehandelten Ölen bestätigt. Auch Zusätze von Schwefelverbindungen geeigneter Natur wirken ganz hervorragend und geben unseren Ölen fast die Alterungsbeständigkeit bester natürlicher Turbinöle.

Der Gesamtgesellschaftsstand war im Durchschnitt im Monats Oktober 1939 1.515 Arbeiter, davon für die Verladung vorübergehend tätig 70 Arbeiter.

Gen. Martin.

In der Mitteldruck-Anlage konnte der Gasdurchsatz von 18.400 Nm³/h auf 32.400 Nm³/h Synthesegas erhöht und gleichzeitig die Aufarbeitung wesentlich verbessert werden.

In der ersten Oktoberwoche wurde die Produktion von Dieselöl aufgenommen. Hierzu musste die vorhandene Re-destillationsanlage zusätzlich mit in Betrieb genommen werden, um die leichte Fraktion der Fraktionierungs-Anlage und die schwere Fraktion der AK-Anlage scharf zu trennen. Die Spaltanlage VTF wurde bis auf weiteres stillgelegt.

In der kleinen Polyanlage wurden einige Versuche durchgeführt. Das Polymerbenzin wurde wieder mit Leichtbenzin aus der Fraktionierungsanlage gemischt und dem Pertigbenzin zugesetzt.

Die schon vorgesehene Überholung einschliesslich der apparativen Änderungen in der Vakuumdestillations-Anlage der Paraffinfabrik wurde durchgeführt und nahm einen größeren Zeitraum in Anspruch. Dementsprechend liegen die Produktionszahlen mit 32 t für Tafelparaffin und 58 t für Hartwachs wesentlich unter denen des Vormonats.

Die Dubba-Spaltanlage der Schmierölanlage war 3 Fahrzeiten in Betrieb. Es wurden 955 t Material eingesetzt und 147 t Schmieröl erzeugt, wobei nicht die volle Spaltbenzinmenge verarbeitet wurde. Nachdem der Versand Ende Oktober eingesetzt hat, beträgt der Bestand einschliesslich der noch zu destillierenden und zu bleichenden Ölen insgesamt 1.447 t.

5.) Über die Tätigkeit unserer Laboratorien ist folgendes zu berichten:

Gegen Ende des Berichtsmonats waren von der männlichen Belegschaft (ausser den Lehrlingen) 22 % zur Wehrmacht einberufen.

Katalyse:

- a) Die von der Katorfabrik erstmalig mit Rüstgur, statt Kieselgur 120, hergestellten Kontakte zeigten bei der Prüfung auf Kernfestigkeit und Aktivität die vorausgesagten guten Ergebnisse.
- b) Magnesium-Thorium-Mischkatalysatoren wurde Blei als Verunreinigung in der Menge von 0,1 %, 0,2 % und 0,5 %, bezogen

auf Kobalt, zugesetzt. Im Verlauf von drei Monaten konnte bei diesen Katalysatoren keine Beeinträchtigung der Aktivität gegenüber dem Normal-Kontakt festgestellt werden.

Mitteldruck-Synthese.

a) Die beiden wichtigsten Dauerversuche zur vermehrten Paraffinerzeugung liefen während des Berichtesmonates mit nahezu unveränderter Aktivität und Ausbeute weiter. Das Produkt des Kobalt-Thorium-Kontaktes enthält wieder durchschnittlich 53 % Paraffin, das den besonderen Kobalt-Kontaktes wieder 70 %, nach nunmehr rund 4 1/2 Monaten Laufzeit, bei Temperaturen von unter 180°.

b) Die Prüfung des Lurgi-Eisenkontaktes (Wassergas-Kreislauf 1 : 0,5) erbrachte durchschnittlich 34 % Paraffin, während die Lurgi eine Paraffinbildung von über 60 % angegeben hatte.

Ein von uns hergestellter Eisen-Katalysator ergab unter sonst gleichen Bedingungen wie die des Lurgikontaktes bereits bei 10 bis 15° niedrigerer Temperatur gleich hohen Kohlenoxydumsatz, war also wesentlich aktiver (225° gegen 240° beim Lurgikontakt).

Wesentlich ist es uns gelungen, Eisenkatalysatoren von noch erheblich höherer Aktivität herzustellen. Diese beginnen ihren Umsatz bereits unterhalb von 200° und gaben bei 210° bereits 30 bis 40 Kontraktion! Damit sind erstmalig Eisen-Katalysatoren hergestellt worden, welche so wirksam sind, dass sie auch in der Nähe des Temperaturgebiets der Kobalt-Katalysatoren arbeiten.

Alc-Synthese.

Die Herstellung höherer Alkohole wurde fortgesetzt.

Nass-Synthese.

Es wurde ein neuer Apparat zur Durchführung der Nass-Synthese in Betrieb genommen. Öl und Paraffin können frei von Kontakt durch eine innerhalb der umlaufenden Suspension angebrachte Filterkerze abgezogen werden. Die Anordnung ist so

getroffen, dass wahlweise ohne Rücklauf gefahren werden kann, sowie ferner so, dass das Reaktionsrohr sorgfältig entfernt werden kann. Das Reaktionsrohr ist von umlaufendem Druckwasser umgeben, sodass die Temperaturschwankungen und Temperaturunterschiede innerhalb der Suspension nicht mehr als rund 1° betragen.

Die mit einem normalen Kobalt-Thorium-Magnesium-Wischmischkeil erhaltenen Reaktionsprodukte bestanden bereits bei 5 atü zu etwa 45 % aus Paraffin (über 320°). Ausgehend von einem paraffinfreien Dieselöl enthielt das Aufschlammöl bereits nach 150 Betriebsstunden über 30 % Paraffin.

Erstmalig wurde bei diesen Versuchen experimentell die Löslichkeit der reagierenden Gasbestandteile im Öl untersucht. 1 kg Öl enthielt bei 5 atü und Synthesetemperatur etwa 1.200 ccm Gas gelöst. Kohlenoxyd und Wasserstoff werden derart gelöst, dass ihr Mengenverhältnis im Öl stark von dem im Gas abweicht und außerdem sehr von den Betriebsbedingungen abhängt.

Analytische Abteilung.

- a) Mittels nephelometrischer Untersuchungen wurde festgestellt, dass die Klärgeschwindigkeit von Kieselgur-Suspensionen in keiner Beziehung steht zu der Filtrierzahl nach Strumpf.
- b) Aufstellung und Inbetriebnahme einer Apparatur zur Bestimmung von Halogenen und Schwefel in organischen Substanzen.

Pflanzliche Produkte.

- a) Für die Herstellung höherer Alkohole wurden die erforderlichen Destillationen durchgeführt:

Ver schneiden in der 800 Liter-Blase,
Feinfraktionierung in der 8 m - Kolonne,
Vakuumdestillation der Reaktionsprodukte
über eine 1 m - Kolonne.

- b) Die Rückständeöl von der Paraffinoxydation (Henkel) wurde näher untersucht; es enthielt im wesentlichen Ketone.
- c) Herstellung von 200 Liter Dieselölfraction 150 bis 300° für Meleau in Berlin, von 200 Liter Lösungsbenzin 150 bis 195° für Vermer & Mertz in Mainz, von 1.000 Liter RCH-Bezugsdieselöl für verschiedene Abnehmer.

Untersuchung des Verändertesdieselkraftstoffes.

In Verlaufe der für die Dieselkraftstoffe notwendigen Untersuchungen wurde gefunden, dass der Flammpunkt normalerweise genau so von der Siedekennziffer der Produkte abhängig ist wie Schmelzpunkt, Viskosität, Stockpunkt usw., deren Veränderungen z.B. bereits früher festgestellt waren. Beim Flammpunkt tritt eine Schwierigkeit auf, die für die anderen Untersuchungen nicht in gleicher Weise zu beobachten ist, dass ganz geringe Anteile wesentlich niedriger siedender Produkte die Zahlenwerte ausserordentlich stark beeinflussen. Durch die Zugabe von Gasölbestandteilen konnte der zuerst 16 - 17° betragende Flammpunkt im fertigen Dieselkraftstoff auf rund 21° erhöht werden bei einem Stockpunkt von -27,5°.

Neutralisierung von Primärprodukten.

Bei der in vorigen Abschnitt beschriebenen Herstellung des Dieselkraftstoffes sind die Primärprodukte ohne vorherige Laugung verwendet worden. Die Neutralisationszahlen dieser Produkte sind aber durch die Anteile der Drucksynthese ausserordentlich hoch. Sie schwanken zwischen 0,5 für Gasöl der Fraktionierung bis über 1 mg KOH/g für das Destillat der Top-Anlage. Der fertige Dieselkraftstoff hatte infolgedessen eine Neutralisationszahl von 0,78 und entsprach bei weitem nicht den Anforderungen des Zentralbüros bezüglich Korrosion. Die Laugung des Produktes führte infolge Emulsionsbildung zu einigen Schwierigkeiten, die aber bei genauer Einhaltung gewisser Bedingungen überwunden werden können. Einige Neutralisierungsversuche im Labor hatten folgenden Ergebnis: Mischt man Lauge und Primärprodukt kalt zusammen, so tritt eine klare Trennung auf; ebenso trennen sich die beiden Produkte klar, wenn man bei 70 - 80° die Laugung vornimmt. Mischt man dagegen kalt zusammen und heizt während des Vermischens, so tritt bei etwa 45 - 50° eine sehr starke Emulsionsbildung ein, die keine klare Abtrennung der äusseren Schicht gestattet.

Einheitsprodukt in Fraktionierung bzw. Top-Anlage müssen also auf über 90° erhitzt werden, bevor die Laugung durchgeföhrt werden kann und auch dann muss man immer mit /uf-

weisen von Emulsionen rechnen, solange noch Aschebestandteile in den Produkten enthalten sind.

Filtration und Entaschung von Ofenparaffin.

Beim Anfahren einzelner Öfen wurde das Auftreten von dunkel gefärbten Produkten beobachtet, deren Filtration im Betrieb grosse Schwierigkeiten bereitete. Bei den Untersuchungen im Labor stellte sich heraus, dass der Aschengehalt dieser Produkte sich z.T. überhaupt nicht durch Filtration verringern liess. Offensichtlich handelt es sich entweder um Kobaltseifen, die in den Produkt gelöst sind, oder um kolloidal gelöste Metalle oder Metalloxyde. Zur Reinigung dieser Produkte muss also eine Vorbehandlung durchgeführt werden, um die Kobaltseifen zu zerstören bzw. das kolloidal gelöste Metall auszufällen. Liegt der Aschengehalt nur in der Grössenordnung von 0,1 - 0,3 %, so kann durch Zusatz von einigen Prozent Tonmilch eine weitgehende Entfernung der Asche erreicht werden. Bei höherem Aschengehalt müssen aber schon Tonmengen von 10 - 20 % und darüber angewandt werden, deren Verwendung durch den hohen Preis des Tonmils unwirtschaftlich ist. Versuche mit weiteren Zusätzen ergaben, dass festes Aluminiumchlorid, festes Zinkchlorid und Essigsäure eine teilweise Entaschung gestatten. Fast vollständige Reinigung (Aschengehalt unter 0,01 %) kann bisher nur mit der bereits bekannten Schwefelsäure erreicht werden, und zwar sowohl mit 10 %iger als auch mit höher konzentrierter Säure, beispielsweise 70 - 80 %iger. Der notwendige Schwefelsäurezusatz beträgt bei 75 %iger Säure ca. 5 %. Die Versuche zur möglichst genauen Festlegung der Arbeitsvorschrift bei Anwendung von Schwefelsäure sind noch im Gange.

Untersuchung von Extraktionsparaffin.

Je 1 Ofen der Normaldruck- und Druckoxythene wurde bei der Schlussextraktion überwacht und das anfallende Paraffin untersucht. Bei der Normaldruck-Synthese waren im ablaufenden Extraktionsmilch 14,4 % paraffinische Anteile und bei der Druck-Synthese 7,4 %. Das Siedeverhalten der Paraffine war aber recht verschieden, so bei der Normaldruck-Synthese wesentlich mehr unter 100° siedende Produkte vorhanden waren. Die Ergebnisse

vorher s. St. aber noch überprüft an weiteren Öfen, da nach Angaben von Rheinpreussen und der Erbsag im Extraktionsparaffin nur sehr geringe Anteile unter 450° enthalten sein sollen.

Untersuchung von Benzol-, Benzolmischungen.

Hierbei Ansehen von Rheinpreussen über das Zusammengehörigkeitsverhältnis von Motorbenzol zu A.K.-Benzin zur Erzielung einer Oktanzahl 74 veranlaßte uns, erneut den Blendwert für Isobutanol und Motorbenzol zu bestimmen, der in Übereinstimmung mit früheren Werten zwischen 100 und 108 gefunden wurde.

Sicherheitsbehandlung von Isenin.

In Fortsetzung der Versuche wurden nochmals verschiedene Proben geprüft, u. a. ein Pubba-Benzin mit 76 % Olefinen, ein Schwerbenzin der Spaltenlage mit 51 % Olefinen und ein Schwerbenzin mit 157 und Mischbenzin aus einer Spaltperiode mit der 4. Teil-Delta-Benzin wurden in Übereinstimmung mit den früheren Zahlen Oktanwerte von 76 bei einer Kennziffer 121,6 erreicht. Das Schwerbenzin der Spaltenlage hatte vor der Behandlung eine Oktanzahl von 20,5 und kam auf ca. 45, d. h. es ergab die gleiche absolute Erhöhung, die ein Spaltbenzin mit der OZ 60 hat.

Für das Mischbenzin wurde neben Granosil-Normal auch für die kontinuierliche Raffination erforderliche feinkörnige Granosil angewandt. (0,1 - 0,6 mm). Die Oktanzahl des Mischbenzins stieg von 61 auf 69 - 70. Merkliche Unterschiede zwischen den beiden Verfahren sind nicht zu verzeichnen.

Darüber laufen einige Versuche mit Carburoil-Spaltbenzin mit verschiedenen A.K.-Benzinen.

Der Gesamtfolgeschleustank war im Durchschnitt 2 Monate mit ca. 1200 - 1300 Liter.

H. E. M a r t i n .

Arbeitszeit der Faehle Neuzeit für einige Zeit unterbrochen. Die demnach hervorgerufene Wiedertieferung an Kokasse sowie durch den Ausfall der gesamten hervorgerufenen Schwierigkeiten, die wir im letzten Bericht auch schon erwähnten, entstand ein Produktionsausfall von 400 t Primärsäurestoff.

Die Herstellung von Düngesalz ging normal weiter. Die Sulfat-Produktion konnte bei Kaliummonosulfat um 120 t und bei Ammoniumsulfat um 50 t N überschritten werden. Der Versand an Absatzmitteln erfolgte nach Maßgabe der uns durch die Reichsbahn zur Verfügung gestellten Mengen.

Die Athon-Crackanlage lief an 26 Arbeitstagen.

In der Erweiterung der Salpetersäure-Anlage wurde die neue Kohlenwasser-Rücklaufleitung in Betrieb genommen. Die Rohrleitungen am Oxidationsturm II sind in Arbeit.

In der Katalysatorfabrik wurden 108 Ofenfüllungen hergestellt und 110 Ofenfüllungen versandt. Besonderes Augenmerk wurde auf die Festigkeit der Katalysatoren gelegt. Verbesserungen wurden durch verstärkte Auswahl und durch geeignete Vorbehandlung der abgesetzten Nickelur erzielt.

Es wurden regeneriert aus ausgebrauchter Kontaktmasse

93,0 t Co,

4,1 t ThO₂

und 8,0 t HfO.

Die Erzeugung von Feinreinigungsmasse betrug 634 t; zum Versand kamen 610 t.

Über die Tätigkeit unseres Laboratoriums ist folgendes zu berichten:

Öltechnologie.

Es wurden besonders alterungsbeständige Schmieröle durch eine kontinuierliche Nachbehandlung sowohl mit Aluminiumchlorid bei erhöhten Temperaturen als auch durch Behandlung des Öles mit Schwefel bzw. durch Zusatz von schwefelhaltigen Inhibitoren hergestellt und auf ihre Eignung als Flugmotorenöl motorisch untersucht.

Halbtechnische Regenerierung.

Halbtechnische Versuche wurden in einer mit Sillimanitpulver ausgestrichen Reaktionskammer durchgeführt, die mit einer Mischung von Sillimanitpulver und Kontakt gefüllt war. Die mit Sillimanit verunreinigten Kontakte zeigten auch im halbtechnischen Versuch eine erhöhte Aktivität. Im Vergleich zu den unverunreinigten Kontakten zeigt dieser Kontakt bei ca. 30°C tieferen Temperaturen die normale Umsetzung. Ein weiterer Vorteil liegt darin, daß die periodisch vorzunehmende Regenerierung des Kontaktes in wesentlich kürzerer Zeit erfolgen kann.

In Labor-Versuchen wurde die Dauerhaltbarkeit der Kontakte untersucht. Im Gegensatz zu den Kontakten ohne Trägermaterialie zeigte der bereits 2.100 Reaktionsstunden laufende, auf Chromoxyd basierendes Chromoxydkontakt noch immer keine Anzeichen des Verschleißes.

Spektralanalytische Bestimmung.

Die synthetisch hergestellten Aluminiumsilikate bewährten sich als Kontakte gut. Bei einmaligen Durchgang wird eine Umwandlung bis zu 92 % erreicht. 35 % der Spaltprodukte sind C₄-Kohlenwasserstoffe. Davon sind 70 % ungesättigt und 50 % dieser C₄-Kohlenwasserstoffe Iso-Verbindungen. Weiterhin wurden 27 % C₃-Kohlenwasserstoffe und 11 % Benzol erhalten. Lediglich 2 % Kohlenstoff und 4 % Methan und C₁-Kohlenwasserstoffe wurden gebildet. Auch die Primärbenzenfraktion 100 - 300°C läßt sich mit guten Ergebnissen fraktionell spalten.

Es wurde eine halbtechnische Anlage in Bru genommen. Hier soll ein 2 l Flüssigprodukt erhalten sein und in der Insbesondere die Haltbarkeit des Kontaktes und die Qualität der gasförmigen Produkte geprüft werden soll.

Polymere Katalysatoren.

Es wurde das Verfahren zur Herstellung von Polymerkatalysatoren weiter ausgearbeitet. Es gelang, einen plastischen Katalysator herzustellen, der sich in einer Strangpresse strangförmig verarbeiten läßt und auch in der Trocknung robust eingesetzt werden kann. Der Kontakt hat eine ausgezeichnete Aktivität.

Ergebnisse.

Mit dem Zrometisierungskontakt lassen sich bei ein-
willigen Durchgang von geschüttetem Buten ca. 30 - 35 % des Butens
isolieren. Bei Dauerversuchen mit Umlauf des nicht eingesetzten
Butens konnten bis zu 90 % des Einsatzes in Etylen umgewandelt
werden.

Der Gesamtenergieertrag war im Durchschnitt
des Monats September 1933 1.493, davon für die Verladung vor-
geschrieben 1016 66 Arbeiter.

gez. H a g e m a n n .

ten 240 t Mittelöl I in Reformprozess und 1.666 t Mittelöl II im Spaltprozess durchgesetzt. Die Bestände an fraktionierten Ölen wurden fast restlos verarbeitet.

In der Polymer-Versuchsanlage wurden 130 t erzeugt, die in Mischung mit dem Leichtbenzin der Fraktionierungsanlage als Testbenzin abgesetzt wurden. Die Klopfbarkeit war entsprechend 89-90 Oktaneinheiten, in Mischung mit dem Leichtbenzin der Fraktionierungsanlage betrug der Blendwert des Polymerbenzins 100 - 110 Oktaneinheiten.

Die Produktion der Paraffinfabrik an Tafelparaffin betrug 70 t, an Hartwachs 110 t, zusammen 196 t.

Die Lubra-Spaltanlage war 2 Fahrzeiten von 6 und 8 Tagen im Betrieb. Es wurden 735 t Rohöl durchgesetzt und die Produktion an Schmieröl hieraus betrug 207 t. Zusätzlich wurden aus Restölen an Polymerisation noch 223 t, insgesamt also im Separator 430 t Schmieröl erzeugt. Der Vorrat an fertigen, gebleichten und ungeschichteten Ölen betrug am 1.10.1939 1.433 t und einschließend noch zu destillierenden Ölen etwa 1.600 t.

Über die Tätigkeit unserer Laboratorien ist folgendes zu berichten:

Mischchemie.

- a) Erneute Vergleichsversuche bestätigen die früheren Erfahrungen, dass die Kornfestigkeit der Katalysatoren umso höher ist, je weniger die Nickelgur durch Glühen bei hoher Temperatur gelöst wird.
- b) Es wurde gefunden, dass bei Eisenkatalysatoren nachträgliches Befüllen von Alkali-Lösungen zur ausgewaschenen Masse eine beträchtliche Verlängerung der Aktivität ermöglicht. Insbesondere wurde die Anlaufzeit dadurch erheblich verkürzt.
- c) Ferner wurde gefunden, dass die Kornfestigkeit von Eisenkatalysatoren stark abhängig ist von der Alkalikonzentration bei der Fällung.

Methylalkohol-Synthese.

Der manganchaltige Kobaltkatalysator ergab auch im Betriebsmaß ein Produkt mit sehr hohem Paraffingehalt, nämlich 75 % über 100° siedende Anteile.

Schmelzelegierung.

Es wurde gefunden, dass unser Kobaltkatalysator rein paraffinische, höhere synthetische Kohlenwasserstoffe beim Kochen an Rückflusskühler zu dehydrieren vermag. Beispielsweise wurde ein Solan aus Öl mit 20 % Olefinen erhalten.

4329-4-

Waldschmidt.

Neben der Durchführung von Dauerversuchen mit Äthylen und Wassergas wurde vor allem die Herstellung höherer Alkohole aus elektrischen Dieselöl bearbeitet. Aus Kracköl der Schmierölanlage wurden höhere Alkohole zwecks Weitergabe an die Firma Th. Goldschmidt hergestellt.

Der Gesamtbeschäftigtenstand war im Durchschnitt des Monats September 1939 618 Arbeiter.

gez. Wagemann.

erzeugt. Zum Versand an die Benzinwerke gelangten 110 Ofenfüllungen. Gegen Ende des Berichtmonats wurde der Betrieb der Katalysatorfabrik auf die Produktion von reinem Magnesiumkontakt umgestellt. In der Regenerierung wurden gelöst

95,0 t Co und

4,8 t ThO₂.

Die Herstellung von Feinreinigermasse betrug 679 t. Es gelangten 694 t zum Versand.

Über die Tätigkeit unseres Laboratoriums ist folgendes zu berichten:

Schmieröl.

Unser Schmieröl wird, wie früher berichtet, zur Verbesserung seiner Beständigkeit einer Nachbehandlung bei höherer Temperatur unterworfen. Dabei scheinen sich besondere Inhibitorstoffe zu bilden, die mit Bleicherden aus dem Öl extrahiert werden können. Es zeigte sich, dass bei der Extraktion mit Tonsil, Floridin und Perocel jeweils Extrakte erhalten werden, die bei Zusatz zu durch übermäßige Bleichung geschädigten nachbehandelten Ölen eine gute Stabilisierungswirkung aufweisen, bei nichtnachbehandelten Ölen aber versch. nur die mit aktivierten Bleicherden gewonnenen Extrakte als stabilisierend wirken.

Irenanalisierung.

Die Versuche in der halbtechnischen Anlage in einem Ofen mit Lochsteinen führten zu einem sehr guten Erfolg. Die erhaltenen Resultate waren etwas besser als die früher erhaltenen Laborresultate. Eine später eintretende Verschlechterung konnte im wesentlichen auf von Eisenleitungen eingetragene Zunder zurückgeführt werden.

Die weitere Durchrechnung der halbtechnischen Anlage zeigt, dass im gewissen Umfang die Öfen, die statt mit Lochsteinen mit einer Mischung von Kontakt- und Sillimanitbrocken gefüllt sind, Vorteile gegenüber den Lochsteinöfen aufweisen. Auch die Aktivität der Kontakte selbst scheint durch die Zumischung von Sillimanitbrocken erhöht zu werden. Jedenfalls liefern die Kontakte gleiche Irenanmengen bei ca. 30° tieferen Temperaturen.

Katalytische Krackung.

Es wurde eine Reihe von Versuchen durchgeführt, um den Einfluss der Rohmaterialien bei den Bedingungen der katalytischen Spaltung genau kennenzulernen. Dabei zeigte sich, dass bei weitem am günstigsten sich Aluminium verhält, das nur sehr geringe Mengen Crackgas gibt, die keinen Wasserstoff enthalten. Stark spal-

test dagegen wirken Sicromal, V2a, Eisen usw. Es wurde eine Laboratoriumsapparatur entwickelt, die besonders geeignet ist, Katalysatoren für die katalytische Spaltung zu prüfen. Während Silica-gel und Aluminiumoxyd, letzteres durch Zersetzung von Aluminium-silicat hergestell: und gekörnt praktisch keine spaltende Wirkung haben, bilden richtig hergestellte Mischungen beider Oxyde ausgezeichnete Spaltkontakte. (siehe auch amerikanische Arbeiten). Wesentlich ist, die Kontakte so zu gestalten, dass der darauf abge-schlossene Kohlenstoff leicht verbrannt wird.

Polymerisation.

Nachdem festgestellt war, dass die von Amerika gelieferten Kontakte nur aus Nickelgur und Phosphorsäure bestehen, während in den Patentschriften Zusätze von Magnesium-Oxyd und -Chlorid angegeben sind, wurden Nickelgur-Phosphorsäure-Kontakte auch von uns hergestellt. Sie wurden im Vergleich mit den Originalkontakten geprüft und zeigten gleiche Aktivität und auch praktische Dauerstandfestigkeit. Für die auf der RB erstellte Polymerisations-anlage wurde Kontakt gekörnt, die Füllung der Anlage von uns be-sorgt und beim Anfahren beratend mitgewirkt. In der Zwischenzeit ist ein brauchbareres Verfahren ausgearbeitet worden, um im tech-nischen Betrieb größere Mengen Polymerisationskontakt herstellen zu können.

Der Gesamtbeschäftigungsstand war im Durchschnitt im Monate August 1939 1.439 Arbeiter, davon für die Verladung vorübergehend tätig 63 Arbeiter.

gez. Martin.

Über die Tätigkeit unserer Laboratorien ist folgendes zu berichten:

Katalysatoren.

Es bestätigte sich, dass ausgeuchte Röntgenen Katalysatoren mit hoher Aktivität und Lebensdauer geben.

Es wurde gefunden, dass die Kornfestigkeit von Katalysatoren abhängig ist von der mechanischen Bearbeitung des Katalysators aus im feuchten Zustande.

Neue Erkenntnisse.

Es gelang, durch Anwendung eines manganhaltigen Kobalt-Katalysators, aus Synthesegen zum erstenmal ein Gesamtprodukt zu erhalten, welches mehr als 70 % Paraffinanteile enthält.

Der Dreistufen-Druckversuch in größeren Laboröfen läuft bereits über zwei Monate mit einer Paraffin-Erzeugung von mehr als 50% in jeder der beiden Stufen. Die Natur des Paraffins muss noch näher untersucht werden.

Extraktion.

Bei der Extraktion ausgebrauchter Katalysatoren erwies sich ein Gemisch von Benzol und Amylalkohol (1 : 1) als besonders geeignet.

Veresterung von Hartparaffin.

Hartparaffine wurden chloriert. Aus den gechlorten Produkten wurden durch Verseifung mittels Kaliumhydroxyd in alkalischer Lösung höhere Alkohole gewonnen werden.

Der Gesamtbeschäftigtenstand war im Durchschnitt des Monats August 1919 616 Arbeiter.

gez. M a r t i n .

Die Herstellung von Feinreinigungsmasse betrug 654 t, die ausschliesslich in der Normung von 10 - 20 mm anfielen.

Für die Tätigkeit unseres Laboratoriums ist folgendes zu berichten:

Schlufföl

Die normal nachbehandelten Öle von der Viskosität 18 scheinen für Flugmotore brauchbar zu sein, soweit bisher Motorversuche vom Prof. Land vorliegen. Es sind Versuche im Gange, durch Verwendung bestimmter Benzinfractionen Flugöle von einer Polhöhe von ca. 4,5 herzustellen und zwar sollen

- 1) diese Öle durch Verwendung der hochsiedenden Krockbenzinfractionen erzeugt werden und
- 2) ferner, dass aus den Krockbenzin bestimmte Fraktionen, die schlechte Polhöhen geben, durch Destillation ausgeschieden werden.

Aromatisierung

Die letzten Dauerversuche laufen nunmehr 1.600 bzw. 1.400 Nachlieferungseinheiten ohne jeden Abfall der Kontaktaktivität.

Mischungen von Aromatisierungskontakt mit gleichkörnigem gebrochenen Sillimanit ergaben die beachtliche Tatsache, dass trotz eines Mischungsverhältnisses von 40 Kontakt zu 60 Sillimanitbrocken die Beaufschlagung pro Ofenraum bei gleicher Aromatisierungsausbeute gleichgestellt werden konnte d.h. die Kontaktbeaufschlagung war bei diesem Versuch $2/2$ mal so gross wie normal. Für die LT-Anlage werden fast alle konstruktive Einzelheiten durchgearbeitet. Besondere wurde das Schallsystem sorgfältig besprochen. Auch sämtliche Öfen, Wärmetauscher etc. sind rechnerisch und konstruktiv festgelegt worden. Der Bau des Versuchshauses ist begonnen, die Fundamente sind praktisch fertiggestellt. Soweit der Lieferungsplan bis jetzt zu überschauen ist, dürfte der Anfahrtermin von 1.12.1939 mit Sicherheit aufrecht erhalten werden können.

Katalytische Spaltung

Sämtliche Versuche der katalytischen Spaltung litten bisher daran, dass die notwendige analytische Feinerfassung der Spaltprodukte noch nicht befriedigend möglich war, da die BV-Kolonnen nicht genügend exakt arbeitet. Es wurde daher eine neue, befriedigend arbeitende Kolonne konstruiert. Die Spiralfüllung der Kolonne ist nach den neuesten in USA erhaltenen Angaben durchgeführt worden. Die Konstruktion des Vakuummantels wurde teils nach USA-Angaben, teils nach eigenen Angaben durchgeführt.

Zopolymerisation

Da die Frage der Kontaktherstellung bei der RCH akut ge-

worden ist, werden z. Bt. Vergleichsversuche mit RCH-Kontakt und mit Original-UOP-Kontakt durchgeführt. Es wurde festgestellt, dass die UOP-Kontakte entgegen den Angaben der UOP magnesiumfrei hergestellt sind und lediglich Kiesels- und Phosphorsäure enthalten, wobei die Phosphorsäure größtenteils als meta-Phosphorsäure vorliegt.

Isylenherstellung aus 140-220°-Fraktion.

Die bisherigen Versuche waren bei 100 mm Vakuum durchgeführt worden. Um einen ungefähren Überblick zu bekommen, welches Vakuum für die halblechnische Anlage notwendig war, wurde mit steigendem Druck bis 400 mm gearbeitet. Dabei konnte festgestellt werden, dass bis ca. 300 mm praktisch die gleiche Benzinausbeute sowie die gleiche Ausbeute an C₃- und C₄-Kohlenwasserstoffen zu erhalten sind.

Flüssigphasensynthese.

Es wurden Dauerversuche mit laufender täglicher Auswechslung von 10 % des Kontaktes gegen Frischkontakt durchgeführt. Bei durchschnittlich 50 % Umsetzung wurde über 10 Tage überhaupt keine nachweisbare Menge Methan gebildet. Die Umsetzungstemperatur betrug 210°, der Druck 70 Atm. Die anfallenden Produkte setzten sich zusammen aus ca. 1 % Gasol, 30 % Benzol, etwas weniger als 20 % Methylol und etwas mehr als 50 % Paraffin.

Der Gesamtbeschäftigungsstand war im Durchschnitt des Monats Juli 1939 1.455 Arbeiter, davon für die Vorladung vorübergehend tätig 73 Arbeiter.

gez. M a r t i n .

Gasanlage nicht ganz voll.

Die Athanerackanlage lief an 25 Betriebstagen.

Der neue Oxydationsturm in der Salpetersäureanlage und die zugehörige Kühlerpumpe wurden am 1. Juni in Betrieb genommen, ein Ventilator Kühler am 3. Juni.

In der Katorfabrik wurden erzeugt 106 Ofenfüllungen. Dem Versand kamen 102 Ofenfüllungen. Es wurden regeneriert aus ausgebrauchter Kontaktmasse

79,5 t Co,

3,0 t ThO₂

6,3 t MgO.

In der Regenerierung ergaben sich einige Schwierigkeiten aus dem hohen Schwefelgehalt von rückgelieferter, ausgebrauchter Kontaktmasse.

Die Erzeugung an Feinreinigungsmasse betrug im Berichtsmonat 650 t. Die Masse wurde ausschliesslich mit 10 - 20 mm Körnung hergestellt. Zu bemerken ist, dass im Berichtsmonat erstmalig Schaffgotach Benzin mit Feinreinigungsmasse beliefert worden ist.

Über die Tätigkeit unseres Laboratoriums ist folgendes zu berichten:

Schmierölverbesserung.

In Verfolg der Arbeiten zur Herstellung eines besonders stabilen Öles für die Feininstrumente der Fa. Zeiss, das durch Nachbehandlung mit AlCl₃ und anschließender Hydrierung erzeugt werden sollte, wurde Niederdruckhydrierung durchgeführt. Eine Besprechung mit Zeiss ergab in der Zwischenzeit, dass im Gegensatz zu früheren Versuchen von Zeiss in Übereinstimmung mit unserer Anschauung nunmehr auch bei Zeiss erwiesen ist, dass die Hydrierung die Alterungseigenschaften der nachbehandelten Öle nicht verbessert, sondern eher verschlechtert.

Da bei der Nachbehandlung im Schmierölbetrieb die Abcheidung des Asphalts Schwierigkeiten bereitete, versuchten wir die bei der Nachbehandlung entstehenden asphaltierten Kontaktanteile filtrierbar zu machen. Dies gelang durch Zugabe von Grenzfall und Erhitzen der Öle auf 235°. Das entstehende Öl hat eine gute Farbe, niedrige Jodzahl und ist sauerstoffstabil. Das

Kontaktmaterial wird in eine sandige, leicht filtrier-, transportier- und verstreubare Form übergeführt.

Aromatisierung.

a) Laboratoriums-Versuche.

Der mit 100 - 200° Fraktion laufende Dauerversuch erreichte ohne jede Kontaktschädigungen 1000 Reaktionsstunden. Er wird weiter gefahren. Im 2. Dauerversuch, in dem erst C₇-Fraktion aromatisiert wurde, wurde auf C₆-Fraktion und später auf C₉-Fraktion umgestellt. Bei sonst gleichen Bedingungen gibt C₆ ca. 26, C₇ 42 und C₉ 55 Vol% Aromaten im Flüssigprodukt. Es wurde eine Reihe von Kontakten, die mit verschiedenen Kalzinierungstemperaturen hergestellt waren, auf Aktivität geprüft. Es wurden eine Reihe von Leerrohrversuchen durchgeführt, um den Einfluss des Rohmaterials näher kennen zu lernen.

b) Halblechnische Versuche.

Nachdem die prinzipielle Brauchbarkeit der Kontaktlagerung zwischen wärmespeicherndem Material erwiesen war, laufen nunmehr Versuche, um eine vollbefriedigende Ausführung des Kontaktraumfüllmaterials zu finden. Voraussichtlich werden Sillimantitsteine mit Zwischenausgleichsräumen verwendet werden. Die Ausschachtungsarbeiten für den Bau der LT-Anlage sind in Angriff genommen.

Katalytische Spaltung.

Die Spaltung unter Zusatz von Wasserdampf, sodass Partialdruck der KV-Stoffe von nur ca. 30 mm Hg vorlagen, über Katalysatorkontakten ergaben:

- 1.) ein Benzin - Gasverhältnis von etwa 40 : 60;
- 2.) ca. 60 % polymerisierbare Ungesättigte im Gas;
- 3.) lange Laufzeiten der Katalysatoren ohne Ausbrennung;
- 4.) mit gleichen Resultaten aufspaltbare Rückstände;
- 5.) ca. 50 - 60 % Aufspaltung bei einmaligen Durchgang.

Die nähere Untersuchung der niedrig siedenden polymerisierbaren Spaltprodukte ist noch nicht abgeschlossen. Wir haben zur Zeit eine der modernsten Podbielniak-entsprechenden ausserordentlich fein schneidende Kolonne aufgestellt, um diese Arbeiten durchzuführen.

KW-Synthese / Flüssigphase-Synthese.

Die Flüssigphasen-Synthese mit Kühlung durch Verdampfung ergab weiterhin äußerst niedrige Methanbildung. Durch kontinuierliche Auswechslung des Kontaktes konnte die Kontaktaktivität gleich gehalten werden. Die Kühlung mit Wasser oder Benzol ergab vorläufig keinen wesentlichen Unterschied in der Kontakthalbarkeit. Es ist eine Apparatur im Bau mit wesentlich besserer Gasverteilung.

Bei Versuchen zur Bildung leicht siedender KW-Stoffe in Flüssigphasenkontaktofen konnten 80 % KW-Stoffe unter 200° siedend erzielt werden. Von diesen 80 % waren 50 % Gasol und zwar überwiegend C₄ KW-Stoffe mit 80 % Ungesättigten. Hier dürften sich vielleicht Möglichkeiten ergeben, durch Einschaltung von Isomerisierungskontakt interessante Kombinationen zu finden.

Polymerisation.

Die selektive Polymerisation von iso-Butylen in Gegenwart und in Anwesenheit von C₃ wurde näher untersucht, führte aber zu ganz gleichen Resultaten, was von der UOP zu mindest sehr bezweifelt worden war. In der Kontaktwerkstatt zur Herstellung von Polymerisationskontakt wurden ca. 150 l Kontakt hergestellt. Die Aktivität des Kontaktes scheint voll befriedigend zu sein. Die Herstellung ist sehr einfach.

Acetylen-Ofen.

Das im Acetylenofen eingebaute Bamag-Ventil, das unter sehr schwierigen Bedingungen arbeitet, bewährte sich bislang gut. Die alten Heizleistungen im Ofen sind zur Zeit nicht wieder zu erreichen. Es wurden Entspannungsvorversuche mit acetylen-gesättigten Wasser durchgeführt, ohne das für die Entspannung notwendige Vakuum festzulegen.

Dehydrierung von C₃ - C₄.

Die Dehydrierungsvorversuche ergaben, dass bei den von uns verwendeten Kontakten Temperaturen über 580° keine Vorteile mehr bieten, sondern im Gegenteil zur Zerstörung der Kontakte führen. Es konnten bei einem Vakuum von ca. 400 mm bis zu 35 % des Propanes und Butans dehydriert werden.

4338

- 6 -

Der Gesamtbeschäftigtenstand war im Durchschnitt
des Monats Juni 1939 1.465 Arbeiter, davon für die Verladung
vorübergehend tätig 84 Arbeiter.

gez. Martin.

4339

2220

1139

- 3 -

Im Berichtsmonat lief die TVP-Spaltanlage in zwei
Fahrperioden von 23 Tagen.

Die Erzeugung der Paraffinanlage betrug 199 t, davon
91 t an Tafelparaffin und 108 t an Hartparaffin.

Über die Tätigkeit der Laboratorien ist folgendes zu
berichten:

1) Untersuchung der Koksablagerungen der Dubbsanlage.

Die während der Laufzeiten im Monat Juni in der Dubbs-
anlage in den Kackrohren aufgetretenen Koksansätze wurden genau
untersucht und ausser dem Aschegehalt auch die Zusammensetzung
der Asche bestimmt. Während der Aschegehalt 25 und 38 % betrug,
war die Zusammensetzung der Asche sehr gleichmässig. Sie enthielt
in beiden Fällen etwa 50 % Kontaktstaub, ca. 25 - 30 % Eisenoxyd
und etwa 15 % Alkalien und ca. 5 - 10 % P_2O_5 usw. Während die
Anwesenheit von Alkalien auch durch mitgerissene Soda aus der
Laugewäsche erklärt werden kann, deutet die Anwesenheit von P_2O_5
und CO_2 darauf hin, dass auch einzelne Öfen undicht sein müssen
und dadurch Abchlammwasser in die Produktenleitung hereinkommt.

2) Emulsionsbildung bei Ofenparaffin.

Beim Anfahren der Topanlage stellte sich heraus, dass
neben dem eigentlichen Paraffin in den Tanks auch eine erhebliche
Menge wasserige Emulsion enthalten war. Die Emulsion war stark
alkalisch. Es gelang, sie durch Zusätze von Calcium-Chlorid zu
trennen und dadurch das Wasser vollkommen paraffinfrei abzuschei-
den.

3) Untersuchungen der Bleisempfindlichkeit von Carburolbenzin.

Von anderer Seite war angegeben worden, dass Carburol-
Spaltbenzin in ganz besonderer Weise durch Bleitetradäthyl in
seiner Oktanzahl verbessert werden könnte. Des uns deraufhin von
Faziel zur Verfügung gestellte Carburol-Spaltbenzin wurde ge-
naustens untersucht und in verschiedenen Fraktionen auf seine
Bleisempfindlichkeit geprüft. Es stellte sich heraus, dass die
Oktanzahlzunahme bis zu einem Zusatz von 0,4 bis 0,5 cm³ TEL/l
für T.V.P.-Friseur und Carburol-Spaltbenzin annähernd gleich war,
dass dagegen die Oktanzahlkurve für Carburolbenzin bei höheren

Bliesensatz ein weniger gekrümmten Verlauf ergibt, als es nach den Ergebnissen bei Primärbenzin und T.V.P.-Spaltbenzin zu erwarten war. Jedenfalls zeigt aber das Carburol-Spaltbenzin in dem bereits wichtigen Bereich von 0,2 - 0,4 cm³ TEL/l keine Anomalien.

In Zusammenhang mit den vorstehenden Untersuchungen wurden auch die übrigen Eigenschaften des Carburol-Spaltbenzins auf eine geschichtene Fraktionen bezogen und mit charakteristischen Vertretern von T.V.P.-Spaltbenzin und Dubbs-Spaltbenzin verglichen. Zusammenfassend kann man sagen, dass T.V.P.-Spaltbenzin ganz deutlich im Gegensatz zu Dubbsbenzin und Carburol-Spaltbenzin in seinen Eigenschaften eine gewisse Aromatisierung erkennen lässt. Dubbsbenzin und Carburolbenzin unterscheiden sich im wesentlichen durch den höheren Olefingehalt bei Dubbsbenzin, andererseits deuten gewisse Daten bei Carburolbenzin darauf hin, dass es stärker verzweigt ist als Dubbsbenzin.

4) Bleicherdebehandlung von Benzin.

Da die bisherigen Kleinversuche in Glasapparaturen durchgeführt worden waren, wurde zum Vergleich eine entsprechende Eisenapparatur hergestellt, die aber keinen Unterschied bezüglich Oktanzahlerhöhungen ergab. Dagegen zeigte das bei diesen Versuchen angewandte Spaltbenzin insofern einen Unterschied gegenüber früheren Ergebnissen, als schon bei 200° die Raffinationswirkung beinahe so gross war wie bei 300°. Der Unterschied zwischen 200 und 300° betrug nur 3 Oktaneinheiten bei einem Olefingehalt des Ausgangsmaterials von 62,5 %. Zahlenmässig:

Ausgangs-O.Z.	59	
bei 200°)	Behandlung	68
bei 300°)		

Der Wert für 300° liegt auf der früher ermittelten Kurve, die die Abhängigkeit der Oktanzahl vom Olefingehalt wiedergibt.

Für ein Reformierungsbenzin wurden 2 niedriger geschichtene Fraktionen mit einem Siedende 150 bzw. 170° hergestellt und mit Bleicherde behandelt. Es sollte dabei festgestellt werden, ob die Oktanzahlen der behandelten Benzine, bezogen auf gleiche Siedekennziffer, gleich hoch sind, unabhängig davon, ob man das stabilisierte Benzin oder das raffinierte Benzin destilliert.

Die

4341

Versuche ergaben, dass kein Unterschied vorhanden ist.

2) Katalyse.

Es wurde gefunden, dass aus gewissen Rohguren (z.B. Oberhe, Buscherhoff) durch Rosten bei Temperaturen, welche noch in den Retorten erreicht werden können (z.B. 720°), katalytisch gut brauchbare Kieselguren hergestellt werden können. In diesem Falle wäre also das Glühen und die Nachbehandlung in Unterflus nicht mehr erforderlich. Proben aus dem Rostofen der Grube Else, welche bei höheren Temperaturen hergestellt worden waren, bestätigten die Laborversuche.

Rohguren aus den genannten beiden Gruben konnten auch durch Reinsigen mittels der Abgase des Rostofens in katalytisch brauchbare Qualität übergeführt werden.

Es wurde gefunden, dass als bestes Extraktionsmittel zur Entfernung der organischen Bestandteile aus ausgebrauchten Katalysatoren ein Gemenge von Toluol bzw. Xylol mit Butylalkohol bzw. Amylalkohol angewendet werden kann. Hierbei geht auch Kobalt in Lösung. Die nähere Untersuchung zeigte, dass Kobalt aus Amylalkohol Wasserstoff abspaltet unter Bildung eines noch nicht näher identifizierten Produktes.

3) Metallische Katalysatorherstellung.

Es wurden hergestellt:

- 1.) 3.000 kg verdünnter Thorium-Magnesium-Katalysator, 2,5 mm Partikeln, für die Lurgi-Versuche bei Hoesch
- 2.) 500 kg kobaltreicher Thorium-Katalysator für die DTA.

4) Mitteldrucksynthese.

Die planmäßigen Versuche zur Vermehrung des Paraffinanteiles hatten weiterhin Erfolg. Mit mehreren Einzelversuchen wurde gezeigt, dass unter den Bedingungen der vermehrten Paraffinausbeute lange Laufdauern von z.B. 4.000 Stunden und noch mehr erreicht werden können. Die gesammelten Erfahrungen wurden schließlich verwirklicht in einem 2-Stufenversuch mit metallischen Ofen. Mittels eines sehr kobaltreichen Katalysators (Kobaltdichte = 180) wurde schließlich im Mittel aus beiden Stufen mehr als 60 % Paraffin erreicht (Anteile über 320°). Es

Dieses Ergebnis schon mit Synthesogas erreicht wurde, ist bei einem zweiten noch im Anlaufen befindlichen Versuch mit Wassergas eine noch höhere Paraffinausbeute zu erwarten.

Alle Versuche, den Paraffinanteil durch Zusatz anderer Katalysatoren zu steigern (Kupfer, Lanthan, Nickel, Mangan) haben bisher die Ergebnisse mit Thoriumkontakten nicht erreicht.

9) Aldehyd-Synthese.

Mit einem Versuch wurde gezeigt, dass Propylen-Wassergas-Gemische auch in kontinuierlicher Arbeitsweise beim Durchströmen durch eine senkrechte Katalysatorschicht umgesetzt werden können. Es wurden rund 120 g/Stbm Produkte erhalten, welche zu 50 % aus C_4 -Aldehyden bestehen.

Versichtlich günstiger können wir Propylen im chargenweisen Betrieb nunmehr verarbeiten, nachdem wir einen 10 Liter-Schraufkolben erhalten haben. Mit diesem Gerät können wir täglich etwa 5 bis 7 l flüssige Produkte herstellen, welche zu etwa 70 % aus Isob- und n-Butylaldehyd bestehen. Dabei beträgt die Ausbeute 50 bis 60 %, bezogen auf das eingesetzte Propylen, während der Rest des Propylens unangegriffen bleibt.

Es wurden inzwischen 12 l nahezu chemisch reine Butylaldehyde hergestellt.

Als günstiges Ausgangsmaterial zur Herstellung höherer Aldehyde und Alkohole erwies sich das Krackbenzin der Schmierölmühle, dessen Verarbeitung im Ubrigen nichts Neues brachte.

Untersuchungen über die Klopfbarkeit von Mischungen aus Benzol mit höheren Alkoholen aus AK-Benzin blieben unbefriedigend.

9) Analytische Abteilung.

Erfolgreiche Versuche wurden ausgeführt, um für den Magnesiumausweis zur Katalysatorherstellung von dem ausserordentlich billigen Bittersalz auszugehen. Man kann entweder das Bittersalz direkt zusetzen und normal oder aktivierend waschen. Man kann ferner aus dem Bittersalz durch Fällung mit Soda reines Magnesiumcarbonat gewinnen. Schliesslich kann man die Bittersalzlösung mit Mutterlauge aus der Katalysatorfüllung umsetzen und auf diese Weise zu billigen Magnesium-Nitratlösungen gelangen.

benutzt:

Über die Tätigkeit des Laboratoriums ist folgendes zu berichten:

Schmierölverbesserung.

Nach den vorliegenden Motor-, Labor- und BV-Alterungsversuchen kann man einwandfrei sagen, dass unbehandeltes Öl so stark verdickt und in der Verseifungszahl heraufgeht, wobei Motorverbrauch und Oxydationstest übereinstimmen, dass trotz des etwas besseren Verhaltens gegenüber nachbehandelten Ölen eine Nachbehandlung durchgeführt werden muss. Die im Grossbetrieb hergestellten Öle sprechen auf die Aluminiumchloridnachbehandlung gut an. Schwierigkeiten im Grossbetrieb bereitet bisher das Festwerden der Nachbehandlungsrückhalte. Es erscheint möglich, durch Nachbehandeln mit reinem Aluminiumchlorid und Zugabe von Kontaktöl nach Abschluss der Nachbehandlung diese Schwierigkeit ohne eventuelle Nachteile zu umgehen. Weiterhin zeigen übereinstimmend gute Resultate im Motorverbrauch und ECH-Laboroxydationstest un- behandelte Öle, die mit β -Thionaphthol versetzt sind. Eine weitere Übereinstimmung zwischen Labor- und Motortest ergibt sich im wesentlichen für die mit $AlCl_3$ nachbehandelten Öle, die nach beiden Methoden gute Resultate geben. Für andere Inhibitoren und Nachbehandlungsmethoden ergeben sich Differenzen zwischen Labor- und Motormethode, die wahrscheinlich auf die Wirkung von die Oxydation katalytisch beschleunigendem Abrieb im Motorverbrauch zurückzuführen sind.

Es wurde eine Reihe von Ölen für den Benzolverband und den Motorverbrauch hergestellt. Ferner wurde der Einfluss der Entschlerung auf die Sauerstoffstabilität untersucht.

Es wurden weiter Schwefelungsversuche durchgeführt, ohne über die bisher erhaltenen Resultate hinauszukommen, d.h. es ist bisher nicht gelungen, die Oxydation verhindernde Wirkung des Schwefels bei gleichzeitiger Schwefelfestigkeit gegen Kupferblech bei den scharfen Bedingungen des BV zu erreichen.

Arzneimittelerzeugung.

Es wurden weitere 10 kg Toluol fertiggestellt. Versuche zur Umesterung der Hexen- und Oktanfraktion wurden begonnen.

Es wurden Dauerversuche für die Prüfung der Kontakthaltbarkeit bis 1100 h durchgeführt. Der Kontakt zeigt in dieser Zeit noch keinerlei Ermüdungserscheinungen. Der Ersatz des Aluminiumoxyds durch Lanthanoxyd als Trägermaterial ergab verbesserte Kontakte.

Die Frage der Aufarbeitung der Aromatisierungskontakte wurde näher studiert. Es gelingt durch trocknes Erhitzen der Kontakte in Mischung mit Soda bei ca. 1000°, das Aluminiumoxyd quantitativ löslich zu machen. Das zurückbleibende Chromoxyd in Mischung mit Manganoxyd und Nickeloxyd kann dann durch längeres Einwirken von Salpetersäure gleichfalls praktisch quantitativ in Lösung gebracht werden. Das Aluminium kann aus der Aluminiumlösung durch CO_2 ausgefällt werden, die Nitrate können eingedampft werden. Es kann somit leicht der gesamte Kontakt wieder praktisch verlustfrei reaktiviert werden.

U3 - Synthese.

Es wurde eine Reihe von Kontakten mit vorgereinigter Kieselgur hergestellt, und zwar wurde die Gur in verschiedenster Weise mit Salpetersäure extrahiert. Ferner wurden Salzsäureextraktionen vorgenommen. Es wurden auch Kontakte der Katorfabrik, die aus mit Salpetersäure vorbehandelter Kieselgur hergestellt werden, einer Dauerprüfung unter Normaldruck unterzogen. Es wurde dabei beobachtet, dass, je eisenfreier die Kontakte sind, umso schwieriger ihre Reduzierbarkeit ist. Ferner wurde festgestellt, dass das Chlor aus den mit Salzsäure extrahierten Kontakten schlecht verwundbar ist, ebenso, dass bei den extrem extrahierten Kontakten die Aktivität stark nachlässt. In der Synthese wurde beobachtet, dass die Verringerung des Eisengehaltes wie zu erwarten in eine Verringerung der CO_2 -Bildung, die aber nach unserer Auffassung vom Ausbeutendruck aus bedeutungslos ist, sich auswirkt. Die Methanbildung war praktisch die gleiche wie bei nicht gereinigten Kontakten normaler guter Guren. Auch die Umsetzung war praktisch dieselbe.

Die Versuche der Flüssigphasenumwandlung unter Abführung der Reaktionswärme wurden fortgeführt, indem Butan als verdampfende Flüssigkeit angewendet wurde. Vorläufig ergibt sich noch ein zu schnelles Absterben der Kontakte. In den ersten Tagen arbeitet allerdings die Synthese praktisch ohne Methan-

Bildung. Wir führen den Absterben der Kontakte auf noch nicht ausreichende Reinheit der Apparatur zurück und werden die Versuche entsprechend weiterführen. Ein synthetisch hergestellter Katalysatorträger, der vollkommen einstofffrei war, ergab etwas geringere Methanbildung und scheint gute Umsetzung in einer Stufe zu ergeben.

Die Versuche zur Herstellung von C_4 -Kohlenwasserstoffen wurden in Dünnschichtkontaktöfen durchgeführt. Es wurden 30 - 40 % Gasole, die fast nur aus C_4 bestehen, und 40 - 50 % Benzine erhalten, sodass nur etwa 20 % Dieselöl und Paraffin entstehen. Bei hoher Umsetzung konnte trotz der hohen Gasolbildung die Methanbildung auf 10 - 12 % der Umsetzung von CO gesenkt werden.

Isomerisierung.

Eine C_4 -Fraktion mit 50 % Olefinen ergab bei 300° unter Atmosphärendruck bei einmaligem Durchgang bis zu 40 % der Olefine als Isoparaffine. Wie weit auch die Paraffine isomerisiert waren, wird derzeit untersucht.

Eine derartig vorisomerisierte Fraktion ergab Benzine, die nach vollständiger Hydrierung nach Zugabe von 0.9 Blei 102 Motorbenzin ergaben. Mischungen von Granosil und Borylphosphat scheinen recht günstige Kackkatalysatoren zu sein. So konnten bei ca. 10 % Kackung bis zu 82 % Olefine im Kackgas erreicht werden, die praktisch nur aus C_3 - und C_4 -Kohlenwasserstoffen bestehen, und zwar waren gewichtsmäßig zwischen 60 und 70 % C_4 -Kohlenwasserstoffe vorhanden, die zu 1/3 aus iso-Butylen bestanden.

Dehydrierung.

Bei der Dehydrierung von Propen- und Butangemischen zeigte sich, dass bei fallender Temperatur ziemlich schnell die Propylenausbeute gegenüber der Butylenausbeute absinkt, d.h. zur Erreichung einer gemeinsamen günstigen Dehydrierung ist es notwendig, bei Temperaturen von ca. 600° zu arbeiten. Die Anwendung von Vakuum erwies sich als vorteilhaft, es wurde bei Unterdruck von etwa 1/2 Atm gearbeitet. Es konnte dabei bis über 40 % Dehydrierung in einmaligem Durchgang erreicht werden. Da die UOP

1346

bei Normaldruck mit den anscheinend wesentlich schlechteren UOP-Katalysatoren ca. 20 % Umwandlung erreicht, würde das bedeuten, dass das recycle-Verhältnis und damit der Gas-, Dampf- und Kraftbedarf für die Dehydrierung wesentlich verringert werden könnte. Es werden vorbereitende Arbeiten für die Oxydation von Paraffin-Kohlenwasserstoffen durchgeführt.

Polymerisation.

In einer C_3 - C_4 -Trennkolonne in der Versuchshalle wurden ausreichende Mengen C_3 - und C_4 -Fraktion aus F.T.-Gasolen hergestellt, um eine gründliche Untersuchung der Polymerbenzine aus diesen Fraktionen durchführen zu können. Dabei wurden alle wesentlichen Daten der hydrierten und unhydrierten Polymerbenzine festgelegt. Die Wirksamkeit von UOP-Inhibitoren auf Polymerbenzine wurde studiert. Die MOP-Inhibitoren weisen ausgezeichnete Wirksamkeit auf. Wir sind zurzeit damit beschäftigt, eine Analyse der Inhibitoren durchzuführen.

Die Polymerisation von C_5 - C_6 -Ungekättigten wurde untersucht. Ein Bericht ist zurzeit in Abschrift. Die Resultate werden folgen.

Isomerisation.

Die Isomerisation von Heptan mit Eisenchlorid gelang nicht. 145 bis 375° wurde eine schwache Isomerisation zu 2-Methyl-Pentan über den sonst für die Aromatisierung gebrauchten Katalysator bei Einsatz von n-Heptan beobachtet. Bei der Behandlung von n-Heptan bei 200° im Autoklavon mit Aluminiumpulver und Zinnchlorid trat eine vollkommene Spaltung in 20 % Propan, 35 % iso-Pentan, 15 % n-Pentan, 5 % iso-Pentan, Hexan, Heptan auf. Die BV-Fraktion wurde wesentlich verbessert, sodass mit der verbesserten Kolonne eine einigermaßen brauchbare Trennung von iso- und n-Butan durchführbar ist. Weitere wesentliche Verbesserungen werden aufgrund der von Herrn Dr. Traub mitgebrachten Angaben aus Amerika eingeführt.

Der Gesamtbeschäftigtenstand war im Durchschnitt des Monats Mai 1933 1.462 Arbeiter, davon für die Verladung vorübergehend 1514 60 Arbeiter.

602. M e r t i n .

~~1311~~ - 4 -
4347

Schmierflüssigkeitsbehandlung.

Unter den Inhibitoren wurde *o*-Naphthylamin und 2,6-Naphthochinon, die sich am besten bewährten, näher untersucht. Es gelingt durch Zugabe von 0,5 % auch unbehandelte Öle vollkommen sauerstoffstabil zu machen. Die mit Naphthylamin versetzten Öle scheinen auch gegen alle möglichen Einflüsse wie hohe Temperaturen, Lagerung bei Luft usw. besonders beständig zu sein. Besondere Effekte scheinen sich zu ergeben durch Kombination von Nachbehandlung mit Inhibitorzusätzen.

Aromatisierung.

Das Aromatisierungsverfahren wurde ergänzend in Richtung der Herstellung von Reintoluol bearbeitet. Die Herstellung von Reintoluol ist, soweit unsere Analysenresultate vorliegen, reaktion gelungen.

Katalytische Spaltung.

Die halbtechnische Anlage zur katalytischen Spaltung wurde in Betrieb genommen. Die vorläufigen Ergebnisse lassen darauf hin, dass die Kreislaufführung der gesamten Spaltprodukte ohne Weiteres nicht möglich ist. Wie aus den oben angeführten Versuchen hervorgeht, wird der recyclestock schwerer aufgespalten. Leitet man jetzt recyclestock und Benzin immer wieder in Kreislauf über den Kontakt, so ergibt sich anscheinend ein Zustand, in dem Dieselöl und Benzin gleich stark aufgespalten werden, d.h. es tritt keine weitere Anreicherung an Benzin mehr ein, sondern es bildet sich lediglich nur Gas. Technisch arbeitet die Versuchsanlage recht befriedigend. Einige kleine Umbauten, die sich als erforderlich erwiesen, werden zurzeit durchgeführt. Es ist beabsichtigt, in der Anlage dann sowohl die katalytischen Spaltversuche wie die Aromatisierungsversuche durchzuführen.

Dehydrierung.

Die Dehydrierung von Propan wurde durchgemessen, indem in einer Reihe von Temperaturen die Propylenbildung bei verschiedenen Strömungsgeschwindigkeiten bestimmt wurde. Auch der Totraum-Einfluss, der sich anscheinend sehr günstig auswirkt,

wurde untersucht. Man dürfte ohne wesentliche Zersetzungsreaktionen mit 25 - 28 % Propylenbildung bei einmaligem Durchgang rechnen können. Die Eutanversuche wurden begonnen. Anschliessend werden sich die gemeinsamen Versuche der Dehydrierung von Propen und Buten.

Toluenspaltversuche.

Die bisher vorliegenden Versuche deuten eindeutig darauf hin, dass unter Vakuumspaltbedingungen tatsächlich Äthylbenzol in das anfallende Spaltbenzol ähnlich wie beim Äthylationsprozess der Phillips eingelagert wird. Die Spaltung von Benzol über aktivierten Grube-Koks scheint keinerlei besonderen Isomerisierungseffekt zu geben.

Druckversuche.

Die Versuche zur Herstellung leichter Kohlenwasserstoffe aus CO/H_2 im Druck-Kreislaufversuch wurden weitergeführt. In einem verdünnten Kontakt konnte bei einem Kreislaufverhältnis von ca. 1 : 8 bei 7 atü Druck und 240° der Gasolgehalt bis auf ca. 45 % der anfallenden Kohlenwasserstoffe gesteigert werden. Der Gehalt an ungesättigten Gasolen betrug bis zu 35 %. Nur 20 % der anfallenden Kohlenwasserstoffe siedeten über 200° mit über 50 % Olefinen. Es wurde entsprechend der Aufarbeitung am Kontakt ein CO/H_2 -Verhältnis von ca. 1 : 1.6 gewählt. Die Bildung von CH_4 ist noch verhältnismässig hoch und liegt bei ca. 20 % der neugebildeten KW. Es wird versucht, dieselben Fraktionen bei niedrigeren Temperaturen zu erreichen, um die hohe CH_4 -Bildung zu vermeiden.

Der Gesamtbeschäftigungszustand war im Durchschnitt des Monats Februar 1939 1.495 Arbeiter, davon für die Verladung vorübergehend tätig 91 Arbeiter.

gez. H a r t i n .

Die Stickstoffproduktion betrug im Januar 3.680 t N. und war somit ungefähr dem vorgeschriebenen Gesamtprogramm entsprechend. Infolge der Reparaturarbeiten an Turbine III im Kraftwerk musste in der Zeit von 10. bis 12. Januar die Anlage um eine Einheit reduziert gefahren werden.

Beim Düngemittelversand machte sich im Berichtsmonat teilweise ein Wagenmangel bei der Reichsbahn bemerkbar.

Die Ithan-Crackanlage war an 24 Tagen in Betrieb. Infolge Reparaturen war die Anlage an 7 Tagen außer Betrieb.

Die Neubearbeiten in der Salpetersäureanlage gehen weiter voran.

Die Produktion der Katalysatorfabrik betrug im Januar 113 Ofenfüllungen, von denen 109 Füllungen zum Versand kamen. Aus rückgelieferter Katalysatormasse wurden 84,2 t Cobalt, 4,8 t Thoriumoxyd und 5,6 t Magnesiumoxyd gelöst. Unter Hinzurechnung der Umlaufmenge aus der Fabrikation ergibt sich eine Gesamtleistung von 94,8 t Cobalt, 5,2 t Thoriumoxyd und 6,5 t Magnesiumoxyd in der Regenerierung.

Die Produktion an Feinreinigungsmasse betrug im Januar 527 t. Zum Versand gelangten 528 t.

Über die Tätigkeit unseres Laboratoriums ist folgendes zu berichten:

Schmieröl-Nachbehandlung.

Für Öle mittlerer Qualität erscheint die Nachbehandlung mit 1,5 % $AlCl_3$ 3 - 4 Stunden bei 170° als günstigste Behandlungsmethode. Auch scheinen länger gelagerte Öle erheblich schwieriger nachzubehandeln zu sein als frisch hergestellte Öle. Zur Untersuchung der Lagerfähigkeit nachbehandelter Öle wurden mit verschiedenen Mengen $AlCl_3$ unter Zugabe verschiedener Inhibitoren hergestellte Öle in Kanistern und Glas vergleichsweise untersucht. Es konnte festgestellt werden, dass durch lange Lagerung in Glas in ihrem Sauerstoffgehalt zurückgegangene nachbehandelte Öle durch Zugabe von β -Naphthylamin wieder sauerstofffest werden. Auf Grund der vorliegenden Versuche wird vermutet, dass Öle aus höher siedenden Crackbenzin-Fraktion besser stabilisierfähig sind als Öle, in denen grosse Anteile tiefer siedender Crackbenzine für die Polymerisation verwendet werden.

Aromatisierung.

Das gesamte bis 200° siedende Benzol der Drucksynthese konnte durch Aromatisierung des zwischen 80 und 200° siedenden Anteils mit einer Ausbeute von etwas über 90% auf 65 ungesättigt Octan Research gebracht werden. In der halbtechnischen Apparatur wurde festgestellt, dass Rohrweiten über 32 mm hinsichtlich Wärmezufuhr bei der Reaktion und Abfuhr bei der Regenerierung anfangen Schwierigkeiten zu machen. Ein 32 mm Rohr von ca. 2 m Länge bewährte sich aber noch sehr gut. Z.Zt. wird für die Durchkonstruktion der halbtechnischen Anlage eine Reihe von grundsätzlichen Versuchen gemacht.

Es wurden Kontaktprüfungen für die Aromatisierung in grossem Umfange aufgenommen, durch die der Einfluss des Reinstoffgrades sowie der Einfluss der Aktivität auf Ausbeute wie Haltbarkeit festgestellt werden sollen.

Katalytische Spaltung.

Eine halbtechnische Anlage ist in Bau genommen worden und steht unmittelbar vor der Inbetriebsetzung.

Isobutylbestimmung in FischerGasol.

Es wurde festgestellt, dass das FischerGasol der Normaldrucksynthese bei einem Gesamtungesättigtengehalt von $40 - 45\%$ und einem Gesamtbutylengehalt von $20 - 25\%$ ca. $6,5\%$ Isobutylen enthält d.h. also, dass $25 - 30\%$ des Butylens aus Isobutylen bestehen. Für die Butylenbestimmung wurde in Anlehnung an die Arbeiten der Phillips eine neue, sehr gut arbeitende Apparatur entwickelt.

Polymerisation von Äthylen.

Die Polymerisation von Äthylen über Ipatioff-Kontakten wurde näher studiert und zwar wurden getrennt Diäthyläther über ein Topfglas und Äthylen über eine gehobte, mit Wasser gefüllte Bohre zwecks Erreichung des wichtigen Wassersättigungsgrades über den Kontakt geleitet. Es konnten je nach Durchsatz und Polymerisationstemperatur bis zu 60% des Äthylens bei einmaligen Durchgang polymerisiert werden.

Druckkatalyse.

Der Versuch zur Herstellung von leichten Kohlenwasserstoffen wurde mit verdünntem Kontakt mit Silberzusatz angefahren. Bei 75 - 80 % Umsatz betrug die C_4 -Bildung 10 - 12 %. Es werden ferner 40 % Gasol mit 70 - 80 % Olefinen und 30 % KW die 100° mit 70 % Olefinen erhalten. Die Temperaturen betragen $140 - 150^\circ$. Das Kreislaufverhältnis betrug 1 : 8. Das $CO : H_2$ Verhältnis wurde dem Verbrauch angepasst und beträgt 1 : 1,6. Der Durchsatz betrug 2 l/g Co und Stunde d.h. er war gerechnet auf Kubikmeter Olefingehalt gleich geblieben. Kontakte verschiedener Reduktionswerte zeigten, dass niedrigere Reduktionswerte wesentlich günstiger bezüglich der C_4 -Bildung sind. Die Versuche laufen zur Zeit bei normalem Druck, sollen aber nach einiger Zeit auf Kreislaufdruck umgestellt werden.

Isomerisation von Butylen.

Die Isomerisation von Butylen wurde an Granusil, Superfiltral, Ipatieff-Kontakten und sauren Aluminiumphosphatkontakten untersucht. Im günstigsten Falle konnte der Gehalt an Isobutylen verdoppelt werden.

Isomerisierung von n-Heptan mittels $AlBr_3$.

Eine Temperaturerhöhung während der Reaktionszeit scheint auf die Umsetzung keinen oder einen ungünstigen Einfluss zu haben. Während bei Raumtemperatur ca. 54 % Isomere entstehen und ca. 46 % n-Heptan unverändert bleiben, wurden bei einer Versuchstemperatur von 50° nur etwa 45 % Isomere und bei Siedetemperatur (90°) nur etwa 35 % Isomere festgestellt.

Versuche zur Isomerisation von AK-Benzinen (hydriert)

Bei der Isomerisation von AK-Benzin (hydriert) konnten bis jetzt noch keine einheitlichen Resultate erzielt werden, da die Schwankungen in der Klopfzahlbestimmung ausserordentlich gross sind.

Der Gesamtbeschäftigungsstand war im Durchschnitt des Monats Januar 1939 1.404 Arbeiter, davon für die Verladung vorübergehend 131ig 69 Arbeiter.

gez. Martin.

Die Produktion der Anlage zur Herstellung von Feinraffinerie betrug 538 t. Es wurden 529 t zum Versand gebracht. Entsprechend dem Wunsche unserer Lizenznehmer wurde auch in Berichtsabchnitt wieder Masse verschiedener Korngrößen hergestellt.

Über die Tätigkeit unseres Laboratoriums ist folgendes zu berichten:

Nachbehandlung.

Die Nachbehandlung mit Aluminiumchlorid wurde in den Vordergrund gestellt, da die mit Schwefel nachbehandelten Öle in Schwefeltest und Geruch dem Benzolverband nicht genügten. Besonders vorteilhaft scheint nach den bisher vorliegenden Versuchen die Nachbehandlung nicht des fertigen Öles, sondern der gesamten oberen Schicht unmittelbar nach der Synthese zu sein.

Isomalisierung.

Mit Magnesium-Chromoxyd-Kontakten traten im halbtäglichen Betrieb Schwierigkeiten infolge Staubbildung der Kontakte auf.

Mit Aluminiumoxyd-Chromoxyd-Kontakten gelang es, ein sehr feines staubfreies Korn zu erzeugen, das den Übergang zum senkrechten Ofen wieder gestattete. In einem 2 m hohen Ofen von 10 mm ϕ , der mit Umwälzgas beheizt war, konnten die Laborversuche nunmehr durchaus benütigt werden. Bei 40% Aromatengehalt wurden mit den neuen Kontakten und senkrechten Ofen 20 % Flüssigkohlenanteile und bei 60 % Aromatengehalt 80 % Flüssigkohlenanteile aus der 100 - 200° Fraktion erhalten. Es gelingt durch bestimmte Zusätze (Kobalt, Thorium, Nickel, Mangan) die Aluminium-Chromoxyd-Kontakte noch zu aktivieren. Die Kontakte arbeiten bei verhältnismäßig niedrigen Temperaturen. Ein Kontakt hat zur Zeit ca. 14 Tage in Betrieb und zeigt noch keinerlei nachlassende.

Versuche zur katalytischen Krackung.

Es wurden Versuche der katalytischen Spaltung der Mittelfraktion bei 490° durchgeführt. Das erhaltene, zwischen 30 und 165° siedende Benzin hatte bei einem Olofing-

halt von ca. 30 % eine Oktanzahl von 87, nach erfolgter Hydrierung eine solche von 70 (Motorenmethode), die nach Bleisatz auf 89 (Motorenmethode) heraufging. Benzinqualität, Sulfanfall und sonstigen Verhalten entsprechen etwa den amerikanischen Erfahrungen, auch hinsichtlich des iso-Buthylengolies.

Druckkreislaufversuche.

Der nunmehr seit 6 Monaten in Betrieb befindliche Ofen liefert z. Zt. 115 - 120 g/m³ Idealgas an nutzbaren Produkten bei 65 % Umsatz. Der Kontakt bildet 6 - 7 % CH₄ und 2 - 3 % C₂H₆, gerechnet auf umgesetztes Gesamt-CO + H₂. Er bildet fast gleiche Teile Gasol und Benzin. Das Benzin hat 70 % Olefine, bis 200° gehen 85 % der gesamten Kohlenwasserstoffe über. Die Gasole haben folgende Zusammensetzung:

- 1,2 % iso-Buthylen,
- 70 - 72 % Buthylen und Propylen,
- 7 - 8 % Äthylen,
- 20 % C₃ und H₄-Gesättigte.

Isomerisierung in Gegenwart von AlCl₃.

Die Versuche mit n-Oktan und n-Heptan zeigen, dass beide Verbindungen in Gegenwart von Aluminiumchlorid bei gleichzeitiger Anwendung von Salzsäure mit recht hoher Geschwindigkeit isomerisiert werden. Borfluorid ist für die Isomerisierung von n-Heptan als unwirksam gefunden worden. Die Resultate bei hydriertem AK-Benzin 100 - 150° sind noch nicht gut reproduzierbar. Es wurden zum Teil Oktanzahlsteigerungen bis zu 43 Einheiten beobachtet. Ähnliche Steigerungen wurden bei Drucksynthesebenzin festgestellt.

Der Gesamtbeschäftigungsstand war im Durchschnitt des Monats Dezember 1938 1.490 Arbeiter, davon für die Vorladung vorübergehend tätig 84 Arbeiter.

gez. Martin.

Kohlen ist wieder schlechter. Anfang Dezember war ein Lagerbestand an Steinkohlen praktisch nicht vorhanden. Der Lagerbestand an Muschkohlen betrug rd. 1.100 t.

Die Stickstoffproduktion betrug rd. 4.100 t N. Es bestand in den ersten Tagen des Berichtsabschnitts Gasmangel, hervorgerufen durch eine Reparatur am Kokogasgebläse in Osterfeld.

Die Montanalkalipoterproduktion wurde gesteigert. Die Erzeugung von Kaliumalkalipoter blieb etwas hinter dem Programm zurück. Die Verladezeit setzte am 10. November ein. Es machte sich ein starker Wagenmangel bemerkbar, sodass nur 60 % der täglich angeforderten Wagen von der Reichsbahn gestellt werden konnten.

In der Salpetersäureanlage hatten wir eine Reparatur an der Turmanlage 1. Die etwas verminderte Salpetersäureproduktion ist auf diese Reparatur zurückzuführen. Die Äthananlage war an 22 Tagen in Betrieb. 7 Tage gehen vereinbarungsgemäß zu Lasten der Chemischen Fabrik Holten.

Die Produktion der Katalysatorfabrik betrug im Berichtsmonat 111 Ofenfüllungen, welche insgesamt auch zum Versand gelangten. Es wurden regeneriert 75,2 t Kobalt, 7,5 t Thoriumoxyd und 2,5 t Magnesiumoxyd.

Im Berichtsmonat wurden 513 t Feinreinigungsmasse hergestellt, von welchen 501 t zum Versand gelangten. Die Anlage musste im Verlauf des Monats einige Male zwecks Erzeugung von Masse verschiedener Korngröße umgestellt werden, wodurch ein gewisser Produktionsausfall eintrat. Durch verschiedene Änderungen an den Vibratoren gelang es, den Staubgehalt der fertigen Masse zu verringern.

Über die Tätigkeit unseres Laboratoriums ist folgendes zu berichten:

Nachbehandlung unserer Schmieröle.

Die verschiedenen Nachbehandlungs-Methoden für das synthetische Rohöl wurden nochmals durchprobiert, um sichere Grundlagen für die Grossproduktion zu haben, die bald anfahren wird.

Aromatisierung.a) Labortests.

Die vergleichenden Versuche mit den AK-Benzinfraktionen von der Normaldrucksynthese 85 - 105°, 100 - 150°, 150 - 200° und 100 - 200 wurden zunächst abgeschlossen. Es ergibt sich folgendes Bild:

1) Die Stärke der Cracking zu gasförmigen Kohlenwasserstoffen ist lediglich abhängig von der Temperatur, sie ist nahezu unabhängig von der Art des Ausgangsproduktes und von der Einzelmenge. Sie beträgt für alle oben angeführten Benzinfraktionen z.B. für eine Temperatur von 500° ca. 10 - 12 Gew.%

2) Die anfallende Wasserstoffmenge ist zum kleinen Teil besonders bei den hochsiedenden Fraktionen auch an der Zersetzung der gebildeten Aromaten zu C bzw. zu CH entstanden, sie beträgt bei einem Flüssigprodukt mit 40 Vol% Aromaten etwa 3 - 4 Gew.%

3) Die Bildung von Kohlenstoff bzw. Produkten der Zusammensetzung $(CH)_n$ auf der Kontaktoberfläche kann mit ziemlicher Genauigkeit durch die Beziehung: Verlust = f . (Konz. der Aromaten im Flüssigprodukt)² wiedergegeben werden. Der Faktor f berücksichtigt in der Hauptsache die verschiedene Stabilität der gebildeten Aromaten. Bei 40 Vol% Aromaten im Flüssigprodukt z.B. beträgt die Menge an gebildetem "CH"

für die Fraktionen 85 - 105°	2 - 3 Gew.%
100 - 150°	5 "
150 - 200°	9 "

Dementsprechend liegt der Wert für die Fraktion 100 - 200° als Mittel der beiden letzten Fraktionen bei ca. 7 Gew.%

Als Schlussfolgerung dieser Erkenntnis ergibt sich, dass es im Wesentlichen gleich ist, ob man die Fraktion 100 - 200° als scharf geschnittene Einzelfraktionen oder als Gesamtprodukt aromatisiert.

Die Fraktion 100 - 200° kann mit frischem Kontakt auf einen Aromatengehalt von ca. 40 Vol% (O.Z. 55 - 60) mit durchschnittlich 79 Gew.% Flüssigausbau, d.i. etwa 81 % der theoretisch möglichen Flüssigausbau, 3 Gew.% H₂, 11 Gew.% Crackgas und 7 Gew.% CH gebracht werden. Diese Aromatisierung

genutzt, um in Mischung mit dem unter 100° siedenden AK-Benzin in einer Gesamtanbaute von ca. 89 Gew.-% ein bis 200° siedendes Motobenzin mit einer O.Z. von 65 - 70 herzustellen.

Bessere Ausbeuten werden wegen der kleinen CH-Verluste und der Dank der etwas besseren Aromatisierbarkeit dieser Fraktion tieferen Reaktionstemperatur bei der Aromatisierung der C₇-Fraktion von AK-Benzin erzielt. Bei einem Aromatengehalt des Flüssigproduktes von ca. 40 Vol-% ergeben sich etwa folgende Zahlen: 89 Gew.-% Flüssigausbau, d.h. etwa 92 % der theoretisch möglichen Flüssigausbau, 3 Gew.-% H₂, 6 Gew.-% Crackgas und 2 Gew.-% CH.

b) Katalytischer Versuche.

Verschiedene neue Ergebnisse wurden nicht erzielt. An Arbeiten wurden durchgeführt z.B. Umänderung des Vergasers zur Vermeidung der Bildung gefärbter Flüssigprodukte, Untersuchung der Zwischentlenkung mit N₂, H₂ und Wasserdampf bei der Regenerierung, Brennvorversuche zur Feststellung der Crackung und Kohlenstoffbildung in neuen und gebrauchten Sicromalrohren und dergl.

Druckversuche.

Die Druck-Kreislaufversuche zur Synthese von Benzin aus polymerisierbaren Gasolen werden fortgeführt. Durch Veränderung der Temperatur, des Druckes und der Strömungsgeschwindigkeit konnten die früheren Resultate noch verbessert werden. Es fallen nunmehr ca. 50 % Gasole mit 80 % Olefinen an, mit ungefähr 45 % bis 200° siedende Benzine mit 60 - 70 % Olefinen. Das Benzin hat nach Granooilbehandlung eine OZ von 63. Nach Benzin der entsprechenden Menge Polymerbenzin würde ein Benzin mit der OZ 80 resultieren. Zur Reproduktion dieser Versuche wurde eine weitere Apparatur erstellt. Die Versuche mit abgeänderten Kontakten, insbesondere Hg-Kontakten wurden fortgeführt. Dem Betriebsalter der Kontakte beträgt ca. 1.200 Stunden.

Isomerisierung.

a) Versuche zur Isomerisierung von n-Heptan mittels AlBr₃ wurden fortgeführt. Eine Verlängerung der Versuchsdauer von

12 auf 40 Stunden zeigte keine Steigerung der Menge an Isomeren. Die Wirksamkeit des gebrauchten Katalysators, die sehr rasch nachlässt, kann durch Zugabe von kleinen Mengen frischen Katalysators verlängert werden.

3) Die Versuche zur Isomerisierung von AK-Benzin unter Anwendung von $AlCl_3$ an Stelle von $AlBr_3$ wurden fortgesetzt. Dabei zeigte sich, dass das $AlCl_3$ nur bei olefinhaltigem Benzin die flüssige Kontaktform annimmt, während es bei hydrierten, olefinfreien AK-Benzin eine feste krümelige Masse bildet. In diesem Fall ist auch die Steigerung der Oktanzahl nur gering.

Polymerisation.

a) C_2H_4 -Polymerisation mit Kondensatbenzin (-70° siedend) zusammen. Die Siedekurve der erhaltenen Benoline liegen ungenügend (bis 200° ca. 80 Vol% bei einer 20%igen C_2H_4 -Polymerisation), da die Olefine des Kondensatbenzins bei den scharfen Bedingungen für die C_2H_4 -Polymerisation zu hoch polymerisieren.

b) C_2H_4 -Polymerisation mit AK-Benzin Zusatz ($140 - 200^\circ$)

c) C_2H_4 -Polymerisation mit AK-Benzin Zusatz ($200 - 300^\circ$) (vollkommen hydriert JZ = 0,7). Sowohl bei einer 50 %igen wie bei einer 90 %igen C_2H_4 -Polymerisation liegt das Siedende in diesen Fällen bei ca. $300^\circ C$. Der Zusatz von Benzin hat nur den Vorteil der Katalysatorerhaltung. Eine Überpolymerisation von C_2H_4 ist bis jetzt dadurch nicht verhindert worden.

d) Die H_2CO_4 -Polymerisation ist nebenher in Angriff genommen worden. Doch ist man über eine 45 %ige Polymerisation noch nicht hinausgekommen, da die parallel auftretenden Esterbildungen noch nicht ausgeschaltet werden konnten.

Prakt. Destillation und organische Analyse.

Die Untersuchung der Reaktionsprodukte der Isomerisierungsversuche an n-Heptan wurden fortgesetzt. Als Grenze zwischen dem nicht umgewandelten n-Heptan und seinen Isomeren wurde 91° beibehalten, da es sich durch eine sorgfältige Destillation der schwerer zu trennenden Fraktion zwischen $91 - 97^\circ$ zeigte, dass letztere nur eine Mischfraktion von

n-Heptan und 2-Methylhexan (SP = 90°) vorstellt. Es liegen hier also zwischen 91 und 97° keine weiteren Isomeren des n-Heptans vor.

Weiterhin wurde ein von Dehm erhaltenes Reaktionsprodukt (Nr. 25) untersucht. Ferner wurde im Gesamt-AK-Benzin der Prozentgehalt der 93 - 99° Fraktion d.h. der Hepten-Heptan führenden Fraktion ermittelt und die angrenzenden Fraktionen von 70 - 73° und 93 - 120° auf die Frage hin untersucht, ob es sich um Mischfraktionen oder Isomeren des Heptens und Heptans bzw. Oktens und Oktans handelt. Diese Arbeit ist noch nicht beendet.

Lehrlingsunterricht.

In Lehrlingspraktikum wurde in allen drei Stufen die Bestimmung des spezifischen Gewichts flüssiger und fester Stoffe geübt, in der dritten Stufe ausserdem der Nachweis einiger organischer Säuren.

Der Gesamtbeschäftigtenstand war im Durchschnitt des Monats November 1938 1.470 Arbeiter, davon für die Verfertigung vorübergehend tätig 66 Arbeiter.

gez. Martin

immer noch in KÜbel- oder Kalkwagen. Da diese Wagen von Hand entleert werden müssen, verteuert sich das Einbunkern der Kohle entsprechend.

Wie auf Seite 2 ersichtlich, konnten wir infolge rechtzeitiger Fertigstellung der Sommerreparaturen die Stickstoffproduktion über das vorgesehene Programm hinaus um 330 t N im Berichtsmonat erhöhen. Es wurden im Kompressorenhaus die Wasser- und Laugetürze der Kokogaswäsche 6 der vorgeschriebenen Druckprüfung und inneren Untersuchung unterzogen. Dieselbe Prüfung fand bei den Synthesen 3 und 5 statt.

Im Berichtsmonat wurde der Düngemittelversand eingestellt, da die jährliche Überholung der Verladeapparatur fällig war. Die Düngemittelproduktion verlief ohne Störung.

Der Betrieb in der Salpetersäure-Anlage arbeitete ebenfalls programmgemäß und störungsfrei.

Der Sauerstoff-Abatz erhöhte sich, wie aus Seite 2 hervorgeht, um rd. 21.000 cbm infolge erhöhter Abnahme der GHD. Dagegen konnte der Abatz an Motoren-Methan auf 12.799 kg gesteigert werden.

In der Katalysatorfabrik wurden insgesamt 114 Ofenstellungen, von welchen 111½ zum Versand gelangten, produziert. Im Berichtsmonat wurden regeneriert 70 t Kobalt, 6,7 t Thoriumoxyd und 1,8 t Magnesiumoxyd.

In der Feinreinigungsmaschinen-Werkstatt wurden 365 t Feinreinigungsmaschinen hergestellt, zum Versand gelangten 360 t. Der geringere Beschäftigungsgrad im Oktober wurde dazu benutzt, um den bereits geplanten Umbau des Antriebes eines Feinreinigungsmaschinen durchzuführen.

Über die Tätigkeit unseres Laboratoriums ist folgendes zu berichten:

1) Schmieröl.

Es wurden verschiedenste Versuche gemacht, um das Öl mit einem Oxydationstest nach Normen des Benzolverbandes herzustellen, sodass in Gegenwart von Graugussstücken und Legiermetallstücken die Oxydation in 15 h bei 150° durch Durchleiten von 5 l Luft/h auf 50 g Öl keinen autokatalytischen beschleunigten Anstieg zeigt.

Durch Vorbehandlung mit Granosil und darauf fol-

genden Schwefeleintau in der Form, dass der Schwefel in Gegenwart von Granonil in der Hitze aus einem geschwefelten Hilfsöl übertragen wird, zeigten sich die besten Ergebnisse:

2) Aromatisierung.

Die Versuche der Aromatisierung der Benzinfraktionen des Primärprodukts wurden im halbertechnischen Maßstab fortgesetzt.

2) Drucksynthese.

Es zeigte sich bei den Druckkreislaufversuchen, dass mit Erhöhung der Strömungsgeschwindigkeit bei gleichzeitiger scharfer Herausnahme der Gasole mittels A-Kohle unter Druck, bei erhöhten Reaktionstemperaturen sich eine wesentliche Verschiebung der anfallenden Produkte erreichen lässt, so konnte bei einem Kreislaufverhältnis von ca. 1 : 4 - 1 : 5 folgende Produktzusammensetzung erzielt werden

35 - 36 % Gasole mit 60 - 75 % Olefinen

54 - 55 % Benzin mit Siedende 210° ,

65 % Ungesättigten und 0.2. 52°

Außerdem fallen an:

ca. 5 % Paraffin,

5 - 6 % Schwerebenzin und Dieselöl,

10 % gesättigte Gasole.

Die Ausbeute betrug im 4-stufigen Verfahren ca. $125 - 130 \text{ g/m}^3$ einschl. Gasole.
 Tk. Temperatur: 222° .

Falls man die ungesättigten Gasole polymerisiert, erhält man ca. 90 % Benzin mit einer Dichte von ca. 0,705 und einer Oktanzahl von 74.

Nebenher wird bei normalen Bedingungen der Drucksynthese - ohne Kreislauf - ein Co-Th-Ag-Kieselgur-Kontakt untersucht. Bei Temperaturen von 225° fallen überwiegend Benzin-Benzinanteile an mit ca. dem doppelten Gehalt an Olefinen. Dieser Kontakt soll demnächst im Kreislaufversuch betrieben werden.

In der Normaldrucksynthese wurden einige Nickel- und Eisenkontakte untersucht, die auf verschiedene Art hergestellt waren. Bisher konnten noch keine brauchbaren Resultate

festgestellt werden.

4) Isomerisierung.

Die Isomerisierung gelang vorläufig eindeutig nur mit n-Heptan, das wie schon berichtet, sowohl analytisch einen Gehalt von 50 - 60 % Isoomerprodukten aufwies, als auch eine Oktanzahlsteigerung von 38 Einheiten erkennen liess. AK-Benzine enger Siedeschritte, die sorgfältig hydriert waren, ergaben nur eine Oktanzahlsteigerung von 8 - 10 Einheiten. Es könnte dies daran liegen, dass diese Benzine von vorneherein eine gewisse Verzweigung aufwiesen. Ein A-Kohle-Phosphorsäure-Katalysator, der bei 200 - 350° und 100 Atm Druck versucht wurde, ergab noch keine eindeutigen Ergebnisse. Die Durchführung der Isomerisation unter Druck bei ca. 100° ergab bei Heptan praktisch die gleichen Produkte in 12 Std. wie die drucklosen Zimmertemperaturversuche nach 48 Stunden. In den letzten Tagen werden durch Behandlung von AK-Benzin-Fractionen bei Zimmertemperaturen mit AlCl₃ statt mit AlBr₃ gute Oktanzahlsteigerungen erreicht.

5) Fliegertbenzinherstellung.

a) Die Vakuumspaltung bei 100 mm wurde sorgfältig weiter untersucht. Es liegen nunmehr gute Übersichten über die Änderung in Abhängigkeit von Temperaturen und Aufenthaltsdauern vor. Beispielsweise wurden bei 720° Spalttemperatur 78 % Gesamtolefine erreicht neben 10 % Kondensat-Benzin und nur 9 - 10 % gesättigten Gasen, die im wesentlichen aus Methan bestehen. Die Unterlagen sind jetzt soweit gesichert, dass nach Klärung der Frage des notwendigen Rohrmaterials und der Frage der Aufarbeitbarkeit des bei der Spaltung anfallenden Benzins anstelle zu gasförmigen Olefinen an die Herstellung einer halbttechnischen Anlage gedacht werden kann.

b) Polymerisation. In der Polymerisation des Äthylens konnten wesentliche Fortschritte erzielt werden, und zwar durch Zugabe von Benzinfractionen während der Äthylenpolymerisation, die in ihrer Siedelage so bemessen sind, dass sie unter den Polymerisationsbedingungen flüssig bleiben und somit den Kontakt spülen. Kuppelt man diese Maßnahme mit Kreislauführung des Äthylens und Anwendung besonders aktivierter Kontakte,

erlässt mit Sicherheit mit einer günstigen Aufarbeitung
des Abfalls zu rechnen sein.

1) Turborührerstellung.

Unter Mitarbeit von Rheinpreussen wurden die günstigen
Absorptionsbedingungen durch eine grosse Anzahl von
Versuchsreihen festgelegt, in denen ein in seinem Aufbau ver-
änderlicher Rehrer verwendet wurde. Besonders wirksam erwies
sich die Kombination eines Turborührers mit Leit-Blechen.
Ein ausführlicher Bericht ist in Vorbereitung.

2) Lehrkursausbildung.

In Lehrkurspraktikum wurde mit den Lehrlingen der
1. Stufe die Herstellung und Nachweis von CO_2 , Absorption von
 CO_2 aus Luft mit Pyrogallol, Filtrieren und Zentrifugieren,
Trennen von trennbaren Stoffe und Reinigungsmittel durchgenommen.
Die 2. Stufe lernte Begriff und Ausführung von Kristallisation,
Destillation, Sublimation, Schmelzpunkt, Siedepunkt, Löslich-
keit und Lösungen (verd., konz., gesätt. und übersättigt).
Die Stufe 3 lernte nachmal Gesteinsanalysen (Kalk, Dolomit,
Magnesit, Witherit, Gmelin) und begann gegen Ende des
Monats mit dem Nachweis von Kieselsäure und Halogen-Säuren
(F', Cl', Br', J', ClO_3' , ClO_4' , BrO_3' , JO').

Der Gesamtbeschäftigtenstand war im Durchschnitt des
Monats Oktober 1939 1.449 Arbeiter, davon für die Verladung
verantwortlich tätig 62 Arbeiter.

gez. Martin.

Wagen 5 wurde ebenfalls überholt.

Die Düngemittelproduktion wurde programmgemäß durchgeführt. Im Monate auch in diesem Monat noch die Frischproduktion im Melkammangelpeter mit verladen werden.

Die Athan-Crackanlage war an 15 Tagen in Betrieb. 10 Tage Stillstand werden der Chemischen Fabrik Holten in Rechnung gestellt.

Die Motoren-Methanlieferungen betragen im August 2.181 kg (Normonat 25.129 kg) Der Ausfall wurde hervorgerufen durch Reparatur- und Ausbaurbeiten bei der Chemischen Fabrik Holten.

In der Katalysatorfabrik wurden 112 Ofenfüllungen hergestellt, von welchen 109 Ofenfüllungen zum Versand gelangten. Es wurden 59,4 t Kobalt, 6,5 t Thorium und 1,5 t Magnesiumoxyd verarbeitet.

Die Feinreinigerwerkstatt stellte im Berichtsmonat 448 t Feinreinigermasse her. Zum Versand gelangten 448 t. Teilweise der von verschiedenen Lizenznehmern gewünschten verschiedenen Normen waren wiederholte Umstellungen der Anlage erforderlich, die neben Umänderungen im Antrieb eines Passiersiebtes für den Rückgang der Produktion verantwortlich waren.

Über die Tätigkeit unseres Laboratoriums ist folgendes zu berichten:

Lebensmittel.

In einer Reihe von systematischen Versuchen wurde festgestellt, dass

1. die Totkaminationsbeschleuniger allein angewendet wirksam sind,
2. bei Behandlung mit Schwefelchlorür bzw. Arsentrisulfid eine Verbesserung nicht eintritt,
3. bei der Mischung eines geschwefelten Öles mit einem ungeschwefelten Öl sich die schlechten Oxydationseigenschaften des ungeschwefelten Öles durchsetzen,
4. wurde festgestellt, dass bei der Schwefelung mit Beschleuniger eine ein Maximum durchlaufende Schwefelwasserstoffspaltung eintritt,
5. erwiesen sich die mit Schwefel behandelten Öle auch über mehrere Monate als lagerfest.

Isoliervorrichtung.

Der Ofen war nunmehr betriebsfähig. Er wurde nach den Versuchsverfahren im Kopf umgebaut. Das Benzol-Ventil ist geliefert worden. Der Ofen soll im Laufe des Monats September wieder betriebsbereit gemacht werden.

Atomabsorption.

Zur Schaffung des Vorrates an verschiedenen Benzinfraktionen wurden 3.000 l AK-Benzin in verschiedene Fraktionen aufgeteilt.

Eine halbleitende Anlage wurde erstellt, die recht befriedigend arbeitet. Ein zuerst eingebauter Chrom-Molybdän-Nickelrohr ergab zu hohe Gasaufspaltung, während sich ein Platinrohr als wesentlich günstiger erwies. Die Resultate der halbleitenden Anlage liegen nach dem neuesten Stande noch nicht ganz so günstig wie die Laborresultate. Es laufen Versuche, die diese Unterschiede aufklären sollen.

Isomerisierung.

Nach Literatursammenstellung und Berechnung der Gleichgewichtslagen auf Grund der von der UOPC veröffentlichten freien Energien erschien es am günstigsten, bei Zimmertemperatur mit Aluminiumchlorid bzw. Aluminiumbromid zu arbeiten. Versuche, über Aluminium und Salzsäure bei höheren Temperaturen zu isomerisieren, mißlingen. Aluminiumchlorid erwies sich bei Normaldruck als zu starker Spaltungskatalysator. Einen Effekt erhielten wir bei Aluminiumbromid bei Zimmertemperatur, und zwar verläuft nicht in der Richtung, dass bei Verwendung z.B. von n-Heptan iso-Heptan gebildet wurde, sondern in der Richtung, dass niedriger und höher als Heptan siedende isomerisierte Kohlenwasserstoffe entstehen.

Vorbereitung von Flugertensin.a) Spaltung von Dieselöl.

Die Hochtemperaturspaltung von Dieselöl konnte bei Inverlung eines Vakuums von ca. 100 mm bei Temperaturen von ca. 750 - 800° abgeführt werden, dass bis zu 76 % gasförmige Stoffe entstanden.

1) Es wurde festgestellt, dass bei der Hydrierung von Polymerbenzin über die Oktanzahl abnimmt, die Bleisempfindlichkeit aber ansteigt, dass die Entoktanzahl der hydrierten, gebleiten Benzine höher liegen, als die unhydrierten, gebleiten Benzine. Bei Fraktionen unter 3 wurden Oktanzahlen von 90 erreicht.

2) Die Polymerisation der bei der Dieselölcrackung entstehenden gasförmigen Olefine ergibt noch Schwierigkeiten hinsichtlich der Polymerisation des Äthylens, das wesentlich langsamer polymerisiert wird als Propylen und Butylen. Diese Schwierigkeit kann dadurch überwunden werden, dass entweder die Dieselölcrackung über Katalysatoren bei niedrigen Temperaturen durchgeführt wird, um die Äthylenmenge herabzusetzen, oder dadurch, dass die Polymerisationskatalysatoren für Äthylen aktiv gemacht werden, was vielleicht durch Zusatz von Silbersalzen geschehen kann. Auch an eine zweistufige Polymerisierung kann gedacht werden.

Alkoholverstellung.

Die bei der Verseifung auftretenden Schwierigkeiten konnten auch in der Grossapparatur beseitigt werden.

Thoranhydrid.

Es mit 2 % Uranzusatz hergestellter Kobalthorium-Kontakt brachte nur 10 % über 300° siedende Kohlenwasserstoffe, die flüchtigen Kohlenwasserstoffe betragen über 60 % der Gesamtproduktion. Der Kontakt reagiert unter CO₂-Bildung. Der Olefingehalt und Dichte liegen höher als bei Normalbenzin. Die H₂-Bildung ist gering. Eine Oktanzahlbestimmung des Produktes steht noch aus. Die Dichte liegt höher als bei Normalbenzin gleicher Dichtelage.

Der Gesundheitszustand war im Durchschnitt im Monate August 1939 1.434 Arbeiter, davon für die Verladung umgerechnet 1416 Arbeiter.

gez. Martin

Es wurde im Berichtmonat mit den termingemässen Überholungsarbeiten im Kompressorenhaus begonnen. Überholt wurden Koksgas-treiber 4 und Stickstoffkompressor 1 sowie Gemischkompressor 3. Die Venturi-Wärme von Koksgaswäsche 1 und 3 wurden der vorge-schriebenen inneren Unterauchung unterzogen.

In der ersten Monatsmitte des Juli setzte ein unge-wöhnlich starker Versand an Stickstoff-Düngemitteln ein, der nur mit Überstunden bewältigt werden konnte. Es musste auch im Berichtmonat bei Kaliumsalpeter die Frischproduktion mit verlaten werden.

Die Athanocrackanlage war an 9 Tagen in Betrieb. Es verliefen 27 Tage Stillstand der Chemischen Fabrik Holten in Anbahnung gesät.

Die Methanlieferungen betragen 25.129 kg.

In der Katalysatorfabrik wurden 105 Ofenfüllungen erzeugt. Von Versand gelangten 103 Ofenfüllungen regeneriert worden 56,4 t Kobalt, 6,4 t Thoriumoxyd und 0,7 t Magnesiumoxyd.

Die Produktion der Feinreinigerwerkstatt betrug im Berichtmonat 520 t. Die Gesamtproduktion wurde versandt. Die geringere Produktion war bedingt durch die Herstellung einer Feinreinigermaschine mit besonderer Körnung, wie im Bericht über den Monat Juni bereits erwähnt. Wir hatten wiederholt einige apparative Störungen, die durch entsprechenden Umbau beseitigt wurden.

Über die Tätigkeit unseres Laboratoriums ist folgendes zu berichten:

Laboratoriumsversuche zur Schmierölherstellung.

Die Schwefelung der Öle zur Verhinderung der Oxydier-barkeit ergaben weiterhin gute Resultate. Der feste Einbau des Schwefels erfordert bei 140° ca. 6 - 8 Stunden. Eine nachträgliche Destillation im Vakuum mit Wasserdampf ist wesentlich, um Kupfer-aktive Produkte zu erhalten. Erforderlich die die Prüfung der Öle im Motor. Sollte diese günstig verlaufen, so dürfte in den oben gekennzeichneten Verfahren eine ohne wesent-liche technische Umbauten und praktisch ohne Ölverlust durchzu-führende wertvolle Behandlungsweise gefunden sein. Sowohl die granulierte wie die aluminiumchlorid-behandelten Öle haben bei

Ergebnisversuchen ein Nachlassen der Oxydationsbeständigkeit gezeigt. Die geschwefelten Öle haben sich bisher bei der Lagerung unversehrt gehalten. Während nach der Sauerstoffbehandlung bei einer konstanten Temperatur von 140° die unbehandelten Öle nach 3 Stunden eine Verseifungszahl von 19,5 aufwiesen, liegen die geschwefelten Öle unter den gleichen Bedingungen bei 0,4.

Acetylenanlage.

Der Ofen war im ganzen Monat ohne die geringste Störung und ohne Unterbrechungen in der CH_4 -Umsetzung in Betrieb. Die Vorkammer wurde zuerst in ihren Einzelteilen und in der letzten Woche des Monats in ihrer Gesamtheit mit vollem Erfolge gefahren. Die Anbringung von Kondensstüpfen zwecks Einregulierung des Wasserstandes in den Türmen erwies sich als sehr zweckmäßig. Die Diacetylenauswaschung in Turm 1 war 100 %ig, der Acetylenabtrieb in Turm 2 über dem Vorwaschwasser war ebenfalls praktisch 100 %ig, wobei wie gerechnet 80 % des Diacetylens im Wasser zurückblieben. Die Acetylenauswaschung in Turm 3 war mit 98,5 % der theoretischen Wassermenge 98,5 %ig trotz der verhältnismäßig geringen Wäschrhöhe von nur 7 m. Die zusätzliche Durchspülung zwecks Erhalt eines über 99 %igen Reinacetylens in Versäuerungsturm 4 ergab wie berechnet mit 15 - 20 % Acetylenabtrieb die gewünschte Reinheit. Der Acetylenabtrieb in Turm 5 ergab gleichfalls die früher erhaltenen Werte.

Ignitionsierapp.

Die im vorigen Monatsbericht geschilderten Kontakte wurden weiter entwickelt. Sie gaben ohne wesentliche Spaltung sowohl für Olefine wie für Paraffine 50 - 90 % Aromatenausbeute bei dem einmaligen Durchgang. Ihre Haltbarkeit scheint gut zu sein. Sie sind bereits 3 - 4 Wochen ohne jegliche Ermüdung in Betrieb gewesen. Es gelingt mit diesen Kontakten, AK-Benzinfraktion und Crackbenzinfraaktion ebenso gut wie reine Olefine und Paraffine umzuwandeln. Sowohl die Hexan- wie die Heptan-, Oktan- und Nonanfraktionen werden aromatisiert.

Paraffin-*crackung.*

Bei der Crackung von Paraffin auf Dieselöl wurden neben 7 - 10 % Gas und 20 - 25 % Benzin ca. 65 % Dieselöl erhalten. Die etwas zu hohen Benzinausbeuten liegen wohl wesentlich daran, dass die Kolonne noch nicht sauber schneidet und so einen Teil des Dieselöles im Recyclo lässt.

Drucksynthese.

Kontakte verschiedenen Auswaschungsgrades ergaben, dass der Reduktionswert bei der geringsten Auswaschungsstufe am höchsten war. Ein teilweiser Ersatz des Thoriums durch Uran bzw. Silberoxyd verstärkt anscheinend die Aktivität. Bei den Silberkontakten liegen die Reduktionswerte ausserordentlich hoch. Es scheint, als ob ein Gehalt an Alkali die Reduzierbarkeit der Kontakte stark beeinflusst. Die Kontakte befinden sich zzt. noch in Prüfung. Die Öfen mit ringförmigen Querschnitt (innere und äussere Kühlung) werden in ihrer Wirksamkeit mit den Öfen mit kreisförmigen Querschnitt verglichen. Die Verluste liegen bei allen Versuchen unter 1 %, die Ausbeuten liegen normal.

Wasserzucht.

Es wurde eine Methode zur Bestimmung der Hydroxylzahl entwickelt. Die Anwesenheit alkoholischer Gruppen in sehr kleinen Mengen konnte nachgewiesen werden. Ebenso scheinen konjugierte Doppelbindungen sich in den Ölen zu befinden.

Alkoholverarbeitung.

Die Absorption wurde mit mehrfach regenerierter Schwefelsäure durchgeführt, die Säure erwies sich als durchaus brauchbar. Die technischen Fragen der Säureregenerierung sind in der Zwischenzeit mit Lurgi, Bazag und Kühnel, Kopp & Kausch teils geklärt worden, dass eine Vorverdampfung bis zu 63 % in verbleitem (kupferhaltigen Edelblei) Vogel-Busch-Verdampfern oder Tabern vorgenommen wird und anschliessend eine Eindampfung in einer Ferrosiliziumapparatur oder in Perlitguss auf 75 % erfolgt. Bei der Verzeifung in einem verbleitem 200 Liter-

Prozesse iraten durch Olefinabspaltung Schwierigkeiten auf. Die im vorigen Monatsbericht erwähnte Beseitigung der Schwierigkeiten durch Einbau einer Bleischlange erwies sich als experimenteller Irrtum. Es konnte durch Laborversuche nachgewiesen werden, dass die verwendeten Materialien Blei, Steine etc. an der Olefinabspaltung nicht schuld sind. Da im Labor in wesentlich dünnerer Schicht ca. 10 cm, im Betrieb ca. 1 m ausgekocht wird, liegt die Vermutung, dass durch diese hohen Schichten ein Wärmestauen und damit eine Überhitzung eintrat. Ein mit niedrigerer Schicht durchgeführter Versuch im grossen ergab auch tatsächlich eine wesentlich geringere Ölspaltung. Nach Vorschlag von Dr. Grimme, Rheinpreussen, wurden ferner Verseifungen unter Zusatz von Benzol durchgeführt aus der Überlegung heraus, den niedrigen Siedepunkt des acetropen Gemisches auszunutzen. Tatsächlich hatte auch dieser Versuch den gewünschten Erfolg der Beseitigung der Olefinabspaltung. Bei Rheinpreussen werden zur Zeit weitere Verseifungsversuche durchgeführt und eine landwirtschaftliche Verseifungsanlage ausprobiert.

Isomerisation.

Über die bisher erschienenen Arbeiten über Isomerisation wurde von Herrn Dr. Stuhlpfarrer eine Zusammenstellung gemacht. Der Versuch, n-Heptan über Ipatieff-Kontakten bei 100 Atm und 110° zu isomerisieren, ergab vorläufig keinen Effekt.

Der Gesamtbeschäftigungsstand war im Durchschnitt des Monats Juli 1930 1.412 Arbeiter, davon für die Verladung vorübergehend tätig 60 Arbeiter.

602. Martin.

Russie.

Die Athen-Crackanlage war an 18 Tagen in Betrieb. Die Stillstandstage gehen vereinbarungsgemäss zu Lasten der CFH.

Die Methanlieferungen mit 25.324 kg lagen unter der Pflichtliefermenge von 40 t im Monat. Der flüss. NH_3 -Absatz blieb entsprechend an.

Die Produktion der Katalysatorfabrik betrug 88 Ofenfüllungen die vollzählich zum Versand kamen. Es wurden 50 t Cobalt, 6,3 t Thoriumoxyd und 240 kg Magnesiumoxyd regeneriert. In den nächsten Monaten werden 110 bis 120 Ofenfüllungen hergestellt werden.

Die Produktion in der Feinreinigerwerkstatt betrug 511 t. Es wurden 514 t versandt. Die Produktion war etwas geringer, weil wir in der Anlage die Herstellung einer Feinreinigermasse mit besonders kleinem Korn durchgeführt haben. Diese Feinreinigermasse wird zum ersten Mal bei der Ruhrbenzin im Betrieb probiert.

Über die Tätigkeit unseres Laboratoriums ist folgendes zu berichten:

Halbtechnische Versuche zur Schmierölherstellung.

In der halbtechnischen Anlage wurden für Versand zu Versuchszwecken einige mit Granosil nachbehandelte Öltypen hergestellt.

Dem Benzol-Verband wurde besonders ein mit Aluminiumchlorid nachbehandeltes Öl zur Verfügung gestellt. Bei den Fahrversuchen auf dem Nürburgring in Opel Blitz-Lastwagen erwiesen sich alle Öle als durchaus gut. Das oben genannte Öl dürfte etwa dem Tealoline gleichwertig sein.

Laboratoriumsversuche zur Schmierölherstellung.

Die Nachbehandlung mit Granosil wurde weiter studiert. Die Behandlung der Öle mit etwas Schwefel in Gegenwart von Beschleunigern hat weiterhin sehr günstige Resultate hinsichtlich Erhöhung der Oxydationsbeständigkeit ergeben. Durch eine Kombination von Granosil- und Schwefel-Behandlung dürfte die Aussicht bestehen, mit sehr kleinen Verlusten gut halbare Öle zu bekommen, von denen auch eine gute Lagerstabilität zu erwarten ist.

Eine weitere Möglichkeit zur Herstellung oxydationsbeständiger Öle scheint sich durch Fahren der Synthesen bei hohen Temperaturen zu ergeben, doch dürfte hier ein starker Ausbeuteverlust eintreten.

Paraffin cracking.

Die Crackversuche zur Herstellung von Dieselöl aus Paraffin wurden aufgenommen. Das Ausgangsprodukt musste im Vakuum nachdestilliert werden, um wirklich 320° als Siedeanfangspunkt zu erreichen. Es erwiesen sich kleine Umbauten der Anlage als notwendig.

Acetylenanlage.

Der Acetylenofen war ab 15.6.38 durchlaufend in Betrieb. Verschiedene Änderungen, die vorgenommen wurden, haben sich als voll wirksam erwiesen. Bei einem Einsatz von $50 - 80 \text{ m}^3$ 65er Methan-Fraktion und 0,1 ata Vakuum wurde ein Reaktionsgas mit 8 - 9 % Acetylen erhalten entsprechend 45 % Umwandlung und 40 % Zerstörung. Bei Verschlechterung des Vakuums auf 100 - 120 mm wurden bei nur 40 % Umwandlung 45 % Zerstörung beobachtet.

Irregularisierung.

Das Arbeiten mit A-kohlefreien Kontakten hat recht bemerkenswerte Fortschritte gemacht. Ein besonderer Zersetzungs-kontakt brachte bei einem über 1 monatlichen Betrieb ohne jede Erweichungserscheinung aus Heptan bei einmaligen Durchsatz 52 Gew. % Toluol. Auf die umgewandelten Produkte betrug die Ausbeute 60 % Toluol, also fast gleich der theoretischen Ausbeute. Die Regenerierungszeit konnte nach einatündigem Betrieb auf 24 Stunde gekürzt werden. Reinktan mit der Jodzahl Null konnte über den gleichen Kontakt ebenfalls mit 50 Vol% Ausbeute aromatisiert werden bei einmaligen Durchgang. Es fallen auf Gesamtumwandlung gerechnet 75 % Aromaten an, also etwas weniger als beim Heptan. Störend wirken bei diesen Kontakten die Olefine, die werden polymerisiert und die Polymerisate decken den Kontakt ab. Es werden jetzt Trägermaterialien probiert, die auch die Umsetzung von Olefinen mit befriedigenden Ausbeuten gestatten. Die Kontakte sind bisher gut regenerierbar.

Alkoholherstellung.

Es wurde besonders die Verseifung im halotechnischen Betrieb durchgeführt. Die erst in einem ausgemauerten Gefäß (200 l Inhalt) mit Innenheizung, wobei als Innenheizung Tauchsieder verwendet wurden, durchgeführten Versuche ergaben sehr starke Gasentwicklung, die an den aus dem Flüssigkeitsbade herausragenden überhitzten Teilen des Tauchsieders eintrat. Nach Einbau einer Bleischlange wurde normale Gasentwicklung von ca. 2 - 4 % erhalten. Für die Absorptionsversuche erwies sich die stufenweise Absorption als sehr günstig. Die Regenerierung der Schwefelsäure im halotechnischen Betrieb durch Eindampfen bei 35 mm Vakuum verlief glatt. Die Entschwefelung der Polymerbenzine ergab gleichfalls sehr günstige Resultate. Im ganzen gesehen verlaufen alle Versuche so glatt, dass Rheinpreussen die Anlage bei Ergi fest bestellt hat. Einige Fragen bei der azeotropen Destillation sind noch zu klären.

Polymerisation.

Es wird an dem Auftrag, 300 kg Polymerbenzin herzustellen, gearbeitet. Zu diesem Zweck wurde ein Ofen erstellt.

Drucksynthese.

Die bei der Verwendung von Kobalt-Thorium-Kontakten, deren Trägermaterial aus 70 % Kieselgur und 30 % A-Kohle bestand, beobachtete Alkoholbildung aus Synthesegas wurde näher untersucht. Die anfallenden Produkte bestanden zu 20 % aus Olefinen, 65 % Paraffinen und 15 % Alkoholen, von denen 1 % Äthylalkohol, 2 % Isopropylalkohol, 5 % Isobutylalkohol, 5 % Isoamylalkohol und 2 % Hexylalkohol waren.

Dehydrierung von Propan.

Aluminium-Magnesium-Oxyd-Gemische, die bei 750° nach längerer Entwässerung kalciniert wurden und mit 4,5 % Vanadiumoxyd versetzt waren, ergaben bei 1 - 1,4 % Äthylen 22,7 % Propylen. Die Regenerierbarkeit der Kontakte war gut. Unter Berücksichtigung der Expansion beträgt die Umwandlung ca. 35 %.

Der Gesamtbeschäftigtenstand war im Durchschnitt des Monats Juni 1932 1.423 Arbeiter, davon für die Verladung vorübergehend tätig 64 Arbeiter.

gez. Martin.

Die Stickstoff-Produktion betrug im Monat April 1.966 t N. Die Äthylenbelieferung der C.F.H. konnte normal durchgeföhrt werden.

Auch im Berichtsmonat mussten die eingehenden Aufträge an Düngemitteln durch die Frischproduktion erledigt werden.

Die Äthan-Crackanlage war an 14 Tagen in Betrieb. 16 Tage Ausfall sind vereinbarungsgemäß der C.F.H. zu berechnen.

Über den Betrieb in der Gasabfüllung ist folgendes zu erwähnen:

Der Absatz an Sauerstoff und Wasserstoff war gegenüber dem Vormonat um ca. 20.000 cbm geringer infolge Ausfall der Lieferung an die GHH. Die Abfüllung in flüss. NH_3 war höher, in der Hauptsache durch erhöhten Verbrauch unserer Katalysatorfabrik. In Auswirkung des vom Benzol-Verein angezeigten Ausbleichs der Absatz-Quote in Treibgas war auch im Berichtsmonat der Versand an Motoren-Methan noch verhältnismäßig gering. (24.926 kg).

Im Berichtsmonat wurden in der Katalysatorfabrik 73 Ofenfüllungen Kontakt produziert, zum Versand kamen 69 Ofenfüllungen. Die geringere Produktion im Monat April ist durch verschiedene Umstellungen in der Kontaktszusammensetzung auf Wunsch von Lizenznehmern sowie auf einige Betriebsstörungen in neuen Anlagenteilen zurückzuführen.

Die Produktion von Feinreinigungsmasse betrug im Berichtsmonat 585 to,
zum Versand gelangten 576 to.

Über die Tätigkeit unseres Laboratoriums ist folgendes zu berichten:

Technische Versuche zur Schmierölherstellung.

Es wurde mit Erfolg die Nachbehandlung synth. Autoöls mit Granwell bei höherer Temperatur durchgeführt. Die erhaltenen Öle sind temperaturbeständiger.

Laborversuche zur Schmierölherstellung.

Aus reinem 1-Hepten, das innerhalb von $0,3^\circ$ siedet, wurde bei Zugabe von 5 % Aluminiumchlorid mit 68,5 % Ausbeute ein Öl mit einer Polhöhe von 1,6 erhalten, eine Polhöhe, die deutlich zeigt, dass die sonst aus niedrig siedenden Fraktionen bekannten verhältnismäßig schlechten Polhöhen lediglich auf

Isomerie-Erscheinungen zurückzuführen.

Autoble konnten mit 2 bis 3 % Aluminiumchlorid bei 160 bis 200° mit Ausbeuten von ca. 70 % thermisch und oxydationsmäßig stabilisiert werden. Bei schweren Ölen kann die Oxydationsbeständigkeit leichter heraufgesetzt werden, sodass die Temperaturanstiegkurven in Sauerstofftest wie Erdölkurven ausfallen.

Aromatisierung.

Der bisher günstigste Bimsstein-Chromoxydzersetzungskontakt hat folgende günstige Fahrweise:

- 1 Std. Reaktion,
- 1 Std. Regenerierung: 5 Min. H₂
 35 Min. Luft
 5 Min. H₂
 15 Min. H₂.

Nach dieser Vorschrift gefahren, konnten bei über 200 Reaktionsstunden Ermüdungserscheinungen nicht festgestellt werden. Aus Reineptan fiel ein nahezu farbloses Produkt an, das bei nahezu 30' Luftenhaltzeit ca. 40 % (Vol%) Toluol enthielt. Oktan aus A.-K-Benzin ging bei diesen Kontakten wesentlich schlechter, es enthielt nach der Reduktion nur 20 % Aromaten. Der Durchsatz bei den Oktanversuchen ist eine Flüssig-Ausbeute von 92 Gew. % bei einem Aromatengehalt von 15 - 20 Vol % und einer Oktanzahlsteigerung von 20 - 30 Einheiten.

Mit AK-Kontakten konnten hydrierte und unhydrierte Oktane und Nonane ausgezeichnet aromatisiert werden. Jedoch ist die Kinetikhaltbarkeit noch unbefriedigend.

Polymerisation.

Es wurde festgestellt, dass die Polymerisation dann besonders günstig verläuft, wenn die Drucke so hoch sind, dass das anwesende Propylen und Butylen in wesentlichen in flüchtiger Phase bei den Umsetzungstemperaturen vorliegt. Der Vorteil äußert sich sowohl in der Erhöhung des Durchsatzes, sowie in einem Zurücktreten der über 200° siedenden, zu hoch polymerisierten Anteile.

Acetylenanlage.

Die Fertigstellung der Acetylenanlage wurde mit

Die alte und neue Salpetersäure-Anlage arbeiteten zufriedenstellend. Es wurden bis zu ca. 43 t N als 50 %ige Salpetersäure täglich erzeugt.

Die Athanacrackanlage war an 21 Tagen in Betrieb.

Die Lieferung von Motoren-Methan betrug im Monat Februar 20.600 kg.

In der Katalysatorfabrik erhöhte sich auch in diesem Monat die Erzeugung an Kontaktmasse, sodass bis auf die Benzin-Fabrik in Ruhland die übrigen Anlagen fast rastlos befriedigt werden konnten. Wir konnten die Katalysatorfabrik in Ruhland soweit beenden, dass mit der Inbetriebsetzung begonnen werden konnte. Es gelang, in Betrieb das neue Reinigungsverfahren zu erproben, sodass bei Verwendung von magnesiumhaltigen Kontakten die Aussicht besteht, die Katalysatormasse billiger herzustellen.

Über die Tätigkeit unseres Laboratoriums ist folgendes zu berichten:

Technische Versuche zur Schmierölherstellung.

Bei den bisherigen Versuchen hatten wir laufend bis zu 10 % unkontrollierbare Crackverluste. Die Anlage wurde sorgfältig überholt, sämtliche Umkehrbögen neu eingeschliffen, das Totspannventil mit längerer Stopfbüchse versehen, mit dem Erfolg, dass die Crackverluste auf 0,5 % zurückgingen, sodass eine einwandfreie Bilanz durchzuführen war. Die von 220-300° siedende Dieselölfraktion wurde in einem ersten Run mit einem Durchlaufverhältnis von 1 : 6 bei einem 95 % Siedepunkt des Crackbenzins von 195 - 200° mit einer Ausbeute von 75 Gew.% gespalten. Im zweiten Abschnitt wurde der 95% Punkt bei 220° gelegt. Die Crackbenzinausbeute stieg dadurch auf 78,2 Gew.%. Die Ausbeute aus den gewonnenen Crackbenzinen ohne Zugabe von Kondensat betrug in beiden Fällen 58 Gew.%. Die Polhöhe der Öle ohne Kondensat-Benzin-Zugabe betrug 1,85. Im ersten Abschnitt mit dem niedrigen Siedepunkt waren 24 % Kondensat-Benzin, gerechnet auf Gesamtcrackbenzin, entstanden. Die Polymerisation dieses stark Kondensat-Benzin haltigen Gesamtproduktes ergab Polhöhen von 2,07. Im zweiten Abschnitt waren nur 14 % Kondensat-Benzin entstanden. Die Polhöhe der erhaltenen Öle betrug in diesem Falle 1,95. Die Maßnahme der Heraufsetzung des Siedepunktes hatte sich also so günstig ausgewirkt, dass

wir ca. 49 % Öl mit ausreichender Polhöhe bei einmaligem Durchsatz erhalten haben.

Es wurden ferner eine Reihe Nachbehandlungsversuche durchgeführt und ca. 20 verschiedene Öle für Spezialuntersuchungszwecke bei Mercedes, Heereswaffenamt und bei den Erprobungsstellen der Reichsluftwaffe fertiggestellt.

Laberversuche zur Schmierölherstellung.

Die nochmalige vergleichende Untersuchung von raffinierten und unraffinierten AK-Benzin ergab einwandfrei im Gegensatz zu den vorher beschriebenen Beobachtungen eine Verschlechterung der Polhöhe. Da das zwischen 200°Atm Druck und 200° Vakuum siedende Material zumindest teilweise als Zwischenprodukt der Ölsynthese anzusehen ist, war eine Ausbeutesteigerung durch Zugabe von Vorpolymerisat zu erwarten und konnte auch vorläufig, allerdings erst in wenigen Versuchen, nachgewiesen werden. Eine Ausbeutesteigerung durch Polymerisation der Crackbenzine nach Aufteilung in verschiedene Fraktionen konnte vorläufig noch nicht nachgewiesen werden. Die Auswirkung einer kurzzeitigen Vorpolymerisation mit kleinen Mengen Aluminiumchlorid und Abtrennung des gebildeten Öles auf die Hauptsynthese wurde weiter verfolgt. Die Kombination der drei Maßnahmen: Verwendung hoher Siedefraktionen, Entfernung des ersten Polymerisationsanteiles und Nachbehandlung der entstehenden Öle ergab Öle mit einem Index von 120 - 130 (Polhöhe unter 1,5) bei guter thermischer Beständigkeit. Die Behandlung der Öle mit schwach mittels Aluminiumchlorid aktivierten Kontaktölen ergab wesentliche Verbesserungen der Oxydationsbeständigkeit. Diese Behandlung wird als besonders wichtig weiterverfolgt, da sie verhältnismäßig gute Ölausbeuten ergibt. Die Nachbehandlung von Bright stocks extremer Viskositäten wurde studiert. Bei günstigen Versuchsbedingungen konnten Stabilitäten bis zu 91 % bei 330° erreicht werden, gleichzeitig wird die Polhöhe der Bright stocks verbessert. Es wurde eine Schnellmethode zur Bestimmung der allgemeinen Reaktivität der Öle entwickelt, die darin besteht, den Temperaturanstieg der Öle mit bestimmten Mengen Schwefelsäure in Dewargefäß in seinem zeitlichen Ablauf zu verfolgen. Nachbehandelte Öle ergaben in 10 Minuten einen Anstieg von 0,5°, Grünring einen von 0,8°, nicht nach-

Behandelte Öle, die mit Kondensatbenzin hergestellt sind, einen Anstieg von 6°. Parallel zu dieser Methode wird eine Schnellbestimmung der Alterungsfähigkeit entwickelt, die darauf beruht, den Temperaturanstieg beim Einleiten von Sauerstoff in ca. 150° heiße Öle in Dewargefäßen zu messen. Es dürfte so möglich sein, bei richtiger Ausbildung der Methode in ca. 10 Minuten Aussagen über die Oxydationsbeständigkeit eines Öles machen zu können. Die Forschungsarbeit würde durch diese Methode sehr erleichtert.

Für Zeiss wurden ein 6er und ein 2er Öl mit extrem niedrigen Dampfdrücken für optische Meßinstrumente fertiggestellt. Für das IWA wurden 6 Proben (1 kg) von hydrierten Ölen, mit und ohne Trikreosylzusatz, nachbehandelten Ölen, extrem mit Ton- und ohne Trikreosylphosphatzusatz und mit den Ölen nachbehandelten hydrierten Ölen fertiggestellt. Mit den Ölen sollen Oberflächenspannungsmessungen durchgeführt werden. Ein nachbehandeltes Öl wurde in der Burgidentillation weitgehend abgetrieben. Es wurde dabei festgestellt, dass die Siedetemperatur für Öle gleicher Viskosität wesentlich höher liegt als bei nicht nachbehandelten Ölen. Da die Siedetemperatur ein Ausdruck für die MolekülgröÙe ist, bedeutet diese Beobachtung, dass die nachbehandelten Öle bei gleicher Viskosität wesentlich höhere MolekülgröÙen haben, ein Ausdruck für ein paraffinischer werden der Öle, da bekanntlich bei gleicher MolgröÙe die Viskosität in der Reihenfolge Aromaten, Naphtenon, Paraffine abfällt.

Destillationsversuche.

Die analytische Erfassung der Kohlenwasserstoffumbildung ist von der Feinfraktionierungsmöglichkeit stark abhängig. Die im Januar beschaffte Bruun'sche Kolonne mit 60 Sprudelbütten arbeitet zwar ausgezeichnet, hat aber den Nachteil, verhältnismäßig große Kolonnenfüllung zu gebrauchen. Sie ist daher weniger für analytische als ausgezeichnet für präparative Zwecke brauchbar. Die Trennschärfe ist hervorragend. Die Trennschärfe der Jansen- und Podbielniak-Kolonne ist z.B. für die Trennung von Aromaten-Paraffin-Gemischen nicht ausreichend, da die theoretische Bodenzahl ungenügend ist. Auf Grund unserer Erfahrungen wurde eine mit Ketten gefüllte 2,50 m hohe Gless-Kolonne, die thermisch sehr gut im Gleichgewicht zu halten ist,

entwickelt. Die bis jetzt vorliegenden Ergebnisse sind durchaus befriedigend.

Alkoholherstellung.

Die ersten Vorversuche ergaben die Notwendigkeit, die Kolonne zu heizen, da die Adsorption bei den herrschenden tiefen Raumtemperaturen ungenügend war. Die Heizung ist in der Zwischenzeit fertiggestellt; Widerstandskontrollthermometer sind eingebaut. Die Versuche wurden zur Zeit unterbrochen, da die Polymerisation von niedrig siedenden Benzinen und Gasolen eiligst studiert werden musste.

Polymerisation von Olefinen und Kondensatbenzinen.

Die Polymerisation wurde mit Ipatieff-Kontakten ohne Zugabe von Wasser durchgeführt mit dem Ziel, aus den Gasolen und dem bis 80° siedenden Benzinanteil möglichst zu 100 % zwischen 60 und 200° siedende Polymer-Benzine hohen Blendwertes herzustellen. Die bisherigen Ergebnisse lassen darauf schließen, dass die Benzine in mehreren Stufen polymerisiert werden müssen, da sonst zu viel über 200° siedendes Produkt entsteht. Der Anteil an diesem Produkt fällt mit milderer Polymerisationsbedingungen. Der Gasolzusatz wirkt sich giedepunktniedrig aus. Aus den Gasolen entstehen unter 80° Benzine, die gleichfalls in einer zweiten Stufe behandelt werden müssen. Die Oktanzahlen der erhaltenen Benzine liegen bei ca. 90; das spezifische Gewicht der Gasol-Benzin-Mischung steigt durch die Polymerisation von ca. 0,6 auf etwa über 0,7 an. Die Aufarbeitung der niedrige siedenden Fischerbenzine durch Polymerisation dürfte sich also sehr günstig auf die Qualität des Gesamtproduktes auswirken. Die notwendigen Polymerisationsbedingungen wie Temperatur, Strömungsgeschwindigkeit und Druck, Anzahl der Polymerisationsstufen, Auswirkung des Gasolzusatzes, Vorbehandlung der Benzine mit Tonsil bezw. Floridin, Nachbehandlung der Polymerisationsprodukte mit den beiden genannten Bleicherden sind die wesentlichsten Programmpunkte dieser Arbeit.

Aromatisierung.

In einem Dauerversuch konnten bei Steigerung der Temperatur von 420 auf 540° in 250 h konstant 15 Vol% Toluol

aus Heptan erhalten werden. Die Regenerierung des AK-Kontaktes bei 450° ergab einen Kontakt, der mit gleicher Anfangsaktivität arbeitete, die Aktivität aber doppelt so schnell abfiel wie die der frischen Kontakte. Die Heptanfraktion erwies sich als geeignetes Ausgangsmaterial. Die Versuche werden mit verschiedenen Kontakten fortgesetzt.

Drucksynthese.

Durch gewisse Umbauten konnte eine weitgehende exakte Dichtigkeit der Apparatur erreicht werden. Die Bilanzen, bezogen auf eingesetzten Kohlenstoff, Wasserstoff und Sauerstoff, geben brauchbare Übereinstimmung bei nur geringen Verlusten. Es wurde vorläufig noch mit normalem Fischerkontakt gearbeitet. Eine Reihe anderer Kontakte sind in Vorbereitung. Eine zweite Apparatur ist fertiggestellt und wird in diesen Tagen angefahren. 2 weitere Drucköfen einfacherer Konstruktion sind gleichfalls weitgehend montiert. Einige normale Prüföfen wurden aufgestellt, ebenso eine Reduktionsapparatur für Kontakte, in der diese in 1,5 cm hoher Schicht reduziert werden können. Die erreichten Reduktionswerte sind befriedigend, die Aktivität von reduzierten Grünkornkontakt ist gleichfalls in Ordnung.

Isomerisierung.

Wie in der Braun'schen Kolonne aus Crackbenzin hergestelltes α -Heptan wurde bei Temperaturen von $200 - 300^{\circ}$ über Franzsil geleitet. Durch Feindestillation wurde das Ausgangs- und Reaktionsprodukt zerlegt. Durch Ermittlung der Dichte und Refraktion in den einzelnen Fraktionen wurde festgestellt, dass das Ausgangsprodukt im wesentlichen aus α -Heptan und das Endprodukt im wesentlichen aus γ -Heptan besteht.

Der Gesamtbeschäftigungsstand war im Durchschnitt des Monats Februar 1938 1.353 Arbeiter, davon für die Verladung vorübergehend tätig 80 Arbeiter.

gez. Martin.

Die Nalkammernsalpeterproduktion um 105 t N gegenüber der im Programm vorgesehenen Menge zurück.

Die Drogenmittelverbindung war stark beschäftigt.

Die Athan-Crackanlage war an rd. 24 Tagen in Betrieb. 7 Tage Stillstand werden vereinbarungsgemäss der C.F.H. berechnet.

Die erweiterte Salpetersäure-Anlage lief ohne besondere Störungen durch.

In der Katalysatorfabrik wurden programmgemäss im Berichtsmonat 65 Ofenfüllungen hergestellt. Zum Versand kamen an unsere Lizenznehmer 67 Ofenfüllungen. Wir regenerierten 47 t Kobalt und 6 t Thoriumoxyd. Die Erweiterung der Kontaktfüll- und Filterstation auf 6 tate Kobalt wurde in Angriff genommen. Der Ausbau der 3. Reduktion wurde beendet und die Anlage in Betrieb genommen.

Die Feinreiniger-Werkstatt arbeitete störungsfrei. Wir produzierten insgesamt im Monat Dezember 510 t Feinreinigermasse.

Über die Tätigkeit unseres Laboratoriums ist folgendes zu berichten:

Halbtechnische Versuche zur Schmierölherstellung.

Ein in der halbtechnischen Anlage durchgeführter Vergleichsversuch ergab, dass für die Dieselölfraction des Kogessins, die zwischen 220 und 300° siedet, eine Ölausbeute von 44,7 % bei einmaligem Durchsatz erreicht wurde, während bei einer schweren Fraction, die 40 % über 360° siedende Anteile enthält, eine Ausbeute von 49,2 % bei einmaligem Durchgang erreicht wurde. Der Unterschied beruht auf der um eine Kleinigkeit besseren Crackausbeute der schwereren Fraction.

Mit der Vorbereitung der auf Lager befindlichen Öle für das Versuchsprogramm des B.V. wurde begonnen.

In Sonder-Versuchen wurde das Leichtbenzin aus dem Kompressor sowie Einzelfrac-tionen der Crackbenzine zur Polymerisation gebracht. Dabei konnte gezeigt werden, dass neben dem bekannten Abfall der Ausbeute, Abfall der Viskosität und Anstieg des Viskositätsindex der Öle mit steigenden Siedetemperaturen der eingesetzten Benzinfrac-tionen, die erhaltenen Restbenzine bei gleicher Siedelage und gleichem Olefingehalt in den einzelnen Siedefrac-tionen um 20 bis 30 Einheiten erhöhte Oktan-

zahlen aufweisen, in Abhängigkeit von den verwendeten Anteilen an Leichtfraktionen, was nur durch Bildung isomerer Polybenzine zu erklären sein dürfte.

Laboratoriums-Versuche zur Schmierölherstellung.
affinierten Crackbenzin.

Die Verschlechterung des Crackbenzins für die Ölsynthese durch Reinigung im Gray-Verfahren über Cranusil scheint auf eine Isomerisierung des Benzins bei der Gray-Behandlung zurückzuführen zu sein. Für diese Auffassung spricht, dass ähnlich wie bei dem isomeren Polybenzin sowohl die Ausbeuten wie Viskositätspolhöhe der gewonnenen Öle verschlechtert werden. Ferner spricht dafür, dass die über Cranusil gereinigten Benzine eine verbesserte Oktanzahl aufweisen ohne wesentliche Änderung des Olefingehaltes bei nur geringer Erhöhung der Dichte, bezogen auf gleiche Siedefraktionen. Die erst von uns vermutete Herabsetzung des Peroxygehaltes konnte mit Sicherheit als Grund der Oktanzahlerhöhung ausgeschlossen werden. Gelegene Beobachtungen sprechen dafür, dass der Weg der Isomerisierung über eine Aufspaltung der höheren Olefine zu Gasololefinen und Anlagerung der so gebildeten Gasololefine in Seitenketten geht.

Thermische Stabilität.

Das aus Mangel an zum Vergleich geeigneten synth. Ölen anderer Herkunft von uns als Maßstab verwendete Grünring-Öl zeigt bei dreistündiger Behandlung in der Aluminiumblock-Apparatur folgende Zahlen:

<u>Behandlungstemperatur °C</u>	<u>% der Anfangsviskosität</u>
312	100
321	98
325	96/97
330	93/94
340	91/92

Bei unserem Öl wurde durch mehrfache Nachbehandlung bei 330°C eine thermische Stabilität von 94 %, also genau entsprechend dem Grünring-Öl erreicht. Die Polhöhe des mehrfach nachbehandelten Öles war ausgezeichnet, sie lag auf 1,69. Die Verflüchtigbarkeit der nachbehandelten Öle im Nonk-Test ist

niedrig.

Zur Verfolgung des Reaktionsmechanismus der Nachbehandlung wurden aus größeren Mengen nachbehandelten Öles die Destillate abgetrennt. Die Untersuchung geht noch weiter.

Drucksynthese.

Die Apparatur zur Drucksynthese von Kohlenwasserstoffen aus CO und H₂ wurde in Betrieb genommen und ca. 14 Tage ohne wesentliche Unterbrechung betrieben. Die Versuche dienten hauptsächlich zur Ausbildung des Personals und zur Beseitigung von Fehlern und Erprobung der Meß- und Regelinstrumente.

Aromatisierung.

Die Sicherung der notwendigen Mengen reiner Ausgangsprodukte wurde durch Inbetriebnahme der grossen Jantzen-Kolonne geschaffen.

Es wurde eine Analysemethode entwickelt, nach der es durch eine Kombination von Jodzahlbestimmung und Dichte mit einer Genauigkeit von 2 bis 3 % gelingt, das Dreistoffgemisch Hexan, Heptan und Toluol zu analysieren. Die Werte dieser Schnellmethode stimmen überein mit Destillationen in der kleinen Jantzen-Kolonne und in der neuen Brunnschen-Kolonne.

Trägerlose Kontakte scheinen dann besonders wirksam zu sein, wenn sie aus getrockneten kolloiden Gelen hergestellt sind. Auch hier dürfte aber die Aromatisierung keine eigentliche Toluolbildung sein.

Alkoholverarbeitung.

Versuche, Olefine bei Temperaturen von 250°C direkt an Wasser anzulagern und unter Umgehung von Schwefelsäure zu Alkoholen zu kommen, sind unter Verwendung von Phosphaten des Silbers und Eisens vorläufig fehlgeschlagen.

Der Ersatz von Schwefelsäure durch Phosphorsäure bei Temperaturen von 80 bis 90°C ergab eine nur 20 %ige Gesamtadsorption; die Benzinbildung betrug 30 % der absorbierten Olefine.

Eine sorgfältige Fraktionierung der Rohalkohole aus Gasol ergab, dass sie praktisch nur aus Isopropylalkohol und sekundären Butylalkohol bestehen.

Der Bau der halbertechnischen Anlage geht weiter.

004383

-6-

Der Gesamtbeschäftigungsstand war im Durchschnitt des Monats Dezember 1937 1.292 Arbeiter, davon für die Verladung vorübergehend tätig 63 Arbeiter.

gez. Martin.