

22. April 1940.

005282

Herrn Professor Martin
Dr. Hagemann

Sekretariat Hg.	
Eingang:	24. 4. 40
Lfd. Nr.:	380
Beantw.:	

**Betrifft: Tätigkeitsbericht des Hauptlaboratoriums.
Monat März 1940.**

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

Die im vorigen Monatsbericht ausgesprochene Erwartung, daß die dort geschilderte Schädigung der Kontakte der LT-Anlage nur auf einen Wassereinfluß zurückzuführen sei, wurde voll bestätigt. Mit trockenem Wasserstoff gelang es, Aromatisierungskontakte zu bekommen, die in ihrer bilanzmäßigen und analysenmäßigen Auswertung vollkommen den bekannten Laborresultaten entsprechen. Ausgedehnte weitere Laborversuche zeigten, daß eine Trocknung auf 0° nicht ausreichend ist. Zwecks Durchführung der Versuche in der LT-Anlage erwies sich die Aufstellung einer größeren Trocknungseinrichtung als notwendig, die s.Zt. noch im Bau ist. Die vorgenannten Versuche sind noch mit Synthesegas als Reduktionsmittel durchgeführt worden.

Die vorliegenden Ergebnisse der LT-Anlage konnten so weit ausgewertet werden, daß dem F.B. am 1.4. ein verfahrensmäßig abgeschlossenes Bild übermittelt werden konnte. Lediglich die schwachmässigen Ofenabmessungen sollen noch durch einige Untersuchungen in der LT-Anlage mit einem neuen Ofen geklärt werden.

Kontaktherstellung für Aromatisierung (Dr. Petri, Dr. Rottig)

1.) Ein reiner Chromoxyd-Zersetzungskontakt, der also aluminiumoxydfrei ist und aus patentrechtlichen Gründen u.U. von Bedeutung sein könnte, hat bei einem Dauerversuch in den ersten 400 Reaktionsstunden einen Abfall der Aktivität gezeigt, der aber nicht größer ist als

bei Aluminiumoxyd-Chromoxyd-Kontakten. In den folgenden 400 Std. ist die Aktivität völlig konstant geblieben.

- 2.) Neuere Versuche zeigen, daß es möglich ist, die bisher für die Auflösung des Aluminiums verwendete Kalilauge durch Natrdaalauge zu ersetzen. Aus Lieferungs- und preislichen Gründen wäre ein solcher Ersatz von erheblicher Bedeutung. Weitere Arbeiten wurden über die Fragen der Regenerierungsmöglichkeiten des Kontaktes ausgeführt.

Immer wesentlicher erweisen sich die ^{Leitfähigkeit} Fällungsbedingungen des Aluminiumoxyde für die Eigenschaften des hergestellten Kontaktes. Sie werden daher ⁱⁿ einer eingehenden Reihe untersucht.

Für die LF-Anlage wurden größere Mengen Kontakt hergestellt. Für die Kontaktherstellung ist ein 40 l Knetwerk, das aus Eisen konstruiert war, in ein V_2A -Knetwerk durch Einbau eines V_2A -Troges und Überscheiden der Wellen umgebaut worden. Es hat sich sehr gut bewährt.

2.) Katalytische Spaltung (Dr. Sully, Dipl.-Ing. Stahlyfarrer).

In der halbtechnischen Anlage wurden einige Vereinfachungen vorgenommen, die es gestatten, die Anlage mit einem Mann pro Schicht zu betreiben und trotzdem alle Produkte anarbeiten zu können. Im wesentlichen konnten die schon im vorigen Monatsbericht angegebenen Resultate bestätigt werden. Gleichfalls wurde eine vereinfachte Analysemmethode entwickelt, die die zeitraubende Auswertung der katalytischen Spaltversuche mit kleinstmöglichem Arbeitsaufwand gestattet. Im Recycle wurden bei ca. 40 % Umsatz bei einfachem Durchgang, d.h. 2^{1/2}fachen Recycle folgende Resultate erhalten:

Benzin über Pentan siedend	17,6	
C_{12} -Fraktion	25,3	***
C_{11} - " "	27,8	***
C_{10} - " "	18,7	***
C_9 - " "	2,0	***
C_8 - " "	0,6	***
CH_4	0,3	***
H_2	7,3	***
O_2		

Die C-Abspaltung ist also praktisch genau so hoch wie beim Solvol-Verfahren. Sie reicht gerade aus, um die Spaltwärme zu decken. Die Resultate beziehen sich auf die Spaltung von Dieselöl zwischen 200 bis 340° siedend. Die nötigen Mengen Produkt für die Spaltversuche mit anderen Nagenprodukten wurden bereits bestellt, und zwar im ganzen in ca. 1000 l C₄-Fraktionen unterteilt. Hinsichtlich der Kontaktentwicklung wurde festgestellt, daß der Ersatz des Aluminiums durch Magnesium zu einer Umkehr des Verhältnisses Benzin : Gas führt, und daß das Gas besonders olefinreich wird. Die Qualitäten der entstehenden Benzine sind noch nicht bekannt. Eine Nachprüfung einer Patentanmeldung der Chemical Conversion Co. ergab interessante Resultate hinsichtlich Wirkung der Verunreinigungen wie Eisen usw. im Spaltkontakt. Durch Nachspalten von stark olefinischem Crackbenzin wurden die von Egloff (Übersetzung vom 26.2.1940) gemachten Angaben im wesentlichen bestätigt.

3.) Polymerisation (Dipl.-Ing. Spiske).

Im Rahmen des mit Herrn Dr. Hagemann und Herrn Dr. Schaub festgelegten Untersuchungsprogramms über Fliegerbenzinherstellung wurden sowohl aus Primärgasolen als auch aus C₃-, C₄-, C₅-Olefinen der katalytischen Spaltung bisher im ganzen 30 l C₄-Polymerisat, 14 l C₃-Polymerisat und 12 l C₅-Polymerisat bis 165° destilliert und hydriert fertiggestellt.

4.) Isomerisierung (Dipl.-Ing. Spiske).

Eng geschnittene Fraktionen des Dabbe-Spaltbensins wurden parallel mit Gramsil und Borylphosphat nachbehandelt und in unhydriertem und hydriertem Zustande jeweilig mit und ohne Bleisatz auf Octanzahlen untersucht. Bei mit Borylphosphat nachbehandelten hydrierten Benzinen würde sich nach Zugabe von Blei eine Motorectanzahl von 84 ergeben, die wesentlich höher liegt als die mit Gramsil erreichbare. Im olefinischen Zustande sind die Unterschiede, wie zu erwarten, nicht sehr groß. Mit Borylphosphat

tritt eine weitgehende Isomerisierung ein, die bei Granusilbehandlung nur in schwachem Maße zu der Olefinverschiebung hinzutritt. Der Borylphosphat-Kontakt ist durch Anflösen in Wasser, Abfiltrieren und Wiedereindampfen sehr leicht regenerierbar. Ebenso haben sich Möglichkeiten der Zwischenregenerierung durch Behandlung mit gasförmigen Kohlenwasserstoffen ergeben.

5.) Gastrocknung (Dipl.-Ing. Spiske).

Die für die LZ-Anlage notwendig. Gastrocknung soll g.F. durch Glycolbehandlung durchgeführt werden. Die bisherigen Versuche ergeben, daß die es bei Glycolbehandlung möglich ist, 0,03 bis 0,04 g Wasser in Gasen zu erhalten. Das übergehende Glycol kann durch Aktivkohle aufgenommen werden. Der Abtrieb der Aktivkohle wurde näher untersucht. Es gelingt sowohl mit Stickstoff als auch mit Wasser und mit Wasserdampf ein praktisch vollständiger Abtrieb, falls die Temperaturen bei etwa 200° liegen. Weiterhin wurden Wasserdampf- und Glycoldampfdrucke in Abhängigkeit von der Temperatur gemessen.

6.) Olefinsulfurierung (Dr. Rottig).

Im Anschluß an frühere Arbeiten wurde die Sulfurierung von höheren Olefinen mit Schwefelsäure und die Abtrennung der entstehenden Ester näher studiert. Die Arbeiten sind noch nicht restlos abgeschlossen. Man scheint aber mit befriedigendem Erfolg zu brauchbaren Resultaten zu kommen.

7.) Alkoholherstellung (Dr. Schrieber).

Durch Methanolersatzversuche wurden weiterhin Aufklärung über die Aktivität von Methanolkontakten erhalten. Die ersten in der Hochdruckapparatur durchgeführten Versuche zeigten bis zu 40 % Methanolausbeute bei einfachem Durchgang. Weiterhin wurde die Zersetzung höherer Alkohole in der Richtung der Kohlenoxydsplaltung studiert. Anscheinend gelingt es nicht, die Alkohole in Kohlenoxyd-Wasserstoff und Olefine zu zerlegen, sondern sie zerfallen in Kohlenoxyd und gesättigte Kohlenwasserstoffe.

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

Aus über 100° siedendem Crackbensin gelingt es, durch Behandlung mit Kontaktöl 5 Std. lang bei 100° und Zugabe von Aluminiumchlorid erst nach dieser Behandlung zu verhältnismäßig sehr dünnen Ölen (5°B) zu kommen. Durch Zusatz von Inhibitoren wie β-Naphthylamin, β-Thionaphthol gelingt es, Crackbensine für die Ölsynthese lagerfest zu machen. Während nicht inhibitierte Bensine stark reagierte Ausbeuten geben, halten sich die Ausbeuten bei Inhibierung und die hergestellten Öle sind in 140° Sauerstofftest stabil.

Bei der Alterung 6 Std. 160° ordnen sich die Inhibitoren wie folgt:

1,8 Naphthylendiamin	+ V ₅₀ = 7 %	Vt = 1,1	H ₂ O = 0,15
Phenanthiazin	6 %	2,8	0,6
β-Thionaphthol	10 %	4,7	2,4
Anthrachinonylhydrosulfid	12 %	7,1	2,2
Nitros β-Naphthol	62 %	28,8	7,2
Di-äthylthioharnstoff	70 %	23,6	5,5
1,2 Naphthylendiamin	81 %	38,0	7,7

Es scheint auch zu gelingen, durch Vorbehandlung der Bensine mit Inhibitoren (s.oben) stabile Öle zu erreichen. Es wurden vorbereitende Arbeiten für die Herstellung von hochwertigen Flugölen durchgeführt.