

304419

Oberhausen-Holteln, den 21. April 1943

*H. Hagenmann*  
Hauptlaboratorium  
Oberhausen-Holteln

Herrn Professor Dr. Martin  
Direktor Dr. Hagenmann

Sekretariat Hg.	
Eingangs-Nr.	22.4.43
Lfd. Nr.	438
Heutw.	

Betrifft: Tätigkeitsbericht des Hauptlaboratoriums  
Monat März 1943.

Toka-Anlage (Dr. Kolling).

Die Anlage wurde auf Aromatisierung umgestellt und mit in der Toka-Anlage hergestellten  $Al_2O_3$ ,  $Cr_2O_3$  Kontakt gefüllt. Die Herstellung von Heptanfraktion aus AK-Benzin wurde in Betrieb genommen. Eine Reihe von Widerstands- und Gasverteilungsmessungen wurden mit dem Reaktor durchgeführt. Der eingefüllte Kontakt Toka 1 hatte in Labor eine gegenüber den besten Laborkontakten verminderte Aktivität gezeigt, ferner eine wesentlich erhöhte Wasserbildung bei der Reduktion und auch erhöhte Kohlenstoffabscheidung. Die Anlage wurde mit zwischen 90 und 200° siedenden Primärbenzin angefahren. Es wurden sehr große Kohlenstoffabscheidungen beobachtet, die zu unerwünschten Temperatursteigerungen in der Ausbrennperiode führten, und außerdem große Temperaturschläge in der Reaktionsperiode unter Anfall von Wassermengen, die etwa 6 mal so groß waren, als normal. Es konnte gezeigt werden, daß diese Erscheinung auf einen zu hohen Alkaligehalt bei der ersten Kontaktcharge zurückzuführen ist. In parallelen Laboratoriumsversuchen konnte gezeigt werden, daß die verwendete 90 - 200°-Fraktion infolge extrem hoher OH-Zahlen ungewöhnlich große Kohlenstoffmengen gab. Es wurde dann eine  $C_7$ -Fraktion eingesetzt. Die hohe Kohlenstoffabscheidung verschwand und die Aromatisierung war normal. Es wurden bei einem sehr günstigen Kreislaufverhältnis von 1,47 78 % Tolmol erreicht, d.h. 85 % der theoretischen Ausbeute.

Banag-Destillation (Dr. Kolling).

Die Destillation konnte Ende März angefangen werden, nachdem sie unter Einsatz der Laborwerkstatt fertiggestellt war. Leider wurde die genietete Druckblase undicht und die Kolonne mußte an die vorhandene geschweißte Blase angeschlossen werden. Infolge sehr guter Arbeit von Meister Hüken verloren wir hierdurch nur vier Tage. Es wurde AK-Benzin zum Einfahren und weiterhin Kuznien-Benzin in die Kolonne eingesetzt. Die Schnittscharfe scheint gut zu sein; eine genaue Beurteilung erfolgt aber erst nach Einsatz von Heptan-Toluol. Die Belastbarkeit scheint wesentlich geringer zu sein, als von der Banag angegeben.

Toka-Anlage (Dipl.-Ing. Spiske).

Aus noch vorhandenem kristallisiertem Chromnitrat wurden 1000 kg Kontakt für die LT-Anlage geliefert. Bis Ende März konnte kein weiterer Kontakt hergestellt werden, da die im Oktober bestellte Konzentrier-Anlage infolge mangelhaftester Ausführung nicht in Betrieb zu bringen war. Eine neue Konzentrierung wurde innerhalb von etwa 14 Tagen in der Werkstat des Laboratoriums gebaut und in Betrieb gesetzt. Sie hat ausreichende Leistung und arbeitet vollkommen einwandfrei. Weiter technische Schwierigkeiten bestanden im Ausfall der Filterpressen sowie im Ausfall der Kohlensäurelieferung durch Stillstand

*Handwritten notes:*  
Handwritten notes in the left margin, possibly related to the Toka-Anlage or Banag-Destillation.

*Wahlkommission. Wahlprüfungsausschuss  
Koblenz. 1942*

in den KV-Betrieben. Die häufig angemahnten, im April 1942 von uns beim Technischen Büro in Auftrag gegebenen Kalsinier-  
tiefen sind immer noch nicht geliefert. Ebenso hängt die Mon-  
tage der Entstaubungsanlage praktisch vollständig fest.  
Durch die Staubbelastung ist ein Betrieb der Mahlanlage  
kaum noch möglich. Die Anwendbarkeit des Fleischwolfes für  
die Formgebung wurde festgestellt. Das Drehfilter von Meißner  
ist ungekommen, konnte aber wegen Arbeitskraftmangel noch  
nicht montiert werden. Eine etwas veränderte Formgebung ergab  
vorläufig bei wesentlich vereinfachter Arbeitsweise Kontakte  
gleicher Aktivität, die aber noch in Dauerversuch zu erproben  
sind.

#### Poly-Kontakt-Herstellung. (Dipl.-Ing. Spiske)

In der Poly-Anlage wurde das Verformungsverfahren verändert  
und dadurch eine Betriebserleichterung erzielt, welche die  
Herstellung von ca. 400 kg Kontakt pro Tag ermöglicht. Unter  
Verfall der schwierigen Mahlvorgänge, die wegen Verklebens  
der Mühle technisch kaum durchführbar waren. Ob der Kontakt  
auch höhere Aktivität hat, ist noch nicht einwandfrei fest-  
zustellen.

#### Polykontakt-Herstellung in den Laboratorien (Dipl.-Ing. Spiske und Wischermann).

Nachdem in früheren Versuchen durch Änderung des Träger-  
materials Erhöhungen der Kontaktaktivität erreicht waren,  
wurden nunmehr durch eine veränderte Formgebung auch Kontakte  
hoher Aktivität, die bei 140° 50 %, bei 170° 80-85 % und bei  
200° über 95 % Umsatz ergaben, ohne Zugabe von Kieselgel  
erzeugt.

#### Inaktivierung (Dr. Rottig).

Zwei Dauerversuche mit alkalierten Kontakten laufen nun-  
mehr über ein halbes Jahr. Die Aktivität ist unverändert, die  
Kohlenstoffabscheidung schwach fallend, sodaß man von einer  
ausgezeichneten Haltbarkeit sprechen kann. Ein Methylcyclo-  
hexan-Heptan-Gemisch gab bei 450° 50 - 60 % Toluol, das durch  
Feindestillation abgetrennt wurde. Das verbleibende Restpro-  
dukt wurde im Kreislauf wieder eingesetzt. Die Kohlenstoff-  
bildung betrug nur 1 - 1,2 %, die Flüssigausbeuten lagen bei  
91 - 92 %. Als Heptan-Fraktion wurde das bei 90 - 100° siedende  
Fischer-Produkt in hydriertem Zustande verwendet. Das  
Methylcyclohexan wurde durch Hydrieren von Toluol gewonnen.  
Eine Analyse des Flüssigproduktes ergab 55 % Aromaten, 10 %  
Methylcyclohexan, 33 % Heptan und 2 % Spaltbenzin, d.h. die  
gemeinsame Umsetzung geht einwandfrei. In Zusammenarbeit mit  
der Toluol-Anlage wurden eine Reihe von Aktivitätsprüfungen  
durchgeführt, die in wesentlichen ergaben, daß der Hauptein-  
fluß bei der Kontaktaktivität unter Voraussetzung richtig ge-  
fällten Aluminiumoxyds die Temperatur des Kalsinierens ist.  
Der Zusammenhang zwischen Brenndauer und Höhe der Brenntem-  
peratur wurde näher untersucht. Vergleichende Versuche wurden  
durchgeführt über die Auswaschung des Aluminiumoxyds mit de-  
stilliertem und mit Leitungswasser. Es wurde praktisch gleiche  
Aktivität festgestellt.

4421

### Reinigung von Toluol (Dr. Rottig).

Ein aus Innenabzügen stammendes Toluol, das sehr unangenehme, die Filtrierung störende Verunreinigungen enthält, wird n.Zt. untersucht und gewisse Möglichkeiten der Reinigung werden studiert.

### Herstellung von Chromnitrat aus Dichromat bzw. ausgebrauchtem Toka-Kontakt (Dr. Rottig).

Das Verfahren zur Trennung von dreiwertigen Chrom führte zu einem vollen Erfolg, durch den es gelang, bei über 90 %iger Abtrennung des Eisens eine über 99 %ige Gewinnung des Chroms zu erreichen. Auch die Trennung des Chroms von Aluminium gelang. Ferner wurde der Aufschluß des ausgebrauchten Kontaktes durch Druckrohung mit Natronlauge erfolgreich durchgeführt und auch der restliche Aufarbeitungsgang des so gewonnenen Chromoxydes in allen Einzelheiten festgelegt, sodaß nach ca. zweimonatiger Durcharbeitung dieses Problems alle konstruktiven Angaben an das Technische Büro gemacht werden konnten.

### Herstellung von Olefinen (Dr. Schrieber).

Es wurden nach in einem besonderen Bericht schon näher beschriebenen Verfahren 10 Liter dehydriertes Octan hergestellt mit ca. 20 % Olefin-Gehalt. Die Olefinen reagieren bei der Schmierölsynthese mit 78 % Schmierölsaubende und Polhöhe von 1,40, sind also als sehr günstig zu bezeichnen. Auch die Ausbeute an ungespaltenem Material hat sich verbessert.

### Dehydrierung (Dr. Rottig).

Die Versuche zur Dehydrierung wurden wieder aufgenommen.

### Katalytische Spaltung (Dr. Kolling).

Da nach Mitteilung der Südhemie Lieferschwierigkeiten für gekörnte Bleicherde bestehen, wurden von der Südhemie Pasten geliefert, die hier gekörnt werden sollten. Die katalytische Aktivität war, wie schon berichtet, unbefriedigend. Es wurde nunmehr versucht, die Pasten nachzuaktivieren. Schwefelsäurebehandlung blieb erfolglos, Phosphorsäurebehandlung verminderte die Aktivität. Obwohl bislang die synthetischen Kontakte wohl für Erdöl, aber nicht für synthetische Fischer-Tropsch-Produkte Vorteile bei der katalytischen Spaltung aufweisen, wurde mit Hinblick auf ein mögliches Versagen der Lieferungen der Südhemie die Frage der Herstellung der synthetischen Spaltkontakte weiter geprüft. Unter anderem wurde das optimale Mol-Verhältnis  $\text{SiO}_2$  zu  $\text{Al}_2\text{O}_3$  festgestellt. Eine weitere Versuchsreihe befaßt sich mit der systematischen Erforschung des Einflusses von Kontaktbelastung, Temperatur und Wasserdampfabgabe. Mit steigender Temperatur steigen bei gleicher Umwandlung die Olefin-Gehalte. Wasserdampf wirkt sich hinsichtlich des Olefin-Gehaltes in wesentlichen nur bei niederen Temperaturen aus. Bei gleicher Temperatur ist der Olefin-Gehalt umso höher, je niedriger die Umwandlung ist.

*Wissenschaftlich-Technische Zeitschrift*

394422

Schmieröl-Synthese (Dipl.-Ing. Clar).

Herstellung von Brightstock,

Nachdem einwandfrei festgestellt war, daß der anfängliche Verlauf der Synthese die Viskosität weitgehend bestimmt, und daß bei tiefen Temperaturen und hohen Aluminiumchlorid-Mengen maximal Brightstock-Mengen erreicht werden, wurden Synthesen durchgeführt, die ausgehend von normalem Crack-Bensin mit 9 % Aluminiumchlorid bei 15° über 24 Std. Restolefine in einer Höhe von nur 3 % ergaben, die Ausbeute an Öl betrug 55 - 58 %. Eine Destillation dieses Öles mittels Molekulardestillation ergab einen Gehalt an Brightstock von 75 %, der eine Viskosität von 50°E bei 50° aufwies, d.h. es wurden auf das Crackbensin 41,7 % Brightstock erreicht.

Im Gegensatz zur Brightstock-Herstellung erhält man extrem dünne Öle, wenn man die Synthese als Zulaußsynthese führt, indem man das Kontaktöl mit einer gewissen Menge Bensin, aber ohne Aluminiumchlorid-Zugabe, auf 100° erhitzt, dann das Aluminiumchlorid zugebt und die Hauptmenge Bensin in 2 Std. stetig zulußen läßt. Hierbei wurden Öle mit einem Flammpunkt von 234° und einem V50 = 5,9 erhalten. Bei einem Flammpunkt von 215°, der also auch noch durchaus in der GröÙe der Autoöl-Flammpunkte liegt, konnte die V50 mit 4,8 gemessen werden. Die Ausbeuten waren 58 % bei 4 % Restolefinen. Man sieht die außerordentliche Spanne in der Viskosität, die gut geleitete Synthesen gestattet. Die Möglichkeit, das bei der Ölsynthese entstehende oder umgesetzte bleibende Dieselöl in der Biedelage 200 - 320° und die Vollpolymerisate von 320 - 370° durch thermische Spaltung in Olefinenzurückzuführen, die für die Schmierölsynthese geeignet sind, wurde geprüft. Die Spaltanlage wurde durch Paraffingas/Ruhrchemie geeicht und ergab bei einem Dampf-Gas-Verhältnis von etwa 60 : 20 bei der Polymerisation Öle mit einer Polhöhe von ca. 1,6, d.h. normale betriebliche Verhältnisse. Das sekundäre Dieselöl ergab Polhöhen zwischen 1,77 und 1,92. Die Polhöhe zeigt eine gewisse Empfindlichkeit auf zu hohem Spaltgrad. Die Ölausbeuten aus Olefine betragen nur etwa 70 %, d.h. das Material ist gerade noch geeignet als Spalteinsatz. Die über 310° siedenden Vollpolymerisate dagegen ergaben schon eine leichte Aufspaltbarkeit, aber Öle mit schlechter Polhöhe.

*Clar*