

22. Januar 1941.

Herren Prof. Martin
Dr. Hagemann

Schrotstein 12	
Eingang:	24.1.1941
Lfd. Nr.:	51 / 1
Beantw.:	4

Betrifft: Tätigkeitsbericht des Hauptlaboratoriums
Monat Dezember 1940.

1.) LF-Anlage (Dr. Kolling)

Die systematische Verfolgung der Kohlenstoffabscheidung mit der Dauer der Reaktionsperioden ergab die Möglichkeit, an Stelle der Abführung der aus der Kohlenstoffverbrennung stammenden Regenerierwärme durch große Luftmengen, diese durch entsprechende Bemessung der Reaktionsperioden restlos aufzufahren. Für die Großanlage bedeutet dies Einsparung von 45 % der Reaktoren, Verminderung der Luftgebläseleistung auf $\frac{1}{10}$, entsprechende Verkleinerung der Luftvorwärmung und Regenerierluftleitungen.

Die Prüfung der Möglichkeit, die Reaktionswärme durch Überhitzungswärme von Dampf und Spaltgut zu liefern, ergab Bedenken gegen diese Arbeitsweise wegen zu geringer Aufspaltung, zu schlechter Ausnutzung des Kontaktes und bei längeren Fahrperioden zu großer Überhitzung bei der endlich vorgenommenen Regenerierung des Kontaktes.

Die Beobachtung der Alterung des Kontaktes ergab neben einem Absinken der Aktivität einen Anstieg des Olefingehaltes, so daß eine gewisse Alterung sogar wünschenswert erscheint.

2.) Katalytische Spaltung Laboratorium (Dipl.-Ing. Stuhlpfarrer)

Die Durchführung der katalytischen Spaltung in einer Kombination aus Spalt- und Aromatisierungskontakt ergab bei Zugabe von Wasserdampf bei 75 % Aufspaltung nur 2 % Kohlenstoff, 50 % Gas mit 85 Olefinen von sehr guter Qualität und 55 % Benzin mit einer hohen Dichte von 0,77.

Die Spaltung von Nerag-Gasöl ergab gegenüber Synthesegasöl kleineren Umsatz, etwas erhöhte Kohlenstoffabscheidung, weniger Gas und mehr Benzin. Im ganzen scheint die Spaltung, auch bei Einsatz von Recycle, durchführbar zu sein.

Die in der LT-Anlage beobachtete Kontaktalterung wurde in einem über 300 311 Reaktionen geführten Versuch in der halbtechnischen 4 l - Anlage bestätigt. Hier werden jetzt weitere Kontakte in einem größeren Programm geprüft.

3.) Polymerisation (Spiske).

Die in der Druckdestillation der LT-Anlage gewonnene iso-Pentylen-Fraktion wurde in einem Wassermantelofen polymerisiert. Es wurde eine Kontaktleistung von 370 kg Benzin/kg Kontakt erreicht. Ca. 65 % dieses Benzins sieden zwischen 60 und 165°, 20 - 25 % sind unpolymersiertes Pentan, 10 % sieden zwischen 165 und 200°, ca. 3 - 5 % über 200°. Die Polymerisation lief einwandfrei.

Das Poly-Benzin wurde in einer neu erstellten, ausgezeichnet schneidenden, vollautomatischen Labor-Destillationskolonne fraktioniert.

Systematische Versuche über die Hydrierung des Poly-Benzins wurden in Arbeit genommen.

Eine C₄-Fraktion aus der LT-Anlage wurde mit verschiedenen Polymerisationsgraden durchpolymerisiert, um den Einfluß der selektiven Polymerisation auf die Oktanzahl bei Verwendung unserer katalytischen Spalt-C₄-Anteil zu studieren.

4.) Aromatisierung (Dr. Rottig).

Die geformten Kontakte wurden weiter entwickelt. Gegenüber den Resultaten des Vormonats gelang es, Kontakt von ausgezeichneter Aktivität und großer Druckfestigkeit herzustellen, allerdings ist die Kohlenstoffabscheidung und Crackgasbildung, wenn auch weitgehend verbessert, so

doch noch nicht ganz so niedrig, wie bei den besten un-
geformten Kontakten. Es wurde eine systematische Versuchs-
reihe in Arbeit genommen, um auch bei der Aromatisierung
noch einmal den Einfluß der Reaktionsdauer auf die
Kohlenstoffabscheidung zu studieren. Hier liegen die Ver-
hältnisse aber fraglos wesentlich anders als bei der kataly-
tischen Spaltung. Trotzdem dürfte sich die Möglichkeit
ergeben, auch bei der Aromatisierung durch verlängerte
Reaktionsdauer zu einer Vereinfachung und Verbilligung
der Anlage zu kommen.

Die Druckhydrierung der Olefine im aromatisierten
Benzin wurde praktisch abgeschlossen; bei etwa 10 atü und
420° wurden beste Ergebnisse erzielt. Über 450° tritt auch
bei Wasserstoffdruck Aromatisierung ein.

5.) Sulfonierung von Olefinen (Dr. Rottig).

Es wurden in größeren Versuchen 90 % Ausbeute, be-
zogen auf die Olefine, als gut schäumende und waschende
Sulfonierungsprodukte erhalten. Ein abschließender Bericht
ist in Vorbereitung.

6.) Olefinierung (Dr. Rottig).

Bei der Olefinisierung langkettiger Paraffine vom
Typ C₁₅ durch Bromierung und Debromierung unter Autoxyda-
tion des dabei entstehenden Bromwasserstoffs und Verwendung
des Broms im Kreislauf wurden bis zu 70 % Olefine bei ein-
maliger Durchführung des Prozesses erhalten. Die Ausbeute
ist dabei fast 100%ig, so daß dieser Olefinisierungsweg
interessant erscheint.

7.) Acetylen-Versuche (Wischermann, Dr. Rottig).

Bei der Zugabe von 3 % Acetylen in drucklosen Synthe-
segas-Versuchen wurde eine außerordentliche Steigerung
des Olefingehaltes beobachtet, der bei einem Produkt mit
der Siedekennziffer 253 (C₁₄) 50 % betrug. Bei der ver-
gleichweisen Zugabe von Äthylen wurde dagegen die Bildung

sauerstoffhaltiger Produkte in großen Mengen beobachtet.

Auch bei in der Flüssigphase und bei Drucken von 50 atm. durchgeführten Versuchen wurde bei Acetylen-Wassergas nur eine sehr geringe Bildung sauerstoffhaltiger Produkte beobachtet. Bei Äthylen-Wassergas mit ¹⁸Übereinstimmung mit Beobachtungen Roelens dagegen große Mengen sauerstoffhaltiger Produkte.

8.) Flüssigphasensynthese (Wischermann).

In einem nur 90 cm hohen Syntheserohr konnten bei einem Durchsatz von 5 l Synthesegas pro 1 g Kobalt/Std. bei einer Temperatur von 200° über längere Zeit eine Umsetzung von 50 % ohne jede Methanbildung gehalten werden. Eine Kontakterneuerung wurde in dieser Zeit nicht vorgenommen. Bei Umsetzung in 3 Stufen müßte man hier schon auf 180 - 190 g Flüssigprodukte pro m³ Synthesegas kommen. Eine entsprechende Apparatur ist im Bau.

9.) Ölherstellung (Dipl.-Ing. Clar).

Die wesentlichsten Versuche waren hier auf die Vorbehandlung von Wassergaskreislaufbenzin gerichtet. Über die Versuche ist schon verschiedentlich berichtet worden. Als besonders günstig hat sich die Behandlung bei ca. 380° über Tonscherben erwiesen. Auch das Durchleiten der flüssigen Benzine durch Zinnchlorid hat gute Resultate. Bei der Phosphorsäurebehandlung zeigt sich eine Empfindlichkeit gegen Aufenthaltsdauer, Temperatur usw., so daß diese Behandlungsmethode zu labil in Rücksicht auf die aufrecht zu erhaltende Ölqualität aussieht.

Eine systematische Untersuchung des Zusammenhanges Polhöhe und Siedebeginn bei Verwendung von Crackbenzin aus Kaltpressöl ergab für Originalbenzin 1,58 Polhöhe, über 100° siedend 1,53, über 150° 1,50, über 185° 1,48. Man sieht hier deutlich, welche große Anstrengungen gemacht werden müssen, um extreme Polhöhen über 1,55 zu erreichen.

In diesem Zusammenhang wurde auch eine interessante Reihe von Polymerisationsversuchen durchgeführt unter Ver-

005238

wendung scharf geschnittener Einzelfractionen C₆, C₇ usw.
über die im Zusammenhang berichtet wird.

10.) Dehydrierung (Dr. Schrieber).

Die Dehydrierung von Cetan unter Zusatz von kleinen Mengen Salzsäure durch Oxydation mit Luft über Kupferkontakten ergab Resultate, die bei weiterer günstiger Entwicklung diese Dehydrierungsmethode interessant erscheinen lassen.

11.) Herstellung von Phentiazin (Dr. Petri).

Die Herstellung von Phentiazin in größerem Umfange sowie das Studium geeigneter Verfahren für die Herstellung wurde aufgenommen, damit die Japan-Öle und größere Flugölmengen fertiggestellt werden können.

