

131.32 - 77/Mn.

25. Juni 1942.

Herrn Professor Martin
Dr. Hagenmann

Betrifft: Tätigkeitsbericht des Hauptlaboratoriums.
Monat Mai 1942.

1.) 2F-Anlage (Dr. Kolling).

Die Versuche mit Zusatz von C₃- und C₄-Olefinen wurden weitergeführt, und zwar wurden entsprechend der Belastung in der Großanlage 1) % des Oleinsatzes als C₃ C₄ zugegeben. Bei C₃ wurde eine Isomerisierung von ca. 40 % erreicht, bei C₄ von 60 - 70 % der eingesetzten Olefine. Bei den jetzigen Dauerversuchen konnte beobachtet werden, daß das C₃ nicht aufgespalten wird, das C₄ erleidet etwa 30 % Aufspaltung. Von diesen 30 % gehen 30 % in das Benzol, 15 % ^{als C₃} als C₃, 35 % als C₄, und etwa 7 - 8 % als Ethylen, 7 - 8 % als Methan und Ethan und 5 % als Kohlenstoff. Der Einfluß auf die Oktanzahl des Benzins wird z.Bt. geprüft.

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

Ein Granulatkontakt wurde bei gleicher Umwandlung und Temperatur mit 100 % Wassereinsatz und 12 % Ölbelastung im Vergleich zu einem Granulatkontakt ohne Wasser aber mit entsprechend erhöhter Belastung gefahren. Bis zur 100. Stunde konnte der wasserfreie Kontakt mit 36 % Belastung gefahren werden, zwischen der 100. und 300. Stunde mit 48 % und nach der 300. Stunde mit 50 %. Die Umwandlung betrug in beiden Kontakten 3) %, der Olefingehalt 75 %. Im Gegensatz zu den Beobachtungen der Großanlage ist hier also ein Wassereinfluß nicht zu sehen. Ein synthetischer Kontakt zeigte beim Fahren ohne Wasser nach 100 Stunden 38 % Umwandlung bei 65 % Olefinen. Beide Werte hatten steigende Tendenz, was für die Umwandlung bisher noch nicht beobachtet wurde. Langzeitiges Tempern der Kontakte bei 900° hatte bei Granulat keinerlei Einfluß auf die Umsetzung. Auch bei synthetischen Kontakten war ein wesentlicher Einfluß nicht zu erkennen.

3.) Polymerisation (Dipl.-Ing. Spiske).

Der Dauerversuch über Polykontakt aus Sterohanol und 94%iger Phosphorsäure ohne Trocknung wurde nach 1170 Stunden abgetrocknet. Bis zu dieser Zeit hatte der Kontakt 1660 l Polymerisat geliefert. Die Umwandlung betrug zum Schluß 70 % des Einsatzolefins.

Die Anfahren der Poly-Anlagen bei der Demag in Hannover und bei Krupp in Vans-Dickel wurde von uns überwacht. Unser

451

Polykontakt benötigt eine etwa 25° höhere Temperatur als der Original-ROPC-Kontakt bei geringolefinischen Produkten. So zeigt der Original-Kontakt bei 140° = 50, bei 170° = 60 und bei 200° = 90%ige Polymerisation, während unser Kontakt, der härter ist und weniger zum Vorbakken neigt, bei 140° = 20, bei 170° = 40 und bei 200° = 60 - 65%ige Polymerisation gibt. Man sieht, daß die Werte des Ipatieff-Kontaktes bei etwa 25° C. höheren Temperaturen erreicht werden. Beim Anfahren der Großanlagen mußte eine sehr vorsichtige Varneswirtschaft getrieben werden, um das Anfahren zu erreichen. Bei der Deurag wurde noch kein endgültiges Anfahren erreicht, da die Poly-Anlage aus betrieblichen Gründen im Anfahren wieder abgesetzt werden mußte. Bei den ungünstigen Dampfverhältnissen auf der Deurag machte hier das Anfahren einige Schwierigkeiten, wenn auch der ganze Verlauf so war, daß die Temperatur nötig und bei längerer Durchführung voraussichtlich die Anlage gut in Betrieb gekommen wäre. Bei den besseren Dampfverhältnissen von Krupp gelang das Anfahren verhältnismäßig einfach.

Da bei der Polymerisation und Hydrierung von C₅ immer wieder etwas schwankende Oberladekurven erhalten werden, wurde hier nochmal ein eingehendes Studium in Abhängigkeit der Oberladekurve von O₂- und C₂-Gehalt, von der Art der Durchpolymerisation und von der Art der Hydrierung entnommen. In der Katorfabrik wurde die Herstellung von Polykontakt wieder aufgenommen, da der Vorrat durch die Lieferungen an Krupp, Creditul Winter und Deurag erschöpft war.

4.) Aromatisierung (Dr. Hottig, Dipl.-Ing. Spieko).

Nachdem der Bau der LT-Anlage nunmehr gesichert erscheint, wurde die technische Foragerung des Aromatisierungskontaktes studiert. Leider traten Schwierigkeiten dadurch auf, daß die Arbeiten zum Teil in Katorraum des Hauptlabors, zum Teil in der Toka-Anlage durchgeführt werden mußten und der Transport des halb fertigen Kontaktes dann zu Schwierigkeiten Anlaß gab. Wir haben daraufhin die Fertigstellung der Toka-Anlage auf schnellstem Wege veranlaßt und hoffen, spätestens Anfang Juli Versuche durchführen zu können. Anschließend an die Studien der Foragerung des Aromatisierungskontaktes sollen dann für die LT-Anlage bestimmte 1500 l Fertiggestellt werden, um in der LT-Anlage den beachtlichen Dauerversuch zu fahren. Die Dauerversuche mit verschiedenen Aromatisierungskontakten laufen, jedoch hat aber erst nach Abschluß der Versuche Zweck. In gehen ist das Bild befriedigend.

5.) Alkoholversuche (Dipl.-Ing. Spieko).

Mit 65 % Propylenghalt im Gegensatz zu dem im vorigen Monatsbericht berichteten 90 % Propylenghalt wurde bei 75%iger Schwefelsäure, unabhängig davon, ob die Anfangstemperatur 20, 60 oder 80° betrug, für 85-%ige Aufarbeitung

004452

40 Minuten Reaktionszeit festgestellt. Nach 20 Minuten wurden 50 %, nach 30 Min. 75 % und nach 40 Min. 85 % Umsetzung gefunden. Das Molverhältnis Schwefelsäure zu Propylen war 1:1. Die Polymerbildung blieb immer unter 5 %. Bei 65%iger Säure wurde ein deutlicher Einfluss der Temperatur bemerkbar. Bei einer Stunde Reaktionszeit wurden bei 40° = 35 %, bei 60° = 75 % und bei 80° = 90 % der Olefine umgesetzt. Bei 60%iger Schwefelsäure war trotz Molverhältnis 2:1 auch bei zweistündiger Reaktionszeit bei 60° nur 40 % Aufarbeitung erreichbar.

6.) Rundfenbensin (Dr. Rottig).

Es hat sich als notwendig erwiesen, eine größere Menge Rundfenbensin aufzuarbeiten, um wirklich ein klares Bild zu bekommen. Die Aufarbeitung ist a. Zt. im Gange und wird in wenigen Wochen abgeschlossen sein.

7.) Druckspaltung von Kerag-Paraffinen (Dr. Rottig).

Die Versuche sind praktisch abgeschlossen, ein näherer Bericht folgt nach Vorliegen des mit Synthesegatsch durchgeführten Vergleichsversuchen.

8.) Nitroparaffine (Dr. Rottig).

Die Herstellung von Nitroparaffinen aus gesättigten C_{10} -Fraktionen durch bestimmte Behandlung mit Salpetersäure gelang bei einmaligen Durchgang mit 50 - 60 % Ausbeute. Die Steuerung der Reaktion der Salpetersäure mit Olefinen auf Additionsprodukte oder Oxydationsprodukte haben wir heute in der Hand.

9.) Fischer-Synthese (Fischermann).

Der Dampfdrucklauf Modellversuch ergab bisher eine ausreichende Katalysatorwirkung des unlaufenden Dampfes. Bei 65 % Umsetzung beträgt die CH_4 -Bildung 10 %. Die Temperatur über dem Kontakt stieg kontinuierlich von der Eintrittsstelle 170° bis zur Austrittsstelle 180°.

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

Die Aufarbeitung gealterter Öle in der Molekulardestillation wurde aufgenommen.

11.) Reinheitsversuche (Dipl.-Ing. Clar).

Für die Druckversuchsanlage wurden 7 Versuchssynthesen mit Eisen- bzw. Kobaltkontaktfüllung durchgeführt. Eine Reihe von Synthesen wurden unter Zusatz von Schwefel und Diphenylcarbazol durchgeführt. Die entstehenden Öle hatten guten Kupfertest sowie hohe Sauerstoffbeständigkeit, Geruch, N.Z. und V.Z. waren auch in Ordnung. Auch der Zusatz von Schwefel in Form

Dieses

von Schwefelchlorür bei der Synthese ergibt bei 140°C gute Alterungsbeständige Öle, während bei 160° das Öl die Alterung nicht mehr aushält. In der kontinuierlichen Zinkchloridbehandlungsapparatur wurde Benzol mit variierenden Mengen Zinkchlorid behandelt. Die Verringerung der Menge von 10:10 auf 10:2,5 Öl:Zinkchlorid ergab noch keine Änderung der OH-Zahlen. Weiterhin wurde die Aufarbeitung der Alkoholschicht durch Wasserwäsche weiter studiert.

Die Frage der Herstellung von Heißdampfzylinderöl aus Eisenkontaktschleifen, die für Frankreich interessant ist, wurde geprüft, in dem das Ausgangsprodukt in mehrere Fraktionen unterteilt polymerisiert wurde. Die Versuche geben einen Überblick über die mögliche Ausbeute. Es wird demnächst über die Versuche berichtet.

