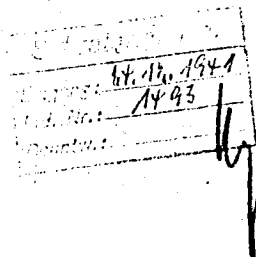


23. Dezember 1941.

Herren Professor Martin
Dr. Hagemann ✓



Betrifft: Tätigkeitsbericht des Hauptlaboratoriums
Monat November 1941.

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

Nach dem Einbau des neuen Kontaktes wurde folgende
mittlere Aufteilung der Spaltprodukte erhalten:

21,5 % Benzin
22,5 % C₅
25,5 % C₄
20 % C₃
5,5 % C₁, C₂, H₂
5,0 % Kohlenstoff.

Die Gasbildung ist also um mehr als die Hälfte zurückgegan-
gen, die Ausbeute an C₃ und höheren auf 90 Gew.% gestiegen.
Die Olefinsahlen in der C₃-, C₄-, C₅-Fraktion liegen bei 90 %.
Im Augenblick entspricht die Umwandlung noch nicht der ge-
messenen Temperatur. Es wird geklärt, ob der Grund in einer
schlechten Gasverteilung oder in einer falschen Temperatur-
messung besteht. Die Anfüllung des leeren Raumes mit Kontakt
hat sich, wie schon im vorigen Monatsbericht vermutet, hin-
sichtlich der Gasbildung günstig ausgewirkt. Im Laboratorium
arbeitet der Kontakt einwandfrei auch hinsichtlich Umwandlung.

2.) Katalytische Spaltung - Laborversuche - (Dr. Kolling, Dr. Kalipke)

Während Superfiltrat im Anfang eine etwas höhere Um-
wandlung gab als Grannell, waren nach etwa 650 Std. beide
Kontakte auf 34 % Umwandlung gelangt. In Nachprüfung der
I.G.-Anmeldung I 63 727 wurde naturaktive Bleicherde ohne
Tränkung, mit MgSO₄ getränkt und ausgewaschen und mit MgSO₄
getränkt und nicht ausgewaschen, wobei verschiedene Konzen-
trationen der MgSO₄-Lösung angewandt wurden, untersucht.

Der ausgewaschene Kontakt liefert 33 % Umwandlung, die unbehandelte Erde 27 %. Die $MgSO_4$ -getränkten und nicht ausgewaschenen Kontakte lagen bei konzentrierter Magnesiumsulfatlösung bei 23 %; mit verdünnter Lösung sind die Versuche noch nicht abgeschlossen. Die IG-Werte scheinen also zu recht zu bestehen. Ein synthetisches Aluminiumhydroxylat nach der Anmeldung I 63 114 der I.G. wurde mit aktiver Gleicherde verglichen. Es zeigte sich, daß hier praktisch kein Vorteil des nach dem I.G.-Verfahren hergestellten Kontaktes zu finden ist. Die aus der LT-Anlage ausgebauten Kontakte aus verschiedenen Höhenstufen wurden untersucht. Bei 20 % Umwandlung gaben sie 32 % Bzsin, 22 % O_5 , 22 % O_4 , 13 % O_3 , 4,6 % O_2 und CO_2 und 5 % OH. Bei fast normalen Anfallverhältnissen war also die Gesamtumwandlung entsprechend dem Rückgang der Kontaktaktivität schlecht. Im Gegensatz zur LT-Anlage war die Gasbildung klein, was wiederum die Auffassung bestätigte, daß die Entstehung des Gases in der LT-Anlage im freien Raum über dem Kontakt stattfand. Ein Kontaktprüfofen mit 10 Rohren und weitgehender Automatisierung ist im Bau.

3.) Ölsynthese (Geiser, Kühnel).

Ein und dasselbe Bzsin wurde einmal nach Vorbehandlung durch dampfförmiges Überleiten über Natronkalk und einmal ohne diese Vorbehandlung über den Aluminiumhydroxylatkontakt bei 250° und 500 ccm Einsatz/h gefahren. Bei neutralisiertem Bzsin wurde eine OH-Zahl von 0,95, bei nicht neutralisiertem eine OHZ von 0,2 erzielt. Die Ölausbeute betrug im Falle 1 48 % Öl von einer $V_{50} = 9,6$ und einer Polhöhe = 1,9. Bei nicht neutralisiertem Bzsin betrug die Ölausbeute 54,2 %, die V_{50} 9°G und die Polhöhe 1,66. Der Versuch mit nicht neutralisiertem Bzsin wurde mit 320 ccm Einsatz wiederholt und ergab eine OHZ von 1,7. Mit 2,5 bis 2 % Aluminiumchlorid konnte unter fortgesetzter Kontaktneubildung eine Synthesereihe durchgeführt werden, die eine vollkommen befriedigende Polhöhe zwischen 1,6 und 1,7 ergab. Man kann also mit dem Aluminiumhydroxylatverfahren arbeiten, wenn man nicht neutralisiertes Bzsin verwendet. Eine weitere Versuchsreihe wurde

mit Durchleiten von gasförmigem Benzin durch eine Zinkchlorid-Lösung bei 160° gemacht. Bei einer mittleren OHZ von 0,5 wurden auch hier einwandfreie Bencine mit Polhöhen in der Größenordnung von 1,65 erhalten. Bei dieser Versuchsreihe wurden über 1000 ccm Kontakt pro Stunde 15 ccm Benzin gleitet. Setzt man die Benzinnmenge auf 2 - 400 ccm herunter, so wird Isomerisierung beobachtet. Sehr günstige Resultate wurden bei der Kaltbehandlung mit 80%iger Zinkchloridlösung erreicht. Hier wurden nach kurzzeitiger Behandlung OH-Zahlen von etwa 1 und bei der nachfolgenden Polymerisation mit guter Ausbeute Polhöhen von 1,65 erreicht. Bei dieser Arbeitsweise bildet sich außer der Benzin- und Zinkchlorid~~lösung~~^{lösung} eine Zwischenschicht aus, die die Alkohole enthält. Die Schicht setzt sich zusammen aus ca. 60%iger Zinkchloridlösung und 40 % Alkohol. Durch Zugabe von wenig Wasser scheiden sich die Alkohole frei ab. Eine nähere Analyse der Alkohole ist im Gange. Ein Sammelöl aus Kreislaufbenzin wurde mit 0,1 Phenthiasin inhibitiert und auf Flugfertigöl verarbeitet. Die Menge wurde bei Herrn Dr. Schaub zum Motorversuch eingesetzt, die motorischen Resultate waren einwandfrei. Eine Apparatur für die kontinuierliche Behandlung des Bencins mit Zinkchlorid ist im Bau. Das nähere Studium eng geschnittener Destillationsstreifen (Einzelolefine) ist im Gange. Die bisher vorliegenden Resultate sind recht günstig. So gelingt beispielsweise eine Aufbesserung der Polhöhe der C₇-Fraktion von 1,75 auf 1,62.

In der halbtechnischen Anlage wurden 800 l Sonderöle für die Flugwaffe fertiggestellt.

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

Zur exakten Klärung der Frage des Zusammenhanges zwischen Durch-Polymerisation und O.Z. der Polybensine bei den durch katalytische Spaltung hergestellten C₄-C₅-Fraktionen wurden eine 20, 50, 60, 70 und 95%ige Polymerisation der C₄-Fraktion durchgeführt, bei der C₅-Fraktion eine 40, 60 und 80%ige. Die Produkte wurden hydriert und bei 165° geschnitten. ^{bei der Polymerisation} OZ-Werte liegen noch nicht vor. ~~Analysen für Kreislauf~~ wurden Tensil und Granasil als Träger anprobiert. Mit 65 % Phosphor-

säure wurden bei Kieselgur 43 %, bei Tonsil nur 15 % Polymerisation beobachtet. Nachdem die UOP-Anmeldung über die Polykontakte bekanntgemacht worden ist, werden eine Reihe von Versuchen durchgeführt, durch die festgestellt werden soll, ob die von der UOP genannten Kontaktbedingungen wirklich notwendige Bedingungen sind. Gerade in den letzten Tagen scheinen wir einen Kontakt gefunden zu haben, der unabhängig von dem UOP-Patent ist und hervorragende Polymerisationseigenschaften hat. Bei einer genauen Kalkulation und gasanalytischen Erfassung zeigte sich, daß bei der selektiven C_4 -Polymerisation das iso- C_4 zu 39 % und die geringe Menge anwesenden C_3 zu 67 % an der Reaktion sich beteiligten. Die geringe Aktivität von 2- C_4 scheint die vielfach gelesene Behauptung zu begründen, daß C_3 eine größere Aktivität besitzt als C_4 . Das scheint nur für 2- C_4 zu gelten.

5.) Olefinisierung (Dr. Rottig).

Die katalytische Dehydrierung mit Chromkontakten bei $\frac{1}{10}$ atm. Druck wurde bei Temperaturen von 460, 480, 500, 520 und 540° in Abhängigkeit von der Aufenthaltsdauer mit und ohne Zugabe von sauerstoffhaltigen Gasen wie CO_2 an Catan studiert. Die erhaltenen Kurven lassen erkennen, daß bei dem Chromaluminiumkontakt ein Grenzwert von ca. 20 % Olefinen nicht überschritten werden kann, ohne daß wesentliche Aromatisierung einsetzt. Neuere Versuche mit einem anderen Kontakt scheinen die Möglichkeit zu eröffnen, höhere Olefinsahlen zu erhalten ohne zu aromatisieren. Als günstigstes Ergebnis wurden bei Chrom etwa 20 % Olefine bei 10 % Aromaten erreicht, während bei den ersten Versuchen ^{mit neuem Kontakt} 25 % Olefine mit nur 2 % Aromaten erhalten wurden.

Die Dehydrierung durch Bromeinwirkung wurde bis zu 12 000 % Einsatz, bezogen auf den Kontakt, studiert. Bei diesen extrem hohen Einsätzen sind die Ausbeuten ausgezeichnet.

Die Methoden zur Festlegung der Stellung der Doppelbindung wurden sehr weitgehend entwickelt und sind heute als verhältnismäßig schnell und leicht durchführbare Analysen-

methode anzusprechen. Eine gründliche Untersuchung der erzeugten Olefine ist im Gange.

6.) Rumänien-Benzin (Dr.Rottig).

Im Rumänien-Benzin konnten Benzol, Toluol, Ethylbenzol, Trimethylbenzol, n-Hexan, n-Heptan, n-Oktan, n-Nonan sowie Methylcyclohexan festgestellt werden. Ob eine Anarbeitung zu Fliegerbenzin auf destillativem Wege möglich sein wird, kann noch nicht klar entschieden werden.

7.) Aromatisierung (Dr.Rottig).

Bei der Aromatisierung wurden eine Reihe abschließender Arbeiten durchgeführt, über die demnächst zusammenfassend berichtet wird.

8.) Molekulardestillation (Dr.Buscher).

Die Molekulardestillation läuft nicht einwandfrei. Es wurden eine Reihe von Strukturstudien an Ölen begonnen, über die aber noch nicht genügend ausgewertetes Material vorliegt.

9.) Dehydrierung (Dr.Schrieber).

Die Versuche zur Dehydrierung von Cetan unter gleicher zeitiger Einwirkung von Sauerstoff bei Temperaturen von ca. 280 - 330° mit oder ohne Zusatz von Salzsäure führten über den verschiedensten Kontakten immer wieder zu verhältnismäßig hoher Aufspaltung, falls Olefingehalte von ca. 30 überschritten werden. Bei niedrigen Jodzahlen in der Größenordnung von 20 dagegen bekommt man nur geringe Aufspaltung und sehr kleine Dichteerhöhung, so daß evtl. auch dieses Verfahren nicht aussichtsreich aussieht.