

12. Februar 1942.

**Streng vertraulich.**

Herren Professor **M a r t i n**  
Dr. **H a g e m a n n** ✓

Sachverhalt	
Eingang:	16.2.42
Lfd. Nr.:	228
Beantw.:	h

Betrifft: Tätigkeitsbericht des Hauptlaboratoriums  
Monat Januar 1942.

1.) LT-Anlage (Dr. Kolling).

Der abschließende Überblick über die 3. Reaktorfüllung mit Borylphosphatkobaltaktivem Granusil ergab für 500°C Mitteltemperatur 24 % Umwandlung, für 525°C 30 %. Bei Verminderung der Wasserdampfzugabe auf 50 % konnten bei 530°C 36 % Aufspaltung erreicht werden, wobei die C<sub>4</sub>-C<sub>5</sub>-Menge in der üblichen Größenordnung lag und der Olefingehalt der Gasole mit 93 % festgestellt wurde. Laboratoriumsversuche ergaben übereinstimmende Werte. Die geringe Aktivität des Kontaktes ist wahrscheinlich auf eine geringe Aktivität des verwendeten Granusils zurückzuführen, denn in der Zwischenzeit wurde ein aus der gleichen Sendung stammendes Granusil als Kontakt eingefüllt, dabei wurde festgestellt, daß die sonst beobachtete Spitzenaktivität nicht auftrat, sondern von Anfang an eine Aufspaltung von ca. 35 - 37 % bei 100 % Wasserzugabe vorlag. Der kobalthaltige Kontakt aus der 3. Füllung zeigte beim Ausbau in tieferen Lagen deutliche Blaufärbung durch Thénards' Blau-Bildung. Glühversuche mit dem Kontakt zeigten, daß eine Verfärbung erst bei längerer Einwirkung von Temperaturen zwischen 800 und 900°C auftrat. Mithin müssen beim Ausbrennen derartige Spitzentemperaturen aufgetreten sein. Die verhältnismäßig schlechte Aktivität und das Fehlen der Spitzenaktivität des Granusils ist an sich nicht recht zu erklären, da das Material aus derselben Sendung stammt, wie das in der 1. Reaktorfüllung benutzte. Man muß die schon im vorigen Monatsbericht vermutete Alterung des Kontaktes durch Lagerung annehmen.

Durchschrift

Laboratoriumsversuche (Dr. Kolling, Dr. Kalippke).

Eine Reihe von der I.G. beschriebener Kontakte, beispielsweise gelartiges Aluminiumoxyd mit Borsäure getränkt, ferner ein synthetischer Kieselsäure-Aluminium-Kontakt unter Bariumzusatz, wurden auf ihre Spaltwirksamkeit geprüft. Der Bariumkontakt gibt sehr viel Gas, aber niedrigen Olefingehalt und verhältnismäßig wenig iso-Olefine. Der Borsäurekontakt gibt Werte, die etwa den Kieselsäure-Aluminat-Kontakten entsprechen.

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

Aus ca. 10 %  $C_3H_6$ -haltiger  $C_4$ -Fraktion, ferner aus  $C_3H_6$ -freier  $C_4$ -Fraktion und aus  $C_5$ -Fraktion wurden Polybenzine mit verschiedenem Grad der Durchpolymerisation hergestellt und Oktanzahl und Überladekurven untersucht. Der  $C_3H_6$ -Gehalt machte sich besonders bei starker Durchpolymerisation in einem außerordentlichen Absinken der Überladekurve bemerkbar. Reine  $C_4$ -Fraktionen geben dagegen bei bis 90%iger Durchpolymerisation Kurven, die nicht sehr wesentlich unter dem technischen iso-Oktan liegen. Die  $C_5$ -Polymerisate zeigten Überladekurven, die besser liegen als die s.Zt. in dem Vertrag mit der Wifo festgelegten Produkte. Der in dem vorigen Monatsbericht erwähnte neue Polymerisationskontakt zeigte sehr günstige Ergebnisse. Er lief bei  $130^\circ$  170 Std., weitere 450 Std. bei  $140^\circ$  und nochmals 150 Std. bei  $150^\circ$ . Bis zu seinem Ausbau hatte der Kontakt über 1 000 l Polybenzin pro kg Kontakt ergeben.

Es werden noch einige Einzelheiten für die technische Durchführung der  $C_5$ -Polymerisation studiert. Für eine nur 60 - 70%ige Durchpolymerisation sind besondere Maßnahmen nötig, um die Wärme gut abzuführen.

Es wurden eine Reihe von Versuchen über die Benzinverfestigung gemacht, über die besonders berichtet wird.

3.) Rumänienbenzin (Dr. Rottig).

Die sorgfältige destillative und analytische Aufarbeitung des Rumänienbenzins bestätigte die im Rumänien-Bericht geäußerte Anschauung, daß es möglich ist, durch Abtrennen bestimmter Fraktionen mit schlechter Oktanzahl zu einem Fliegergrundbenzin zu kommen. Durch Ausdestillation von 28 % des Rumänienbenzins gelingt es, die O.Z. von 56 auf 71 zu steigern. Es ist vorgesehen, in der halbtechnischen Blasendestillation mit der 80 Böden-Kolonne eine größere Menge derartiges Benzin herzustellen. Weiterhin gelang es, durch Trennung des Rumänienbenzins in 2 Siedeteile und Aromatisierung der höhersiedenden Fraktion mit Flüssigausbeute von 96 Gew.%, die Oktanzahl von 56 auf 77 zu bringen.

4.) Aromatisierung (Dr. Rottig.)

Die neuen Kontakte wurden im Dauerversuch, der nunmehr 4 Wochen läuft, geprüft. Sie zeigen eine gute Haltbarkeit.

5.) Dehydrierung (Dr. Rottig).

Die Versuche zur Dehydrierung von Cetan mit Einwirkung von Brom wurden vorläufig abgeschlossen. Es gelingt auch hier, bei kurzen Aufenthaltsdauern über 40 % Olefine zu erzielen. Die Flüssigausbeute liegt etwa wie beim Heptan über 95 %, wenn man auf vollständige Umwandlung in Olefine rechnet.

6.) Katalytische Dehydrierung (Wischermann).

Es wird z.Zt. daran gearbeitet, größere Mengen von olefinisiertem Cetan mit einer Olefinkonzentration über 40 % herzustellen.

7.) Dehydrierung (Dr. Schrieber).

Die Oxydation von Bromwasserstoff über Kupfer-Kobalt-~~u~~ Kupfer-Kobalt-Thorium-Kontakte, die auf Silikagel niedergeschlagen werden, konnte bei Temperaturen von 450° mit kleiner Luftüberschuß eine 99,6%ige Umsetzung erzielen.

Durchschrift

8.) Ölsynthese (Dipl.-Ing. Clar).

Für die Vorbehandlungsversuche mit Aluminiumhydroxyd erwies es sich als günstig, nach jeder Regenerierung des Aluminiumhydroxyds mit verhältnismäßig tiefen Temperaturen anzufahren und im Laufe einer Reaktionsperiode, die ca. 12 Std. dauert, die Temperatur langsam zu steigern. Bei dieser Fahrweise konnten während der ganzen Laufzeit niedrige OH-Zahlen und gute Polhöhen beobachtet werden. Die Zinkchloridvorbehandlung wurde in einer kontinuierlichen Apparatur durchgeführt, in der 5 Rührgefäße in Kaskadenform angeordnet waren. Mit 65 bis 70%iger Zinkchloridlösung, die 3,5 % freie Salzsäure enthielt, gelang eine Herabsetzung der OH-Zahl auf 0,6 bis 1,2. Interessant ist, daß eine Entfernung der im Benzin gelösten Alkohole auch durch Ausschütten des Benzins bei 0° mit Methylalkohol gelingt. Kleine Zusätze von Siliciumchlorid oder Tetrachlorkohlenstoff zum Aluminiumchlorid begünstigen die Ausbeute und erhöhen die Viskosität der hergestellten Öle bei Synthesen, die bei 0° durchgeführt wurden. Ein Zusatz von Zinkchlorid dagegen vermindert die Aktivität des Aluminiumchlorids, da in manchen Fällen eine nicht ausreichende Wirkung eines 0,2%igen Zusatzes unseres Inhibitors beobachtet wurde, wurde ein Betriebsöl als solches und, nachdem die niedrig siedenden Anteile abgetrennt waren, auf das Ansprechen auf den Inhibitor untersucht. Es zeigte sich, daß gerade die niedrig siedenden Ölanteile schlecht zu inhibitieren sind. Die Vermutung, daß Öle, die aus niedrig siedenden Benzinen hergestellt sind, schlechter zu inhibitieren sind als Öle, die aus hoch siedenden Benzinen erhalten wurden, konnte nicht bestätigt werden, da ein aus C<sub>6</sub> und ein aus C<sub>10</sub>-Fraktion polymerisiertes Öl gleiches Ansprechen auf den Inhibitor zeigte.

9.) Molekulardestillation (Wischermann).

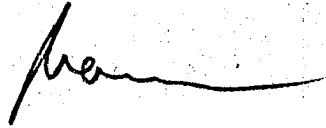
Die für die Physikalisch-Technische-Reichsanstalt vorgesehenen Öle wurden in der Molekulardestillation hergestellt. Es zeigte sich, daß bei Destillationstemperaturen

Durchschrift

von 250° Destillate mit ca. 40°E bei 330° Flammpunkt und Rückstandsöle von 110°E erhalten werden konnten.

10.) Ölanalyse (Bay).

An der Aufklärung der komplizierten Verhältnisse bei der Asphaltbestimmung wird gearbeitet. Es zeigen sich hier sehr interessante neue Ergebnisse.



Durchschrift