

24. November 1942.

Streng vertraulich.

Herrn Professor Martin

Dir. Dr. Hagemann

Sekretariat Hg.	
Datum:	25.11.42
Ud. Nr.:	2124
Hd. Nr.:	

Zeit- und Tätigkeitsbericht des Hauptlaboratoriums
Monat Oktober 1942.

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

Der Reaktor wurde zum 5. mal gefüllt, und zwar mit einer frischen Sendung Granusil, Korn 1 - 3 mm. Es mußten etwa 15 % Staubanteile abgeseibt werden. Im Anfang war wieder Schmelzwasserstoff- bzw. SO₂-Entwicklung zu beobachten. Die Kontaktbelastung betrug anfänglich statt normal 12 % 15 - 17 %, wobei mit 60 Min. Reaktionszeit gearbeitet wurde. Der Olefingehalt der C₂-Kohlenwasserstoffe betrug beim ersten Versuch direkt 90 %. Nach 40 Reaktionen waren die Regenerierausschläge normal, bei 12 % Belastung 40 Min. Reaktionszeit und 510° Reaktions Temperatur bei 100 % Wassersubstrat bekamen wir Gesamtaufspaltungen von 32 % üblicher Zusammensetzung. Eine ausgesprochene Anfangsaktivität konnte bei diesem Kontakt nicht beobachtet werden.

2.) Katalytische Spaltung Laborversuche (Dr. Kalippke, Dr. Kolling).

Die Lieferung von Granusilkorn ist für Südochemie bekanntlich schwierig. Es wurde daher in der Besprechung in München am 21.9.42 festgelegt, daß Südochemie uns 2 Proben von aktivierten Zisten schickt, mit denen wir hier Vorgebungs- und Aktivitätsversuche durchführen sollten. Beide Proben ließen sich sehr gut verarbeiten und gaben beim Durchdrehen durch den Fleischwolf und Trocknen ein festes Korn. Leider ergaben die Kontaktprüfungen noch kein befriedigendes Aktivitätsbild. Sowohl der Abfall wie die Zusammensetzung der Spaltprodukte entsprechen nicht unseren Anforderungen. Engporige Gele erhält man, indem man aus Wasserglaslösung und Säure ein Gel herstellt nach einer amerikanischen Vorschrift, indem man beispielsweise gleiche Teile Wasserglaslösung 1,18 spez. Gew. und 10 Teile Salzsäure unter starkem Rühren vereinigt, oder nach einem IO-Patent 711 317, indem eine Wasserglaslösung mit 26 % SiO₂ in Verhältnis 1:5 verdünnt wird und sodann ein Überschuß an konzentrierter Salzsäure in einem Guß zugesetzt wird. Diese Gele werden dann durch Erhitzen aus saurer Lösung gefällt, wobei man zur Unterstützung der Fällung noch Ammoniak zusetzen kann. Bei der Fällung herrscht Sulfidreaktion. Das Gel wird zweckmäßig auch sauer ausgewaschen. Vor der Fällung können Aluminiumsalze zugegeben werden. Weitporige Gele werden in Gegensatz hierzu erzeugt, indem das Gel in praktisch gleicher Weise hergestellt wird. Die Fällung des Gels zum Gel dagegen wird in alkalischen Medium vorgenommen. Waschung gleichfalls alkalisch.

Nach unseren bisherigen Feststellungen, ist ein engporiger Kontakt mit sehr kleinem Aluminiumoxyd Gehalt aktiver als

ein weitporiger gleich zusammengesetzter Kontakt. Bei höherem Aluminiumgehalt dagegen drehen sich die Verhältnisse um. Diese Feststellungen stehen im Gegensatz zu gewissen Aussagen der IO.

Weiter behauptet die IO., daß bei enghewigen Kontakten ein Zusammenhang zwischen der Aktivität und dem PH-Wert des Kontaktes nach den Glühen besteht; es scheinen nach längeren Glühen bei 500 - 600° sich die PH-Werte aller Kontakte - unabhängig von der Herstellungsweise - auf einen mittleren Wert von etwa 6 einzustellen; 2. ist bei Kontakten auch so lange der PH-Wert noch unterschiedlich ist, bei gleicher Herstellungsweise die Aktivität anscheinend nicht unterschiedlich.

Der IO-Rohr-Ofen gibt nunmehr Resultate, die in den einzelnen Stundenwerten bei Anwendung gleicher Kontakte keine größeren Abweichungen mehr zeigen als das handgesteuerte Rohr aufweist. Wir können nunmehr den IO-Rohr-Ofen für die Kontaktprüfung heranziehen.

3.) Aeratisierung (Dr. Rottig).

Die in vorigem Monatsbericht erwähnten verbessernden Zusätze wurden systematisch weiter geprüft und ihre hervorragende Wirksamkeit erhärtet.

Es wurden eine Reihe chronfreier Metallproben, die für die Anlage 462 II gedacht waren, auf ihre Brauchbarkeit geprüft und bisher für sämtliche chronfreien Proben festgestellt, daß sie sich nach einer so kurzen Zeit aktivieren unter Leukomer Kohlenstoffabscheidung und Zunderbildung, daß sie für den Bau der Anlage nicht infrage kommen.

4.) Yoka-Anlage (Dipl.-Ing. Spijke).

Die in vorigem Monatsbericht genannten Termine für die Fertigstellung konnten ungefähr eingehalten werden. Mit dem 1. Anfahren der Anlage wird um Mitte November begonnen werden können. Die Strangpresse und der Inklinierofen sind Melang noch nicht geliefert. Die Bestellung von Schmelzen wurde auf Grund der guten Resultate der ersten Polykontaktfüllung auf insgesamt 8 t erhöht. 4 t von dieser Menge sind geliefert, die restlichen 4 t in Arbeit genommen. Über die Herstellung besonders aktivier Polykontakte ist noch nicht mehr mitzuteilen, wie das in vorigem Monatsbericht gesagt. Eine große Reihe von Proben ergeben hier noch keine endgültige Lösung. Die Herstellung des Kontaktes in Großen wurde wesentlich vereinfacht. Korrosionen durch Anwendung von Phosphorsäure sind nunmehr praktisch ganz vermieden.

Ein mit Deuren durchgeführter Deuerversuch zeigt nach 672 Reaktionsstunden einen Abfall von 90 auf nunmehr 60% Gasierung der eingesetzten Olefine.

4437

5.) Dehydrierung (Dr. Rottig, Dr. Schrieber, Wischerhmann).

Dehydrierungsversuche mit Heptan zeigten, daß sowohl die von Dr. Schrieber, Wischerhmann und Dr. Rottig entwickelten Kontakte für niedrig siedende Kohlenwasserstoffe bislang nicht brauchbar sind. Die Dehydrierung gelingt in ausreichendem Maße hier nur mit Chlor- bzw. Bromanlagerung und Abspaltung. Für höher siedende Kohlenwasserstoffe wie Octan wird z. Zt. nur bei Dr. Schrieber gearbeitet. Neben einem verhältnismäßig niedrigen Olefingehalt stört hier auch noch die Qualität der erhaltenen Olefine bei der Schmierölsynthese. Für die Oxo-synthese liegen Resultate über die Art der Oxoprodukte noch nicht vor.

6.) Olefinthese (Dipl.-Ing. Olar).

Die Erhöhung der Alterungsbeständigkeit durch direkte Zugabe von Schwefel ergab nochmals die Notwendigkeit, bei Temperaturen bis 240° nachzubehandeln, um den korrosiven Schwefel ganz zu vermeiden. Es wurden eine Reihe von Versuchen gemacht, um festzustellen, ob das mit Öl hergestellte Phenthiasin gleiche Wirkung hat wie das ölfrei hergestellte Phenthiasin. Die bisherigen Versuche sprechen für gleiche Wirksamkeit. Auch die Herstellung von ölfreiem Phenthiasin wurde wesentlich vereinfacht, so daß nunmehr auch diese Arbeitsmöglichkeit durchaus technisch infrage kommt. Es wurden eine große Reihe von Druckalterungsversuchen bei 200°C und 20 atm. Luft durchgeführt, wobei die verschiedensten Öle angewendet wurden. Ein Bericht hierüber ist in Vorbereitung.

5.) Molekular-Destillation (Dr. Buscher).

Die Molekular-Destillation wurde so geändert, daß der undestillierte bleibende Rückstand nur noch 10 % des Einsatzes beträgt. Hierdurch kann wesentlich weiter destilliert werden als bisher. Versuche zur selektiven Herausnahme der Olefine aus Fischer-Produkten wurden begonnen.

gez. Franke