

23. Oktober 1940.

005254

Herren Professor Martin
Dr. Hagemann

Sekretariat Hg.	
Eingang:	24. 10. 1940
Lfd. Nr.:	904
Beantw.:	15

Betrifft: Tätigkeitsbericht des Hauptlaboratoriums
Monat September 1940.

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

Bei dem am 6. September erfolgten Ausbau der Kontaktfüllung bestätigte sich das durch die mit CO_2 durchgeführten Gasverteilungsmessungen gewonnene und im letzten Monatsbericht geschilderte Bild. Die gemessene Zunahme der Gasgeschwindigkeit von der Mitte der Reaktorfüllung zur Wand des Reaktors hin im Verhältnis 1:3 hatte ihren Grund in einer ungleichmäßigen Verteilung des Staubes und der kleineren Kontaktteilchen. So war z.B. in der mittleren Zone der Staubanteil etwa doppelt so groß wie in der bis 10 cm von der Wand entfernten Randzone.

Die Zermahlung des Kontaktes, die wahrscheinlich zum größten Teile bereits bei der Einfüllung der Kontakt-Steinmischung eintritt, war wiederum sehr stark. Aus diesen Grunde erscheint es wichtig, bei der nächsten Reaktorfüllung statt der eckigen, scharfkantigen Steinbrocken abgerundetes Material zu verwenden und zu versuchen, auch den Kontakt selbst wennmöglich noch härter und gleichmäßiger zu formen. Solche Versuche sind im Gange.

Am 10. September wurde mit der Füllung des Reaktors mit Spaltkatalysator begonnen. Als Kontakt wurde für diese 1. Füllung Gramsil ohne Zusätze, das durch sorgfältige Ausziehung auf 1 - 3 mm Korn gebracht war, verwendet. Die nach beendeter Füllung im kalten Reaktor durchgeführte CO_2 -Gasverteilungsmessung ergab daher auch eine praktisch in allen Teilen der Füllung gleichmäßige Gasverteilung.

- 2 -

Beim 1. Versuch bei einer Mitteltemperatur von 430° ergaben sich hohe Kohlenstoffwerte und große Temperaturausschläge. Bei Heruntersetzen der Temperatur auf 320° wurden die Verhältnisse eher schlechter als besser; es konnte aber festgestellt werden, daß der Kontakt nicht mit Kohlenstoff, sondern mit Polymerisaten verlegt war. Bei einer daraufhin vorgenommenen Steigerung der Temperatur auf die normale Temperatur von ca. 460° verschwanden diese Polymerisate, die sich anscheinend nur bei tiefen Temperaturen auf dem Kontakt bilden, und das normale Temperaturbild trat ein. Die Aufspaltung liegt wesentlich höher als bei gleichen Temperaturen im Laboratoriumsversuch. Das Verhältnis von Benzol zu C_5 -Fraktion und C_3 -Fraktion ist normal. Die C_4 -Fraktion liegt, bedingt durch einen höheren Gehalt an iso-Etan, höher als erwartet, der Olefingehalt entspricht dem auch sonst bei gleichem Kontakt beobachteten. Auch die Kohlenstoffabscheidung ist etwa normal.

Die Poly-Anlage ist abgedrückt und gefüllt. Die Heizung des Reaktors ist geprüft. Beim ersten Anfahren ergab die Anlage sowohl in der Polymerisation als auch in der Stabilisation befriedigende Werte.

Noch nicht ganz befriedigend arbeitet die Destillation in den niederen Fraktionen.

Für die Aromatisierung wurde die Herstellung des Aluminiumoxyds für eine neue Kontaktfüllung in Arbeit genommen, und zwar auf Basis Rehtonerde. Die im vorigen Monatsbericht erwähnten Belastungsversuche in Laboröfen wurden weiter fortgesetzt, ebenso die Materialprüfungen. Weiterhin sind Versuche im Gange, durch neue Formungsmethoden noch härtere Kontakte zu bekommen, die die nötige Abtriebsfestigkeit besitzen.

2.) Herstellung von Fliegerbenzin (Dipl.-Ing. Spiske).

Der neue Reaktionsofen für Isomerisierung ergab eine ca. 30 - 40 %ige Umwandlung der Olefine in iso-Olefine, wobei gleichzeitig 2 - 3 % des Gesamteinsatzes als Polybenzin anfielen. Der Kontakt hat bis jetzt 122 Reakt.Std.

Für die D.V.L. wurden 50 l Spezialtreibstoff für Fliegerzwecke hergestellt.

4.) Flüssigphasenversuche (Wiesermann.)

Die Durchführung der Fischer-Synthese in der Flüssigphase wurde weiter verfolgt. Es wurde festgestellt, daß bei der Hintereinanderschaltung von 3 Flüssigstufen bis zu 85 % des eingesetzten Kohlenoxydwasserstoffs umgesetzt werden. Die Methanbildung ist hierbei 0. Ebenso ist eine Kohlenstoffbildung nicht zu beobachten. Es ist nicht notwendig, zwischen den einzelnen Stufen die Reaktionsprodukte abzuscheiden. Man kann vielmehr direkt von einer Stufe in die nächste Stufe gehen. Die Umsetzung in der 1. Stufe betrug etwa 35 %, in der 2. Stufe ca. 55 %, in der 3. Stufe zwischen 75 und 85 %. Während 600 Reaktionsstunden zeigte sich praktisch kein Abfall der Kontaktaktivität. Frischkontakt wurde bei diesen Versuchen nicht zugegeben. Es wurde ohne Zwischenalkalisierung und in Eisenrohren gefahren. Bei Füllung der Rohre mit Raschigringen ergibt sich eine überraschende Steigerung der Umsetzung, und zwar konnten hier schon in einer Stufe bis zu 70 % Umsatz ohne jede Methanbildung erhalten werden, allerdings erst in sehr kurzen Laufversuchen. In weiteren Versuchen wurde die Konzentration des Kontaktes variiert. Ohne Raschigringfüllung zeigen die Versuche mit 5 % Kontaktkonzentration eine Umsetzung von ca. 20 % statt ca. 35 % bei 10 % Kontaktkonzentration, wobei allerdings unberücksichtigt ist, daß mit gleicher Gasbelastung pro Liter Apparatur, d.h., doppelter Gasbelastung pro Gramm Kobalt, gearbeitet wurde, und zwar mit 5 l/g reagierendem Kontakt. Bei einem über 500 Stunden gefahrenen Synthesegas-Versuch ergab sich folgende Produkte-Aufteilung:

5 % Gasol bis 100°	7 %
100°-200°	16 %
200°-320°	54 %
320°-460°	7 %
über 460°	0,5 %

In früher liegenden Versuchen wurde beobachtet, daß bei Zwischenalkalysierung die auch bei diesem Versuch hervortretende Betonung der Dieselölfraktion noch stärker hervortritt, und zwar wurde hier ein vollständiges Verschwinden des Paraffins und 80 % in der Siedelage von 200 - 320° beobachtet.

5.) Hydrierung von aromatisiertem Bensin (Dr. Kalippe).

Die Möglichkeit der Reindarstellung der Aromaten aus unseren aromatisierten Bensinen hängt von der gleichzeitigen Anwesenheit der Olefine ab, da die Olefine bei Anwendung von selektiven Lösungsmitteln stets mit den Aromaten in die Lösungsmittel gehen. Es liegt daher ein Bedürfnis vor, die Olefine selektiv zu hydrieren. Bei Tieftemperaturen und hochaktiven Kontakten hydrieren sich auch die Aromaten. Es wurde daher bei ca. 350°, d.h., bei einer Temperatur gearbeitet, bei der die Gleichgewichtslage für die selektive Hydrierung der Olefine günstig ist. Bei 10 atm. Wasserstoffdruck und 350° Ofentemperatur wurde eine ca. 90 % - Hydrierung der Olefine ohne jeden Angriff der Aromaten erreicht.

6.) Oxysynthese mit Acetylen. (Dr. Eottig).

Die Versuche zur Anlagerung von Kohlenoxydwasserstoff an Acetylen wurden wieder aufgenommen und schon bei 45° eine weitgehende Anfarbeitung des Acetylens erreicht bei Anwendung des Kontaktes in einer Flüssigaufschlammung. Die Anfarbeitung der Produkte ist im Gange. Auch bei der direkten Gasphasensynthese wurde das Acetylen weitgehend aufgearbeitet und stark veränderte Produkte erhalten.

7.) Herstellung von Olefinen (Dr. Schrieber).

Die Behandlung von normal-Cetan in flüssiger Phase mit Schwefel ergab bisher insofern Enttäuschungen, als neben einer gewissen Dehydrierung eine starke Polymerisa-

tion einherging, d.h., ein großer Teil der von Schwefel angegriffenen Cetanmoleküle wird zu weit abgebaut. Auch die Hydrierung an Kontakten hat noch keinen besonderen Erfolg gegeben.

7.) Schmierölsynthese (Dipl.-Ing. Glar).

Im Vordergrund standen hier die Versuche, die Wasser-gas-Kreislauf-Benzine in der Siedelage von 100 - 200° für die Schmierölsynthese brauchbar zu machen. Die von Dr. Goethel vorgeschlagene Vorbehandlung mit Natronkalk wirkt bei diesen Benzinen praktisch nicht oder ungenügend. Es wurden eine Reihe von verschiedenen anderen Vorbehandlungen probiert und hierbei vorläufig 3 sehr wirksame Methoden gefunden, einmal die Vorbehandlung von aktivem Aluminium bei 200°, zweitens eine Vorbehandlung mit Siliziumtetrachlorid und drittens eine Vorbehandlung mit Natriumbisulfid und metallischem Natrium. Besonders die erstgenannte Methode wird z.Zt. technisch weiter studiert, wie überhaupt die Anwendung reduzierender aktiver Metalle weitgehend geprüft werden soll.

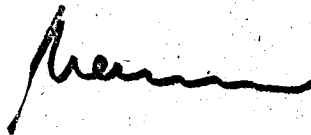
Weiterhin ist die Abteilung damit beschäftigt, 4000 l Flugöl für das E.L.M. herzustellen. 7000 l Spezial-Dieselöl sind im Monat ^{abgegeben} zur Ablieferung gekommen. An die Firma Zeiss sind letztmalig ca. 200 kg Spezialöle geliefert worden.

Im Auftrage von Herrn Prof. Martin wurde eine Reihe von Bestimmungen durchgeführt zur Festlegung der Möglichkeit, aus einer Olefinmischung, die mindestens 15 % C₆ C₇ enthält, Öle mit einem Viskositätsindex von 120 herzustellen. Besonders günstige Alterungsergebnisse wurden mit Ölen erhalten, bei denen die Inhibitoren vor der Synthese den olefinischen Benzinen zugesetzt worden waren.

8.) Katalytische Spaltung (Dipl.-Ing. Stuhlpfarrer).

Im Laboratorium wurden im wesentlichen Vergleichsversuche zwischen Gramasil allein und Gramasil mit Dorylphosphat und Kobalt durchgeführt und dabei auch weitgehend

die Betriebsbedingung der Großanlage nachgeahmt. Weiterhin wurden verschiedene Benzinfractionen geprüft und ferner für eine Patentanmeldung Vorführungsversuche durchgeführt.

A handwritten signature in black ink, appearing to be 'Herrn', written in a cursive style.