

25. November 1941.

Streng vertraulich.

Herrn Professor Martin  
Dr. Hagemann

Empfänger	11.11.1941
Ad. Nr.	1376
Abteilung	

Betrifft: Tätigkeitsbericht des Hauptlaboratoriums  
Monat Oktober 1941.

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

Die systematischen Versuche über Veränderung der Kontaktbelastung, Reaktionstemperatur und Wasserdampfzugaube wurden abgeschlossen. Um beim gealterten Kontakt den Verlauf der Spaltreaktion über den ganzen Reaktor zu verfolgen, wurden während der Reaktion Proben oberhalb der Kontaktschicht und in mehreren Höhenlagen gezogen. Der Ofen war nur zu etwa 2/3 gefüllt. Im freien Raum oberhalb des Kontaktes wurde thermische Spaltung beobachtet; 1/3 bis die Hälfte der  $C_2$  und kleineren Kohlenwasserstoffe entstehen hier. Sonst ergab sich, wie bei der früheren Messung des Reaktionsverlaufes, daß in den oberen Kontaktschichten 70 % der Spaltprodukte aus Benzin und nur 30 % aus Gasen bestehen, während in der unteren Kontaktschicht sich das Verhältnis etwa umkehrt. Beim Ausbau der Kontaktfüllung nach 3 300 Reaktionen waren die oberen Schichten von eingeschlepptem Eisenoxyd bedeckt; es hatte sich eine etwa 200 mm starke Kruste gebildet. Auch in der unteren Kontaktschicht war eine schwache Verkrustung zu beobachten. Eine Verkleinerung des Kornes konnte nicht festgestellt werden. Der Reaktor wurde mit neuem Kontakt, der aber dieses Mal mit geringen Mengen Borylphosphat und Kobalt versetzt war, gefüllt. Der Ofen wird z.Zt. wieder angefahren.

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

Im Laboratorium wurden 6 Versuchsofen in Betrieb genommen, die eine Reihe von Verbesserungen gegenüber der

Durchschrift

früheren Anordnung aufweisen. Hauptmöhlich wurde die Kondensation und Gasentnahme wesentlich vereinfacht und sicherer gestaltet. Die vergleichende Prüfung von Granusil und Superfiltrazol wurde fortgesetzt, die Alterungskurve verläuft ähnlich wie in der Großanlage, d.h. nach anfänglich starker Abnahme erfolgt das weitere Absinken sehr langsam. Der in der LT-Anlage ausgebaute Kontakt aus verschiedenen Höhen des Reaktors wurde in die Apparatur eingebaut. Neue synthetische Kontakte werden vorbereitet. Einige Versuche, die sich auf Beispielnachprüfung zwecks Einspruchs gegen eine Anmeldung der I.G. beziehen, wurden durchgeführt. Die Prüfbedingungen wurden den Bedingungen des Großbetriebes genau gleich gemacht.

### 3.) Völsynthese (Geiser, Kühnel).

Eine größere Menge Benzin aus Ofen 10, 11. Füllung, Kobaltkontakt-Wassergas-Kreislauf 1 + 3 wurde mit Natrium vorbehandelt. Es ergab sich über 10 Synthesen ein einwandfreier Verlauf, gute Neubildung von dünnflüssigem Kontaktöl und gleichmäßige Ausbeute von ca. 54 % bei einer Polhöhe von 1,63. Damit ist klargestellt, daß nicht etwa die Konstitution der Olefine zu dem bei vorbehandelten Benzinen bisher beobachteten Absinken der Kontaktöläktivität führt. Ein nicht neutralisiertes Benzin wurde zweimal <sup>hier</sup> bei 220 - 225° über Aluminiumhydroxyd vorbehandelt. Die mittlere O.H.Z. betrug 3,1. Mit 3 % Aluminiumchloridzugabe pro Synthese konnte über 14 Synthesen eine mittlere Ausbeute von 53 % erhalten werden; die Polhöhe war 1,63, die Viskosität etwa 8°E. Im Gegensatz zur Natriumvorbehandlung war der Aluminiumchloridverbrauch höher, die Viskosität tiefer. Ein neutralisiertes gleiches Benzin über Aluminiumhydroxyd in der 1. Stufe bei 190, in der 2. Stufe bei 250° geleitet, ergab bei einer O.H.Z. von 0,52 bei nur 2 % Kontaktöleinsatz wieder eine Ausbeute von ca. 54 %, eine Viskosität von ca. 14 und eine Polhöhe von 1,68. Die Polhöhe war also etwas verschlechtert, der Aluminiumchloridverbrauch aber der gleiche wie bei der

Natriumbehandlung. Mit festem Zinkchlorid 1 Std. kalt geschüttelt ergab das gleiche Benzin bei 2 % Aluminiumchloridzugabe ca. 54 % Ausbeute bei einer Viskosität im Mittel von 14 und einer Polhöhe von 1,63, also praktisch die gleichen Resultate wie natriumvorbehandeltes Material. Ein von Dr. Roelen geliefertes Benzin aus der Eisensynthese mit gradem Durchgang hatte 64 % Olefine, eine O.H.Z. von 89. Die Natriumvorbehandlung versagte, weil die O.H.Z. zu hoch lag. Mit Zinkchloridlösung gewaschen, wurden 44 % Öl mit 15<sup>0</sup>E und einer Polhöhe von 1,74 erhalten.

Es wurde eine Mikrosynthese entwickelt, um schon mit 100 g Benzin sowohl Ausbeute wie Qualität der erhaltenen Öle bestimmen zu können. Die Abweichung gegenüber der Grosssynthese lassen sich bei sorgfältigem Arbeiten auf 1 % herabdrücken. Die Synthese erleichtert außerordentlich das Studium der Ölbildung aus Benzinen, die wegen der Schwierigkeit der Herstellung nur in kleinen Mengen zur Verfügung stehen. Es sind Studien im Gange, die zum Ziele haben, die Ausgangsbasis für ein Öl mit einer Polhöhe von 1,5 wesentlich zu erweitern. Im Anschluß an im Jahre 1938 durchgeführte Versuche sollen besonders geeignete Olefine aus den zur Verfügung stehenden Rohbenzinen abgetrennt werden. Die Polhöhen der Einzelfractionen C<sub>5</sub>, C<sub>6</sub> usw. aus Kreislaufbenzin werden studiert.-Für die Luftwaffe wurde ein Öl mit 9,8<sup>0</sup>E bei 50, 1,52 Polhöhe, Flammpunkt 244, Stockpunkt -44 und ausgezeichnete Alterungsbeständigkeit hergestellt. Bei sechsstündiger Alterung bei 160<sup>0</sup> wurde eine Viskositätszunahme von nur 4 % beobachtet, während die Verseifungszahl auf 1,7 ging. Auch für den Versandbetrieb wurden 200 l Öl für das Getriebe des Kompressors hergestellt.

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

Es wurden 4000 kg Poly-Kontakt in der neu errichteten Kontakanlage hergestellt. Die Anlage wies eine Reihe von konstruktiven Kinderkrankheiten auf, wie schlechte Befestigung der Motore, Unzugänglichkeit einzelner Apparaturen

usw., die erst beseitigt werden mußten. Schwierigkeiten machte auch der Vortrockner, der sehr ungleichmäßige Temperaturen aufweist. Trotzdem war es durch gewisse Änderungen des Herstellungsverfahrens möglich, die Krupp zugesagten Kontaktmengen rechtzeitig zu liefern. Der Einbau des Kontaktes bei Krupp wird allerdings erst im Januar erfolgen. Eine Durchschnittsprobe aus der Krupp-Lieferung wurde im Dauerbetrieb auf seine Polymerisationseigenschaften untersucht. Bis zur Erzeugung von 800 l Polybenzin pro kg Kontakt nahm die Aktivität praktisch nicht ab. Dann setzt eine Aktivitätsabnahme ein, die sich bis 1 300 l Benzin/kg Kontakt laufend steigerte, so daß der Kontakt dann nur noch etwa die Hälfte der Olefine umsetzte.

5.) Herag-Versuche (Dr.Rottig).

Durch Anwendung einer Mischung von Aromatisierungs- und Spaltkontakt gelang es, die uns von der Herag übergebenen Reidbrook-Benzine bei 85 % Flüssigausbente bis auf eine O.Z. von 85 zu bringen. Es wird eine größere Menge dieser Benzine zwecks näherer Untersuchung hergestellt.

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

Es wurden günstige Resultate bei hohen Kontaktbelastungen mit Bromzugabe erreicht, und zwar kann mit 80 - 85 % Flüssigausbente bei Einsatz der nicht olefinisierten Anteile im Recycle gerechnet werden. Die Olefinkonzentration liegt bei einmaligem Durchsatz bei 25 - 30 %, ~~abgetrennt~~

\*) durch fraktionierte Kondensation, abgetrennt werden können.

7.) Katalytische Dehydrierung (Dr.Rottig).

Bei wiederholtem Einsatz von Hexan konnten im 1. Durchgange 10, im 2. 6 und im 3. nur noch 2 % Olefine gebildet werden. Die Aromatenbildung steigt an, so daß durch Zwischenabtrennung des Wasserstoffs und nochmaliges Aromatisieren keine wesentliche Erhöhung der Olefinkonzentration erreichbar war. Zur Unterdrückung der Aromaten wurden sauerstoffhalt-

\*) Im Reaktionsgemisch sind noch bromierte Kohlenwasserstoffe enthalten, die

Durchschrift

tige Verbindungen zugesetzt, wie beispielsweise Alkohole, Kohlensäure usw. Es gelang im Maximum bei einmaligem Durchsatz bei Heptan 20 % Olefine zu erzielen. Weitere systematische Versuche über Einfluß von Temperatur, Aufenthaltsdauer und Druck sind in Vorbereitung.

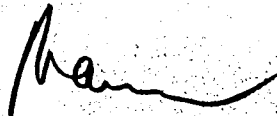
Die Arbeiten zur Feststellung der Lage der Doppelbindung durch oxydativen Abbau der Olefine ergaben bis zu 90 % der Theorie an den zu erwartenden Carbonsäuren. Versuche zur Trennung verschiedener Gemische durch chromatische Adsorption sind im Gange.

8.) Dehydrierung (Dr. Schrieber).

Die Versuche zur Dehydrierung mit Hilfe von Oxydation über Kontakten ergaben vorläufig wohl die Bildung einer Reihe von Oxydationsprodukten aber nicht die Bildung von gewünschter Olefinen.

9.) Hydrierung (Wischermann).

Bei einer Ausnutzung von 70 - 80 % des eingesetzten Wasserstoffs konnten 1 270 l Benzin, <sup>in Versuch</sup> ohne das der Kontakt bisher erschöpft ist, in 508 Kontaktstunden hydriert werden. Die Temperatur betrug ca. 200°, der Druck 10 atü, der eingesetzte Wasserstoff war 90%ig. Weitere Versuche wurden mit Poly-Benzin durchgeführt.



Durchschrift