

24. Februar 1940.

Streng vertraulich.

Herrn Prof. Martin  
Herrn Dr. Hagemann

Sekretariat Hg.	
Eingang:	26.2.1940
Lfd. Nr.:	198
Beantw.:	✓

**Bezug:** Tätigkeitsbericht des Hauptlaboratoriums  
Monat Januar 1940.

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

Die erste Reaktorfüllung wurde ausgebaut, die Kontaktauflage verändert. Der Ofen lief danach wieder normal bis auf eine etwas überhöhte Crackgasbildung, die durch die infolge des Einbaues des älteren Kontaktes erforderliche höhere Reaktionstemperatur erklärt werden kann.

Es wurden weiter mehrere 100 l Reintoluol hergestellt. Dabei zeigte sich eine wenig angenehme Emulgierung bei der Nachwaschung des mit Schwefelsäure behandelten Toluols. Die Daten des gewonnenen Reintoluol entsprachen den theoretischen Daten. Merkwürdigerweise liegen aber diese theoretischen Daten über den von Benzolverband vorgeschriebenen Toluoldichten.

Arbeiten für Lf-Anlage (Spiske).

Es wurden 200 kg Aluminiumoxyd zu Aromatisierungskontakt verarbeitet. Ferner wurde eine große Reihe von Kontaktprüfungen zwecks Festlegung der geeignetsten Steinkontaktmischungen durchgeführt. Bei hochaktiven Kontakten gab kein Steinmaterial eine Verbesserung. Schamotte  $Al_2O_3$  und Sillimanit ergab keinen Abfall der Aromatisierung, während die anderen Steinarten einen schädlichen Einfluß zeigten. Es wurde versucht, falsch gefälltes Aluminiumhydroxyd durch Nachwaschung und Kochung zu aktivieren. Dies gelang aber nur in sehr mäßigem Umfange. Aluminiumhydroxyd mit Leitungswasser ausgewaschen ergab praktisch

dieselbe Aktivität wie bei Waschung mit destilliertem Wasser. Andere Kontaktprüfungen sind noch nicht ganz abgeschlossen.

2.) Isomerisierung (Spiske).

Einzelfractionen des Spaltbensins der Dubbs-Anlage wurden vergleichsweise mit Granusil und Boryllphosphat behandelt und dann hydriert und nicht hydriert, mit Blei und ohne Blei auf Klopfwertsteigerung untersucht. Die Versuche sind noch nicht abgeschlossen.

3.) Katalytische Spaltung. (Zilly).

Die in der halbtechnischen Anlage für katalytische Spaltung anfallenden Spaltprodukte wurden für die Herstellung von weiteren 25 l Fliegerbensin zur Erprobung bei der DVL verarbeitet. Dem Gemisch wurden 20 % Aromaten zugesetzt. Die Resultate bei der DVL waren sehr befriedigend. Es wurden weiterhin eine Reihe von Kontakten geprüft und die halbtechnische Apparatur mit 5 l Kontakt-raum praktisch fertiggestellt. Weiterhin wurden auf Grund der interessanten Ergebnisse der Fliegerbensinherstellung konstruktive Arbeiten zwecks Errichtung einer Anlage mit ca. 60 - 70 l Gesamteinsatz pro Stunde für die katalytische Spaltung aufgenommen, die unter Benützung der konstruktiv ähnlich durchgebildeten LT-Anlage errichtet werden soll. In der bisher beschriebenen halbtechnischen Anlage wurden Resultate erhalten, die im wesentlichen mit den im Laboratorium erhaltenen Resultaten gut übereinstimmen, sie weisen lediglich ständig einviel zu hohem Kohlenstoffverlust (14 %) auf. Da nach den Erfahrungen bei der Aromatisierung dieser Kohlenstoffverlust wahrscheinlich in der Innenausmauerung stattfindet, wurde nunmehr ein neuer Ofen ohne Innenausmauerung in Betrieb genommen.

4.) Schmieröl (Clar).

Die im vorigen Bericht erwähnten Phenthiasinöle wurden weiter geprüft. Bei einem Zusatz von 0,3 % Phenthiasin zu einem nachbehandelten 5° Destillat wurden bei sechsständiger Alterung bei 160°, also bei außerordentlich scharfen Alterungsbedingungen, folgende Werte beobachtet:

Viskositätszunahme	0 %
Neutralisationszahl	0,15
Verseifungszahl	2,2
Zunahme der Dielektrizitätskonstante	0,04
H <sub>2</sub> O-Bildung	0,3 ccm

Dies ist der beste <sup>beizugs</sup> erhaltene Alterungswert.

Der Inhibitor wirkt auch auf unbehandeltes Öl günstig ein. Es ist nicht nötig, wie im vorigen Monatsbericht beschrieben, das Phenthiasin im Öl zu erzeugen, sondern man erhält die gleiche Wirksamkeit mit Zugabe von Phenthiasin. Es wurde eine Reihe von Flugölen hergestellt, und zwar soll eine 9er Gruppe untersucht werden; und zwar ein nicht nachbehandeltes und schwach nachbehandeltes und stark nachbehandeltes Öl mit in jedem Falle ohne Inhibitor mit <sup>1</sup>Thionaphthol und <sup>2</sup>mit Phenthiasin als Inhibitor.

5.) Äthylenoxydation (Schrieber).

Die auf einem Öl-Rohr aufgetragenen Silberkontakte wurden durch Zugabe von Aluminiumoxyd soweit aktiviert, daß bei 160° bereits eine Reaktion ausgelöst wird, bei der aber 50 - 80 % zu CO<sub>2</sub> oxydiert wurden. Durch Alkali konnte eine Bremswirkung ausgeübt werden. Es wurden bei 40 % Gesamtumsatz 20 % des Äthylens zu Äthylenoxyd und die restlichen 20 % zu Kohlensäure oxydiert, so daß bei Rückgabe des Äthylens mit einer Gesamtäthylenausbeute von 50 % gerechnet werden könnte.

6.) Dehydrierung (Schrieber).

Bei den Dehydrierungsversuchen erwies sich ein verhältnismäßig feinkörniger Karborund als sehr gut geeigneter Mischungsstoff, zum Kontakt. Nach den bisher vorliegenden Untersuchungen ergab er höhere Dehydrierung. Die Kohlenstoffbildung war, bezogen auf die gebildeten Olefine, die gleiche wie bei anderen Zuschmatalien.

7.) Flüssigphasenversuche.

Die Versuche zur Umsetzung von Kohlenoxyd - Wasserstoff in der Flüssigphase wurden weitergeführt. Durch Arbeiten in 3 Stufen gelang es, ohne jede Methanbildung bis zu 80 % Umsatz, d.h., 166 g Produkte einschließlich Gasol zu gelangen, wobei in der 1. Stufe mit der höchsten Temperatur und in den beiden nächsten Stufen mit etwas tieferen Temperaturen gearbeitet wird. Es zeigt sich, daß die nachgeschalteten Stufen infolge der Kontraktion eine erhöhte Aufenthaltsdauer für das Gas haben, die sich zur Konvertierung des Gases zu Kohlensäure auswirkt. Eine Herabsetzung der Temperaturen dieser Stufen wirkt daher günstig. Man kann so die Kohlensäurebildung vollkommen vermeiden. Die Zusammensetzung der Produkte war etwa 5 % Gabel, 20 % Benzin bis 100°, weitere 20 % bis 200°, 26 % bis 320°, 19 % bis 460° und 5 % über 460°. Die Produkte in den einzelnen Stufen sind von dieser Zusammensetzung insofern etwas verschieden, als nach den bisher vorliegenden Resultaten in der 1. und 2. Stufe ein etwas geringerer Gatsch-Anteil enthalten ist. Die vorliegenden Resultate beziehen sich auf 10 Atm. Druck. Bei 5 atm. Druck geht, entsprechend der Erhöhung der Strömungsgeschwindigkeit, die Ausbeute etwas zurück. Die Methanbildung beträgt infolge der guten Wärmeabfuhr in der Flüssigkeit selbst bei 80 % Verflüssigungsgrad noch 0 %. Ein noch wesentlich höherer Verflüssigungsgrad ist sehr leicht zu erreichen durch Einfügung noch weiterer Stufen. Der Umsatz beträgt in der 1. Stufe etwa 40 %, in der 2. Stufe ca. 25 %, in der

3. Stufe etwa 15 %, immer bezogen auf das <sup>anfänglich</sup> eingesetzte Idealgas und unter Steigerung der Temperatur in den einzelnen Stufen. Arbeitet man ohne diesen Temperaturabfall, so erhält man in der 1. Stufe etwa 30 %, in der 2. Stufe etwa 25 % und in der 3. Stufe ca. 20 %, i.g. also 75 % Umsatz, wobei allerdings eine gewisse Kohlensäurebildung auftritt. Rechnerisch würde sich nach 4 Stufen 90 % und nach 5 Stufen 96 % Umsatz ergeben. Diese Versuche sollen dazu dienen, eine gewisse Vorbereitung für die von der Bamag beabsichtigten Versuche in der Kolonne zu sein.

*Baum*