

Streng vertraulich.

21. Juni 1940

005273

Herrn Professor Martin
Dr. Hagemann ✓

| | |
|-----------------|---------|
| Sekretariat Hg. | |
| Eingang: | 26.6.40 |
| Lfd. Nr.: | 582 |
| Beantw.: | Fr. K. |

Betrifft: Tätigkeitsbericht des Hauptlaboratoriums.
Monat Mai 1940.

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

Nach Fertigstellung des Einbaues des neuen Reaktors von 1 m Durchmesser und 2 m Höhe wurde zur ersten Füllung der alte Kontakt mit dem alten Steinmaterial verwendet. Infolge der beim vorherigen Ein- und Ausbau aufgetretenen Staubbildung reichte die Kontaktmenge nur noch für eine Füllung von 0,9 m Höhe. Über die Hälfte des neuen Reaktors war also leer. Dies mag der Grund für die bei den folgenden Versuchen festgestellte erhöhte Crackgasmenge sein. Außerdem dürfte sich dadurch die während der ersten Versuchstage auftretende starke Rußbildung erklären lassen.

Die Aktivität des Kontaktes, der im alten Reaktor vor dem Ausbau noch 35 - 40 Vol.-% Toluol gegeben hatte, war aus bisher ungeklärten Gründen gefallen. Das Flüssigprodukt enthielt jetzt nur noch 25 - 30 Vol.-% Toluol.

Es konnte festgestellt werden, daß praktisch kein Unterschied zwischen den Versuchen besteht, bei denen mit trockenem H_2N_2 aus der Leitung und mit H_2N_2 im Kreislauf bei Glycoltrocknung gefahren wurde. Die Trocknung des Wasserstoffs mit Glycol und die Regenerierung des feuchten Glycols durch Vakuumverdampfung des Wassers verlief zufriedenstellend. Das mit Wasserdampf bei Raumtemperatur gesättigte Gas hatte nach Verlassen der Glycolanlage noch ca. 0,1 g Wasser/m³.

Bei der Überprüfung der Dichtigkeit des H_2 -Gebläses wurde die interessante Beobachtung gemacht, daß der O_2 -gehalt des H_2N_2 schon in der ankommenden Druckleitung etwa 0,03 % beträgt und nach Gasometer und Gebläse nur auf 0,04 % steigt.

- 2 -

Ein O_2 -Gehalt von 0,03 % bzw. 0,04 % im Wasserstoff ergibt aber bei der Aufheizung einen Wasserdampfgehalt von $0,5 \text{ g/m}^3$ bzw. $0,65 \text{ g/m}^3$. Bei den früheren Versuchen mit H_2N_2 aus der Leitung war also auch kein vollständig trockenes Gas verwendet worden. Offenbar scheint auch die Erhöhung des Wasserdampfgehaltes von ca. $0,5 \text{ g/m}^3$ auf ca. 1 g/m^3 keinen nachteiligen Einfluß zu haben.

Der Zustand des Reaktors nach dem jetzt erfolgten Ausbau ist zufriedenstellend. Es werden Versuche mit neuem Kontakt bei 2 m Füllhöhe angefahren.

2.) Prüfung und Herstellung des Aromatisierungskontaktes (Inbetrieb)

Versuche zur Erhaltung der Spitzenaktivität durch Anfahren bei tiefen Temperaturen zeigten, daß eine Verlängerung der anfänglichen Spitzenaktivität auf diesem Wege nicht möglich ist. Nach der gleichen Stundenzahl war auch die Aktivität dieselbe, einerlei, ob bei hohen oder tiefen Temperaturen angefahren worden war. Ferner wurde geprüft, bei welchen Temperaturen unter Verwendung normaler guter Kontakte die Aromatisierung von Heptan-Heptengemisch einsetzt. Bei 360° und 20 % Kontaktbelastung beträgt der Aromatengehalt ca. 5 %, eine gerade noch feststellbare Aromatisierung dürfte demnach bei ca. $345 - 350^\circ$ liegen. Die H_2 -Blasversuche konnten noch nicht abgeschlossen werden, da ein restlos klares Bild bisher nicht zu gewinnen war. Weitere Versuche sind im Gange.

Die im vorigen Monatsbericht berichteten systematischen Fällungsversuche wurden abgeschlossen. Z.Zt. sind eine Reihe unter verschiedenen streng eingehaltenen Bedingungen gefällte Aluminiumhydroxyde in solchen Mengen fertiggestellt, daß Kontakte aus ihnen hergestellt werden können. Die ersten Prüfungen ergaben interessante Beobachtungen hinsichtlich Abhängigkeit der Dauerstandfestigkeit der Kontakte von den Fällungsbedingungen des Aluminiumhydroxyde, die für die Großanlage von Bedeutung werden können. Ferner wird versucht, die Kohlensäure bei der Fällung durch andere Säuren zu ersetzen. Bei der Fällung mit Schwefelsäure wurden Aluminiumhydroxyde erzielt, die sich recht günstig verhalten.

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

Die katalytische Spaltanlage wurde von Herrn Spiake nach Ausscheiden von Herrn Dr. Zilly übernommen. Eine Reihe von Ursachen, die die früheren Versuchsreihen unsicher gemacht hatten, wurde beseitigt. Die neu gefahrenen Versuche mit Dieselöl von 200 - 320° ergaben ein vollkommen normales Bild. Die für das Russenprojekt genannten Zahlen konnten durchweg erreicht werden. Der Bau der halotechnischen Anlage schreitet gut fort. Es sind praktisch sämtliche Apparaturen wie Poly-Türme, Stabilisatoren, Destillationsblasen, Pumpen, angeliefert. Die Montage ist im Gange, sie wird ca. 2 Monate in Anspruch nehmen.

Poly-Bensin.

Zwei neue Poly-Öfen mit druckgesteuerter Temperaturregulierung sind zwecks Vergleich der Haltbarkeit Ipatieff-Kontakt : Ruhrchemie-Kontakt angefahren worden. Zzt. laufen die Öfen ca. 400 - 450 Stunden ohne Störung. Ferner sind genügende Mengen C₃, C₄ und aus der katalytischen Spaltung stammendes C₅-Polymerisat hergestellt worden, um damit die motorischen Prüfungen zu beginnen. Bei diesen erwies sich bisher das C₅-Polymerisat als das beste Material.

Spaltversuche von Heptan.

Da für die G.I.F.-Anlage jede Unterlage bei den Lieferfirmen Otto, Still usw. fehlt, über die Aufspaltung des Heptans bei Aufheizung von ca. 500°, wurde eine Reihe von Spaltversuchen durchgeführt, in denen bei verschiedenen Aufenthaltsdauern in Abhängigkeit vom Rohrmaterial und von der Temperatur der Einfluß auf die Aufspaltung der einzelnen Komponenten festgestellt werden soll.

4.) Alkoholsynthese unter Verwendung von Zinkoxyd-Kontakten

(Dr. Schrieber)
Mit Kontakten aus 6 Zinkoxyd, 1 Chromoxyd wurden bei 320° und 300 atü 52 % Alkohol bei einmaligem Durchgang durch den Kontakt erreicht. Die Kontakte müssen also als durchaus aktiv angesehen werden. Beim Durchleiten von 30%igen

Propylen unter 250 atü bei 340° zeigte sich eine etwa 30%ige Polymerisation des eingeleiteten Propylens. Beim Einleiten einer Mischung von Kohlenoxyd und Wasserstoff mit Propylen, wobei der Propylengehalt des Gesamtgases ca. 14 % betrug, wurden bei 320 atü und 380° eine Mischung von Polymerbenzin und Alkohol erhalten, wobei der Alkohol aber praktisch reiner Methylalkohol war. Es laufen hier also Methanolbildung und Polymerisation parallel. Mit anderen Kontakten gelang es zwar, die Mitpolymerisation des Propylens zu vermeiden nicht aber, das Propylen mit dem Kohlenoxyd in Reaktion zu bringen.

5.) Ölsynthese (Dipl.-Ing. Clar).

Im Auftrage des R.L.M. wurde die Frage der Herstellung eines Spindelöles mit einem Stockpunkt von -65° untersucht. Die Herstellung gelang aus Crackbenzin, die durch exaktes Schneiden bis 180° völlig paraffinfrei gemacht worden waren, und zwar konnte ein 1,7er Öl mit einer Ausbeute von 3 - 6 % ein 2,5 ^{mit einer solchen} Öl von 3 - 8 % erhaltenshalten werden. Eine wesentliche Verringerung der Gesamtviskosität konnte, wie schon früher berichtet, erzielt werden, indem das frische Crackbenzin zuerst auf hoher Temperatur auf Kontaktöl zur Einwirkung gebracht wird, dem erst im weiteren Verlauf der Synthese Aluminiumchlorid ungefügt wird.

Es wurde festgestellt, daß unbehandelte und auch nachbehandelte Öle, die mit Phanthiasin versetzt waren, beim Lagern im Glas nach einigen Monaten dicke galertartige Abscheidung geben; beim Lagern in Kanistern konnten diese Abscheidungen nicht beobachtet werden. Die Abscheidungen können zur Auflösung gebracht werden durch wenige Tropfen höhere Alkohole wie C₁₃. Öle, in denen das Phanthiasin, wie schon früher berichtet, durch Nachbehandlung erzeugt wird, zeigen keine derartigen Abscheidungen.

Die Herstellung von Flugöl mit einer Polhöhe von 1,6 durch Verwendung von Crackbenzin aus Kaltpressöl, das zwischen 72 und 283° ^{ständig} siedet, gelang vollends. Wir erhielten aus dem undestillierten Benzin eine Polhöhe von 1,6, der Fraktion über 70° eine Polhöhe von 1,38, der Fraktion über

100° eine Polhöhe von 1,58 und der Fraktion über 150° eine Polhöhe von 1,52. Normales Crackbensin enthält die für die Polhöhe wertvollsten Fraktionen in geringer Menge, so daß es für die Herstellung hochwertiger Öle unbrauchbar ist. Das Flugöl mit der Polhöhe 1,6 zeigte nach Versetzen mit Inhibitor ein ausgezeichnetes Alterungsverhalten. Auch die ^{bisherige} motorische Bewährung ~~war bisher sehr gut~~ auf dem RB-Prüfstand von Dr. Schaub war bisher sehr gut.