

24. Mai 1941

Colloquium
Gang: 1. Mai 1941
Ad. Nr.: 1114
Monat: 1941

Streng vertraulich.

Herren Professor Martin
Dr. Hagemann

Betrifft: Tätigkeitsbericht des Hauptlaboratoriums,
Monat April 1941.

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

Der im vorigen Monat ausgebaute Kontakt zeigte bei Laborversuchen eine Verringerung der Aktivität bei gleichen Versuchsbedingungen von ca. 45 % auf 25 % Umwandlung. Die im halbtechnischen Betrieb beobachtete erhöhte C_1-C_2 -Bildung erwies sich klar als bedingt durch die im technischen Betriebe für die Aufrechterhaltung der 40%igen Umwandlung angewendete erhöhte C_1-C_2 -Temperatur. Bei nur 25 % Umwandlung ergab sich keine erhöhte C_1-C_2 -Bildung. Nach Neufüllung gab der Ofen die alten Resultate. Auf Grund der im letzten Monatsbericht mitgeteilten Beobachtung der starken Isomerisierung einer durchgesetzten reinen C_5 -Fraktion wurden Versuche unternommen, dem Einsatzmaterial stark ungesättigte C_5 -Fraktion zuzusetzen. Auch hier wurde weitgehende Isomerisierung beobachtet. Es ist beabsichtigt, beim Ausbau der RB das primäre C_5 für die Fliegerbenzin I - Herstellung heranzusiehen. Damit wird diese C_5 -Mengen praktisch ohne jeden Aufwand in der katalytischen Spaltanlage isomerisieren können. Für die C_4 -Fraktion liegen die Verhältnisse noch nicht klar.

2a) Polymerisation und Hydrierung (Dipl.-Ing. Spiske).

Die Hydrierung wurde bisher mit Betriebsdampf beheizt. Da im Laboratoriumsversuche festgestellt wurde, daß eine Hydriertemperatur von über 200° am günstigsten ist, wurde die Apparatur auf elektrische Heizung des Dampfmantels umgebaut. Bei 30 atü konnten auf 10 l Kontakt 5 - 6 l Poly-Benzin durchgesetzt werden unter Erreichung einer

Jodzahl von 0. Die Polymerisation lief einwandfrei. Es wurden für Versuche bei den Erprobungstellen der Luftwaffe 600 l Spezialtreibstoff mit Oktanzahl 100 in diesen Anlagen in Arbeit genommen. Es wurden Versuche begonnen, einen von den UOP-Patenten unabhängigen Polymerisationskontakt, besonders für selektive Polymerisation, zu entwickeln. Bei einigen Kontakten wurden schon erfolgversprechende Anfangsergebnisse erzielt.

2.) Katalytische Spaltung, Laborapparat (Stuhlfarrer).

Die bisherige Laboratoriumsapparatur wurde wesentlich umgebaut und verbessert. Das bislang verwendete Aluminiumrohr wurde durch ein Quarz- bzw. Duranglasrohr ersetzt, das in einem Aluminiumrohr-Ofen liegt. Die Kontaktmenge wurde erhöht, ein sehr vereinfachter Verdampfer konstruiert. Die jetzige Apparatur hat den großen Vorteil, daß sie mit den Großversuchen durchaus vergleichbare Resultate ergibt, da das Glasrohr im Gegensatz zum Aluminiumrohr spaltkatalytisch ^{fast} völlig inaktiv ist. Es gibt nur 1,5 % Eigenaufspaltung, während das Aluminiumrohr nach einer gewissen Aktivierungszeit bis zu 10 % Aufspaltung gab. Der Block enthält 3 Rohre. Die Apparatur ist im wesentlichen gedacht als Kontakt-Prüfapparat. Es erscheint notwendig, alterungsbeständigere Kontakte zu machen als sie in den normalen Gramsil vorliegen. Dazu sind Dauerlaborversuche erforderlich. Die Versuche ergaben eine gute Übereinstimmung mit den Großversuchen. In dieser Apparatur wurden auch noch die oben erwähnten Untersuchungen des gealterten Gramsilkontaktes aus der Lf-Anlage durchgeführt. Weiter wurden in der Apparatur Spaltversuche mit 60 - 180° Benzol aus der Kreislaufsynthese mit Eisenkontakt gemacht, die ein praktisch normales Bild ergaben. Dagegen ergaben die C₁₃-bis C₁₇-Kohlenwasserstoffe nach der Oxosynthese, die ja für die Großanlage ein gutes Kontingent des Einsatzes darstellen, eine gegenüber normalen Spaltungen wesentlich herabge-

setzte Umwandlung, die fast auf der Hälfte der sonst beobachteten Umwandlungen lag. Die Untersuchungen hierüber werden fortgesetzt.

3.) Aromatisierung (Dr. Rottig).

Die für das Rasyn-Projekt wichtige Aromatisierung der Eisenkontaktbenzinfraction 80 - 180° ergab, daß bis zu einer CO-Zahl von 3 und einer OH-Zahl von 10 die sauerstoffhaltigen Verbindungen keinen Nachteil bei der Aromatisierung ergeben.

Bei der Untersuchung des dem Kontakt zugemischten inerten Brockenmaterials auf Crackgas und OH-Bildung zeigte Magnesiumoxyd verhältnismäßig gute Ergebnisse.

4.) Dehydrierung (Dr. Rottig).

Für die Dehydrierung durch Einwirkung von Brom, abgespaltene Bromwasserstoffe und Oxydieren des Bromwasserstoffes mit Luft, wurde eine kleine kontinuierliche Anlage aufgestellt, die hinsichtlich des Olefingehaltes befriedigende Resultate gab. Auch die Bromrückgewinnung ist in Ordnung. Die Lage der Doppelbindungen dagegen ist nach Versuchen, die mit ca. 1 l dehydriertem Material gefahren wurden, noch nicht befriedigend. Weiter ist noch etwas schwierig die vollständige Enthalogenisierung. Sie gelingt zwar vollständig, der technische Stand erscheint aber noch zu groß.

5.) Fischeraynthese mit Acetylenzusatz (Dr. Rottig).

s.St. laufende Versuch zur Herstellung größerer Mengen Produkt, um eine genauere analytische Erfassung durchführen zu können.

6.) Neue Analysemethoden (Dr. Rottig).

Es wurden die Arbeiten über eine neue NZ-VZ-Halbmikro-Methode abgeschlossen. Neben wesentlicher Ersparnis an schwer beschaffbaren Chemikalien wie Alkohol und neben dem großen Vorteil, mit kleinen Substanzmengen (wichtig für Versuchsarbeiten) auskommen zu können, arbeitet die Methode

wesentlich schneller und auch exakter als die bisherige Makro-Methode. Ein Bericht ist in Vorbereitung. Weiterhin ist eine Mikro-Jodzahl-Methode entwickelt worden, bei der die Vorteile der Substanzersparnis die gleichen sind wie bei der H₂-VZ-Methode. Bei Benzinen erlaubt die Methode ein äußerst schnelles Arbeiten. Man hat eine exakte Jodzahl innerhalb etwa 5 Minuten. Es sind s.Zt. Versuche an von den Laboratorien Roelen, Velde und Feist gelieferten Substanzen im Gange, um die Methode auch an schwieriger gebauten ungesättigten Verbindungen zu prüfen.

7.) Dehydrierung (Dr. Schrieber).

Die Dehydrierung von Octan wurde weiter studiert. An speziellen Kontakten wurde mit einem Luft-Salzsäure-Gemisch bei 95 - 100% Kondensatausbeute eine Jodzahl von 45, bei 86 % Kondensat eine Jodzahl von 57 erreicht. Die bisher vorliegenden Mengen erreichen noch nicht aus, um Konstitutionsbestimmungen durchzuführen.

8.) Dehydrierung von Heptan (Dr. Kalippke).

Die Dehydrierung von Heptan wurde bei Temperaturen von ca. 540°, bei der ein theoretischer Olefingehalt von 40 % zu erwarten ist, durchgeführt. Bisher konnten mit einem auf Aluminiumoxydbasis aufgebauten Kontakt Jodzahlen von 38, entsprechend einem Olefingehalt von 15 %, also etwa 1/3 der theoretischen Ausbeute, erreicht werden.

9.) Messung mit der Gaswaage (Dr. Buscher).

Es wurde die magnetische, arrittierbare Gaswaage von Fuess aufgestellt und geeicht.

10.) Flüssigphasensynthese (Wischermann).

Die vierstufige Flüssigphasensynthese wurde über mehrere 100 Stunden durchgeführt. Sie ergab in der 4. Stufe über 80 % Umwandlung ohne Methanbildung entsprechend ca. 170 g Flüssigausbeute. Eine Gasbildung tritt bei der Synthese kaum auf. Die Kontaktbelastung, bezogen auf

^{lang}
alle 5 Stufen bei 1,25 l/g Kobalt und Stunde. Die Apparatur läuft z.Zt. ohne Störung weiter.

11.) Phenthiasinherstellung (Dr. Petri).

Die Phenthiasinherstellungsversuche ergaben abschließend, das die praktisch mit 100%iger Ausbeute aus Diphenylamin, Schwefel und Aluminiumchlorid hergestellte Rohschmelze schon ein voll wirksamer Inhibitor für unsere Öle ist. Es scheint auch die Möglichkeit zu bestehen, diese Rohschmelze vor der Entchlorung zuzusetzen. Diese Möglichkeit ist in manchen Fällen noch angenehmer als der Zusatz zum Benzol vor der Synthese. Die Herstellung des Inhibitors ist damit sehr vereinfacht worden. Die für den Inhibitor verwendeten technischen Produkte sind leicht zugänglich.

12.) Ölherstellung (Dipl.-Ing. Clar).

Die Verfolgung der aus der Kobalt-Kontakt-Kreislauf-Synthese, Ofen 10, 11. Füllung, hergestellten Benzine ergaben für die ersten 6 - 8 Wochen keine Änderung der Benzinqualität. Die Ausbeute liegt bei ca. 55 % Öl, bezogen auf die 60 - 200°-Fraktion. Die Polhöhe liegt bei 1,63.

Die Vorraffinationsversuche der Primärbenzine, aus über Eisenkontakt und Mitteldruckkreislauf hergestellt wurden weiter fortgeführt. Fein aufgeteilte Benzindämpfe durch Phosphorsäure geleitet ergaben bisher weiterhin die besten Resultate. Die über Aluminiumoxyd erhaltenen gleich guten Resultate konnten noch nicht reproduzierbar gespalten werden, wenn es auch mit etwas überhöhten Aluminiumchloridgaben - 3 statt 2,5 % - gelang, schon gute Ausbeuten auch im Dauerversuch zu erzielen.

