

24. Juli 1940.

005269

Herren Professor Martin
Dr. Hagemann:

Sekretariat Hg.	
Eingang:	26.7.40
Lfd. Nr.:	647
Beantw.:	

Betrifft: Tätigkeitsbericht des Hauptlaboratoriums
Monat Juni 1940.

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

Der Reaktor wurde in einer Schichthöhe von 2,10 m mit frischem Kontakt gefüllt. Bei einer Mitteltemperatur von 470° wurden 40 Vol.-% Toluol erzielt. Bei vollständiger Aufarbeitung ergaben sich folgende Werte:

$C_1 - C_4$	8,5 Gew.-%
Berlin <90° siedend	4 "
Kohlenstoff i. Kontakt	4,8 "
H ₂	6,1 "
Toluol	76,6 "

d.h., über 83 % der theoretisch möglichen Toluolansbeute. Infolge der geringen Kohlenstoffbildung waren für die Temperaturbeherrschung 15 Minuten Luftblasung mit 60 cm Geschwindigkeit ausreichend. Für die Reduktion wurden 10 Min. Wasserstoffbehandlung bei 20 cm Strömungsgeschwindigkeit gebraucht. Die Füllhöhe von 2 m ist für Toluol ohne weiteres anwendbar. Die Verwendung von bei der Aromatisierung erzeugtem Wasserstoff nach Trocknung mit Glykol für die Reduktion ergab gleiche Aktivität wie die Verwendung von Stickstoff-Wasserstoff-Gemisch aus der Syntheseleitung. Die Glykoltrocknung bewährte sich einwandfrei. Bei der 90 - 200°-Fraktion wurden mit 87 - 88 Gew.-% Ausbeute 46 - 48 Vol.-% Aromaten bei 5 % Crackgas und ca. 3,5 Gew.-% Kohlenstoff, beides gerechnet auf den Einsatz, bei einmaligen Durchgang erzielt. Infolge der gegenüber der Toluolherstellung etwas erhöhten Kohlenstoffabscheidung wurde eine etwas längere Luftregenerierzeit benötigt, so daß für die Aromatisierung dieser Fraktion wahrscheinlich die Wasserstoffseite für die

Temperaturkorrektur mit herangezogen werden muß, d.h., daß man mit großen Mengen Wasserstoff reduzieren wird. Sehr interessante Beobachtungen deuten darauf hin, daß bei Überschreitung einer bestimmten Grenzttemperatur das Sioromal für Kohlenstoffabscheidung aktiv wird. Der sich dann abscheidende Kohlenstoff verbrennt auf dem Sioromal und führt zu starken Temperaturerhöhungen. Gleiche Beobachtungen konnten im Laboratorium gemacht werden. Auf Grund dieser Erfahrung ist der Einbau einer luftgekühlten Kontaktauflagerung in Angriff genommen.

2.) Laboratoriumsversuche. (Dr. Rottig).

Es konnte einwandfrei festgestellt werden, daß die Fällung des Aluminiums auch aus Natriumaluminatlösung erfolgen kann. Bei richtiger Konzentration, Fällungstemperatur und Auswaschung erhält man dann aus Kaliumaluminatlösungen gefällten Kontakten vollkommen gleichwertige Kontakte. Die H_2 -Reduktionsversuche konnten abgeschlossen werden mit dem Resultat, daß das Produkt bei etwa 150 liegen muß. Es wurde gezeigt, daß Aluminiumhydroxyde mit zu niedrigem Schüttgewicht (etwa 22 - 30 g) pro 100 cm^3 zwar hoch aktive, aber empfindliche Kontakte liefern, die nach Stillständen, Überhitzungen usw. große Aktivitätsverluste zeigen, so daß sie für die Praxis ausscheiden.

Sulfonierung von Olefinen.

Die Herstellung von seifenartigen Produkten durch Addition von H_2SO_4 kann als abgeschlossen gelten. Bisher wurden untersucht die C_{14} - C_{16} Fraktion des Crackbensins. Die Ausbeuten betragen zuletzt bis 95 % und schwanken je nach der Versuchsführung von 82 - 95 %. Wichtig ist das Einhalten bestimmter Reaktionstemperaturen, das Mischen der H_2SO_4 mit dem Rücklaufprodukt vor dem Zugeben des Crackbensins, da sonst in allen Fällen ein Durchschlagen der Reaktionstemperatur eintritt, ferner das baldige Neutralisieren der Sulfonsäuren, da diese bei langem Stehen durch die überschüssige freie Schwefelsäure anscheinend hydrolysiert werden. Jedenfalls ist bei längerem Stehen die Ausbeute an Seifen (unter sonst völlig gleichen Bedingungen)

erheblich geringer als nach sofortigem Neutralisieren. .
Untersucht werden zur Zeit noch die C₁₇- und die C₁₃-
Fraktion des Crackbenzins.

3.) Katalytische Spaltung (Dipl.-Ing. Stuhlfarrer).

Der Bau der halbtechnischen Anlage schreitet weiter gut fort. Es ist damit zu rechnen, daß Ende Juli mit einigen Teilen, Destillationen, Polymerisationen usw. angefahren werden kann. Die Fertigstellung der Gesamtanlage dürfte etwa am 15. - 20. August zu erwarten sein.

Bei Magnesiumoxyd-Zugaben zu synthetischen Aluminiumsilikat-Kontakten wurde bei kleinen Mengen, 2 - 3 %, Zugabe eine Erhöhung der Olefine im Gas deutlich erkennbar. Bei höheren Zugaben, 15 - 20 %, wird die Spaltung in Richtung der thermischen Spaltung verschoben, d.h., das Gas verarmt an Iso-Verbindungen und es treten O₂-Kohlenwasserstoffe auf. Eine Eisenzugabe zeigt bei Aufspritzen der Eisensalzlösung und Calzinieren auf dem Kontakt praktisch keine Änderung gegenüber eisenfreien Kontakten. Bei Mitfällen dagegen wird die Umwandlung und die C-Bildung gesteigert, die Gasolefine gehen stark zurück; es treten allerdings hohe Werte an iso-C₄ auf. Von Benzmann besogene Kontakterde aus dem Sudetengau ergab Resultate, die in etwas mit den an Granusil erhaltenen übereinstimmen. Ein Zinkoxydsatz zu Aluminiumsilikat-Kontakten steigert die Olefinausbeute im Gas. Es wurde auch über synthetischen Kontakten keine wesentliche Veränderung der Reaktion bei Rückführung des unumgesetzten festgestellt außer einem geringen Rückgang der Aufspaltung. Sehr leicht aufspaltbar sind C₃-Poly-Benzine, die bei der Aufspaltung ca. 70 % Gas liefern. Die Gase sind reich an iso-Verbindungen, so daß in einer Aufspaltung von C₃-Poly-Produkten eine Möglichkeit zur Herstellung von Poly-Benzinen aus Propylen gegeben erscheint.

005272

4.) Polymerisationsversuche - Vergleichsversuche (Dipl.-Ing.)

Die neuerstellten Polymerisationsöfen, in ^{Spiske} denen die Vergleichsversuche des Ruhrchemie-Ipatieff-Kontaktes gefahren werden, haben im Laufe dieses Monats bei 90 - 95 %iger Polymerisation eine Reaktionszeit von rund 800 Stunden erreicht. Die Kontakte werden mit der 2 mal so grossen Belastung gefahren, die von U.O.P. vorgeschrieben werden. Weiterhin wurden eine Reihe von verschiedenen Poly-Benzinen C₃, C₄, C₅, iso-C₄ usf. hergestellt, um vergleichende Überlaufversuche machen zu können.

5.) Alkoholbildung unter Verwendung von Zinkoxyd-Kontakten

(Dr. Schrieber)

Die Versuche wurden mit Äthylen als Olefin fortgesetzt. Hier ergab sich wie im vorigen Monatsbericht für Propylen geschildert nebeneinander verlaufend Polymerisation und Methanolbildung.

6.) Ölsynthese (Dipl.-Ing. Claß.)

Die kontinuierliche Synthese wurde weiter verfolgt. Man kann sagen, dass im allgemeinen die Öle dünner werden, als bei der chargenweise durchgeführten Synthese. Es wurden Versuche mit verschiedener Durchsatz-Geschwindigkeit und verschiedenen Aluminium-Chlorid-Zugaben gemacht, die aber noch kein restlos klares Bild ergeben. Synthese wurde sowohl in einem Gefäss wie in drei hintereinander geschalteten Gefässen durchgeführt. Weitere Versuche zur kontinuierlichen Synthese sind im Gange.

Eine Reihe Bleicherden, die von Bensheim übersandt wurden, sind geprüft worden. Bericht darüber liegt vor. Die Bleicherden sind schlechter als Ténsi