

24. Dezember 1942.

Herrn Professor Mart in  
/ Dr. H a g e m a n n

Personen-Reg.
Personen-Reg. Nr. 2320

Bez.: Tätigkeitsbericht des Hauptlaboratoriums  
Monat November 1942.

1.) ZP-Versuchsanlage (Dr. Kolling).

Der in vorigen Monatsbericht neu eingefüllte Kontakt wurde in ganzen 500 Std. lang gefahren und in dieser Periode ein ausreichender Vorrat an  $C_4O_5$  für die Herstellung einer größeren Menge Fliegerbenzin geschaffen. Der Versuch lief vollkommen normal, neue Gesichtspunkte ergaben sich nicht. Umwandlung und Ausbeute lagen in der erwarteten Höhe. Der Kontakt wurde dann ausgebaut und in drei Versuchsofen von 100 mm  $\varnothing$  und einer Höhe von 6, 3 bzw. 1 m eingebaut, in denen Versuche mit höherer Kontaktbelastung gefahren werden sollen. In großen Ofen war das unmöglich, da Benzin- und Luftvorwärmer für die Reaktorabmessungen am Ende ihrer Leistungsfähigkeit waren. Wegen Reißen des Bioronallvorwärmers trat leider eine unliebsame Versögerung bei der Aufnahme der Versuche ein.

2.) Laboratoriumsversuche (Dr. Kolling, Dr. Kalippke).

Die Nachprüfung der IG-Anmeldung J 53 592 ergab, daß ein aus erdigen Kieselgel mit 2 %  $Al_2O_3$ -Gehalt hergestellter Kontakt mit 54 % engen Poren, der nach zweistündigem Glühen bei 500° ein  $\eta$  von 6 aufwies und der gleiche Kontakt, der nach Anätzen mit Schwefelsäure nach zweistündigem Erhitzen ein  $\eta$  von 3,2 aufwies, vollkommen gleiche Aktivität hatten, was im krassen Gegensatz zur Anmeldung steht. In Ergänzung zur Beschwerde gegen die IG-Anmeldung J 63 727 wurde nicht aktivierte Bleicherde in stark gewaschenem Zustande und außerdem stark gewaschen aber nachträglich mit Magnesiumsulfat getränkt und wieder gewaschen sowie in unbehandeltem Zustande eingesetzt. Die Versuche laufen noch. Der IG-Rohr-Ofen wurde mit 10 verschlossenen aber bekannten Kontakten gefüllt und gefahren. Die erste für die XS-Anlage bestimmte Kontaktsendung der Süddeutsche wurde geprüft.

3.) Tepp-Anlage (Dipl.-Ing. Spiske).

Die Tepp-Anlage wurde in Berichtsmonat angefahren. Die Lösung lief glatt ab. Die ersten 3 Fällungen für die gasförmige Kohlensäure zur Verfügung stand, ergaben in Mittel von 25° einwandfreies Aluminiumoxyd. Weitere Fällungen, die infolge Kohlensäuremangel mit Trockeneis durchgeführt wurden, ergaben einwandfreie Fällungen erst bei höherer Temperatur. Die Filterpresse reichte für einen Einsatz von 240 kg Aluminiumoxyd.

14431

Mit den so hergestellten  $Al_2O_3$  wurden eine Reihe von Knetversuchen und Proberauchen durchgeführt. Man kann das starreartige Aluminiumoxyd direkt ohne Mahlung vorarbeiten. In gelung, die Staubsugabe wesentlich zu verkleinern und damit das Ausmaß der ganzen Voragabung zu reduzieren. Betrieblich funktionieren die stütlichen Trockner der Firma Buss noch nicht, so daß ein gründlicher Umbau vorgenommen werden muß. Die Formpresse mit Pumpe ist zwar geliefert, befindet sich aber noch in der Aufstellung. Eine Einlagerung von Chromnitratlauge ist noch nicht möglich, da der Phosphorsäurebehälter z.Zt. mit Oppanol ausgekleidet wird und die Phosphorsäure im Chromnitratbehälter lagert. Wir rechnen damit, daß Ende Dezember der Betrieb wirklich wird anlaufen können. Schwierigkeiten bereitete zum Teil die Inbetriebnahme der Filterpressen, da es sich hier um alte Pressen handelt, die in sehr wenig gut erhaltenem Zustande eingekauft waren und von Anfang an viel Reparaturarbeiten erfordern.

In der Poly-Kontakt-Anlage wurden 2 500 kg Fertiggorn hergestellt. Demnach mußte die Produktion wegen Ausfall des Haupttrockners eingestellt werden.

4.) Poly-Kontakte. (Eipl.-Ing. Spiels).

Erstaunlich gelang es, in wiederholbaren Versuchen einen hochaktiven Polykontakt herzustellen, der auch im Dauerversuch eine durchaus brauchbare Aktivität zeigte. Ob schon alle Punkte festliegen, die zur wirklichen Reproduzierbarkeit gehörigen, ist aber noch nicht klar. Eine Reihe von anderen Kontakten, die gleichfalls eingesetzt wurden, waren Pehlschlüge.

5.) Arzneistoffierung (Dr. Rottig).

Eine aus Kumanienbenzin gewonnene C<sub>12</sub>-Fraktion wurde über den normalen Kontaktarzneistoffiert. Das daraus gewonnene Toluol hat nach allen Daten einwandfreie Beschaffenheit.

Hervorragend bewähren sich neue Kontakte mit Alkalischützen, die in Laborversuch wesentlich über 90 % der theoretischen Instrukte an Toluol ergeben und die über 4 Monate noch keinem Abfall der Aktivität zeigten. In Zusammenhang mit der Frage der Konstruktion der großen Tokaanlage bei der Ruhr wurden eine Reihe von mehr technischen Problemen nochmals aufgegriffen unter Berücksichtigung der bislang erzielten Fortschritte in ganzen Kontaktaufbau. Außerdem wurden Materialversuche durchgeführt und dabei festgestellt, daß normales transformatorblech, mit 4 % Gallium legiert, ein Material ergibt, das selbst bei 560 °C und wechselnder Beanspruchung mit Sauerstoff und Luft keinerlei Aktivierungserscheinungen zeigt.

6.) Herstellung von Sulfonaten (Dr. Rottig).

Auf Anregung von Herrn Prof. Martin wurde die direkte Sulfonierung der in den Diesellofen der Normaldrucksynthese

enthaltener Olefinen aufgenommen. An sich ist das Verfahren durchführbar. Da aber der Olefingehalt nur 7 - 10 % beträgt, sind die gewinnbaren Sulfonatmengen natürlich doch sehr gering bezogen auf den Einsatz. Eine Untersuchung der Verseifungsgeschwindigkeit von Oxosulfonaten und direkten Sulfonaten, die aus galbären Benzinen hergestellt waren, ergab vorläufig noch keinen Unterschied in der Verseifungsgeschwindigkeit. Da aus Literaturangaben mit großer Wahrscheinlichkeit aber eine höhere Verseifungsgeschwindigkeit der direkt hergestellten Sulfonate zu erwarten ist, werden die Versuche nochmals wiederholt.

7.) Dehydrierung (Dr. Kottig).

Mit 90 bis 92 % Flüssigausbeute gelang es, Ceten bis zu 40 % Olefingehalt bei Temperaturen von nur 460° und 30 - 50 % Flüssigausbeute über geeigneten Kontakten zu dehydrieren.

Eine analytische Untersuchung von Ceten, das durch Dehydrierung von Cetan mittels Brom (siehe frühere Berichte) hergestellt ist, durch Oxydation mit Salpetersäure zu den entsprechenden Säuren ergab, daß die Doppelbindungen stark zur Mitte verschoben sind, während Verzweigungen nicht auftreten.

8.) Kondensationsversuche (Dr. Kottig).

Es wurde gefunden, daß Salpetersäure Anlagerungsprodukte an Olefinen in Kombination mit Formaldehydharzstoff sehr interessante Polymerisationsprodukte, z. B. von typolanartigem Charakter, geben, die in Säuren, organischen Lösungsmitteln und Wasser völlig unlöslich sind. Es laufen nur orientierende Versuche, da das Gebiet an sich sehr umfangreich ist.

9.) Selektives Olefinaschverfahren (Dr. Buscher).

Auf Anregung von Herrn Prof. Martin wurden eine Reihe von Versuchen zur selektiven Anreicherung von Olefinen aus Primärprodukten durchgeführt. Eine Reihe von Lösungsmitteln geben recht interessante Anreicherungsresultate.

10.) Dehydrierung von Cetan (Dr. Höhrleber).

Für die Dehydrierung von Cetan wurden eine Reihe von Versuchen über besondere durch Aufspritzung von sehr dünnen Schichten Thermoxyd-Chromoxyd auf Carborund hergestellte Kontakte probiert. Die vorliegenden Resultate sind analytisch noch nicht so weit ausgewertet, daß man ein abschließendes Bild haben könnte, doch dürften nach Dichte und Brechungsindex sowie Olefingehalt die Qualität der hergestellten Olefine trotz der verhältnismäßig hohen Dehydriertemperatur einwandfrei sein.

133

- 4 -

### 11.) Kohlenoxydhydratierung in der Gasphase (Wischermann).

Die Kohlenoxydhydratierungsversuche mit Dampfkühlung werden demnächst abgeschlossen werden. Man kann schon jetzt sagen, daß sowohl bei den Druck- als auch bei den Niederdruckversuchen eine einwandfreie Kühlung der Syntheserohre mit Dampf möglich ist, und zwar dann, wenn der Dampf in Gleichstrom mit dem Synthesegas läuft. Die dann erhaltenen Syntheseresultate sind zum Teil wesentlich besser als die mit Wasserkühlung erreichten.

### 12.) Flüssigphasenhydratierung (Wischermann).

Neben den Dampfversuchen wurde nach monatelanger Unterbrechung wieder einmal die Flüssigphasensynthese angefahren, und zwar in einem einzigen Rohr. Diese Versuche sind aus folgenden Gründe besonders interessant. Vor etwas 14 Jahren lief die Flüssigphasensynthese einwandfrei mit 30 - 40 % Umsatz ohne jede Methanbildung bei fünffacher Kontaktbelastung. Dann kam eine völlig unerklärliche Periode, in der es ganz unmöglich war, einen Flüssigphasenversuch zu starten. Wir hoben diese Periode u. Zt. auf eine Änderung des Kontaktes in der Kontaktfabrik. Nunmehr liefert die Kontaktfabrik anscheinend wieder Kontakte, die für die Flüssigphasensynthese ausgezeichnet geeignet sind, denn jetzt läuft die Flüssigphasensynthese wieder ohne jede Änderung mit 30 - 40 % Umsetzung ohne jede Methanbildung. Gleichseitig wurde folgendes beobachtet: Ein nach einem hier ausgearbeiteten Rezept hergestellter Niekolkontakt ergab im Juni 1942 Reduktionswerte von 67. Mit einer veränderten Kieselgur ergab er jetzt Reduktionswerte von 27 bis höchstens 60, nachdem wieder eine andere Sorte Kieselgur verwendet wurde, ging die Reduktionswerte wieder auf 90 unter sonst gleichen Bedingungen herauf. Es scheint also so zu sein, daß die Kieselgur doch ungewöhnlich hohe Belastungen in die Kontaktfabrik bringt, was von einem Naturprodukt ja auch nicht anders zu erwarten ist. S. Zt. hat Herr Dr. Dahn bei uns Versuche gemacht, als Träger statt des Kieselgurs Aluminiumoxyd zu verwenden. Die Versuche liefen unter Berücksichtigung der Tatsache, daß sie nur ganz kurz durchgeführt wurden, beachtliche Erfolge. Die Kontakte waren annähernd so aktiv wie die Kieselgurkontakte. Vielleicht sollte man doch einmal versuchen, wie Aluminiumoxyd als Trägermaterial sich bei der Fischer-Synthese auswirken würde, wobei die Erfahrungen in der Herstellung von Aluminiumoxyd, die beim Aromatisierungskontakt gemacht wurden, mit verwendet werden müßten.

### 13.) Alkylierung (Alkylierung: Olex).

Es wurde festgestellt, daß obere Schichten, die mit kleinen Mengen (ca. 0,1 %) Schwefel unter Einwirkung von ca. 1 % Aluminiumchlorid bei 200° 2 Std. lang behandelt wurden, eine Alterungsbeständigkeit bekommen, die über die Alterungsbeständigkeit guter Naturöle wesentlich heraustritt. Die Öle hielten sich u. a. 6 Std. lang bei 20 atm. Luftdruck und 200°, ohne daß praktisch irgendeine Oxydation zu bemerken war.

004434

Vorläufig beträgt allerdings der Ausbeuteverlust noch 20 % der Ölmasse. Das Verfahren wird eingehend weiter verfolgt. Die von der Deurag angeregten Versuche zur Spaltung von natürlichen Paraffinen der Deurag zwecks Herstellung von Schmierölen wurden in der der Deurag zugesagten exakteren Form wieder aufgenommen. Vorläufig wurde die Apparatur mit Paraffinöl nach Einstellung der Versuchsbedingungen sowohl hinsichtlich Qualität wie Quantität den im Großbetrieb erreichten. Es wurden eine große Reihe von Inhibitorversuchen gemacht, wobei Inhibitorwirkung zum Teil mit Nachbehandlung mit Aluminiumchlorid kombiniert wurde. Die in der Literatur häufig behauptete aktivierende Wirkung von Tetrachlorkohlenstoff auf Aluminiumchlorid konnte in einer eingehenden Versuchsreihe nicht bestätigt werden.

Für die Druckversuchsanlage wurden eine Reihe von Proben aus Misch- bzw. Cobaltkontaktsynthesen weiter untersucht. 400 l Flugöl 20 2010 für das RLM mit ausreichenden Alterungstest wurden hergestellt.

