

26. Januar 1940.

Geheim vertraulich.

Herrn Prof. Martin
Herrn Dr. Hagemann ✓

Sekretariat Hg.	
Eingang:	31.1.1940
Lfd. Nr.:	97
Beantw.:	<i>[Signature]</i>

Betrifft: Tätigkeitsbericht des Hauptlaboratoriums
Monat Dezember 1939.

1.) Aromatisierung (Kolling).

Zu Beginn des Monats Dezember wurde mit der Inbetriebnahme der LF-Anlage begonnen. Die Destillationsseite bereitete keine größeren Schwierigkeiten, es gelang, ein C₇-freies Kopfprodukt und ein C₇ mit einem C₈-gehalt von 0,5 % herzustellen. Das Bodenprodukt war bisher noch nicht ganz C₇-frei, doch dürfte bei etwas erhöhter Abnahme von C₇ als Seitenfraktion diese Schwierigkeit ohne weiteres behoben sein.

Die eigentliche Aromatisierungsapparatur wurde zunächst ohne Katalysator gefahren. In den Weihnachtstagen wurden dann die ersten eigentlichen Reaktionen durchgeführt. Die Umsetzung war zunächst sehr schlecht. Erst nach 2 Tagen hatte sich der Kontakt soweit geformt, daß genügende Aromatisierung eintrat. Schwierigkeiten bereitete das Durchgehen der Temperaturen, die in der Mitte der Kontaktschicht, besonders im unteren Teil, gemessen wurden. Wie vermutet, lag dies an zu geringer Beaufschlagung der mittleren Teile des Kontaktes. Der Katalysator war nämlich auf einer Siebplatte gelagert, die in der Mitte auf dem unteren Deckeleinsatz auflag, der nur einige seitliche Bohrungen besaß. Durch nachträgliches Einbohren von ca. 30 5 mm-Löchern in die Mitte dieses Deckeleinsatzes konnte tatsächlich für ca. 1 Woche ein normales Arbeiten der Reaktionskammer ermöglicht werden. Die in dieser Zeit erhaltenen Ausbeuten entsprechen bis auf eine etwas größere Bildung an C₅- und C₆-Kohlenwasserstoffen den Laboratoriumsergebnissen. Nach etwa 1 Woche setzten dann in steigendem Maße die alten

Schwierigkeiten wieder ein. Offenbar haben sich die neuen Löcher versetzt.

Der Kontakt gibt die gewünschte Umsetzung erst bei 10 - 20° höheren Temperaturen als üblich. Wie Laborversuche zeigten, ist dies jedoch eine verschlechternde Wirkung des als Brockenmaterial benutzten Sillimanitrohrbruches.

Das aromatisierte Produkt wurde in der Blasendestillation in seine Bestandteile getrennt. Das Roholuol wurde mit Schwefelsäure raffiniert und muß noch von den Harzbestandteilen durch Destillation befreit werden. Das in kleiner Menge im Laboratorium bereits daraus hergestellte Reintoluol entspricht den gestellten Anforderungen.

Ferner wurde für die Aromatisierung von den Herren Stahlpfarrer und Spiake Al_2O_3 bzw. aus Al_2O_3 und Chromnitrat der Aromatisierungskontakt hergestellt. Über die Herstellung dieses Kontaktes sind besondere Berichte in Vorbereitung.

Für die Aufklärung des bestgeeigneten Aluminiumoxyds für den Aromatisierungskontakt wurden eine Reihe von Arbeiten durchgeführt.

2.) Katalytische Spaltung (Zilly).

Aus den bei der katalytischen Spaltung, halbtechnische Anlage, anfallenden C_3 -, C_4 - und C_5 -Kohlenwasserstoffen sowie aus dem Spaltbensin bis 140° siedend wurden durch Polymerisation und nachfolgender Hydrierung zwecks Erprobung auf Brauchbarkeit im Flugzeugmotor 25 l eines Bensins mit folgenden Zahlen erhalten: $d_{20} = 0,702$ OZ + 0,9 ccn Klei = 93,3, Reiddruck 0,4, Jodzahl 1,6, Siedesonde 165°.

3.) Schmieröl (Olar).

Die Versuche über extreme Bleichung und Zusatz des aus der Bleicherde gewonnenen Benzolextraktes zum Öl wurden abgeschlossen. Der zusammenfassende Bericht ist in Arbeit. Es ergibt sich aus diesen Versuchen die Wahrscheinlichkeit, daß aus der Bleicherde Schwefel in die Öle gelangt und stabilisierend wirkt. Die Versuche mit Inhibitoren ergaben, daß

durch Erhitzen eines Öles mit Diphenylamin und Schwefel unter Zugabe von Aluminiumchlorid 3 Std. bei 170° und nachträglich kurzzeitiges Erhitzen auf 250° Öle erhalten werden, die bei 160° sowohl nach Neutralisationszahlen als auch nach Viskositätszunahme praktisch keine Alterung mehr erkennen lassen, also als ganz hervorragend gut zu bezeichnen sind, da sie auch keinerlei Kupfertesten aufweisen. Es wurde festgestellt, daß die am 17. September auf dem Dach des Laboratoriums eingelagerten Mischungen aus unbehandelten Ruhrbenzin-Ölen mit den Heereswaffenamt-Ölen sowohl im Glas als auch Kanister vollkommen sauerstoffstabil bleiben.

4.) Destillationskolonne.

Für die betriebliche Untersuchung des bei der Feindestillation für die LT-Anlage anfallenden Heptans wurde eine neue Destillationskolonne entwickelt, die bei ca. 60 ccm Destillat pro Stunde ein Toluol-Heptan-Gemisch so sauber schneidet, daß nur etwa 2 % Toluol im übergelassenen Heptan sich befinden, ein Resultat, das sonst nur mit der 60 Bruun-Büden-Kolonne erreicht wird. Es wurde ein Verfahren zur Bestimmung von kleinsten Mengen Oktan im Heptan entwickelt, das vielleicht grundsätzliche Bedeutung hat und auf Diskussionen im Rahmen des Laboratoriums sowie besonders auf einen Vorschlag von Herrn Dr. Hagemann zurückgeht. Das Verfahren gestattet, noch 0,1 % Oktan im Heptan mit Sicherheit festzustellen.

5.) Dehydrierung (Dr. Schrieber).

Für die Dehydrierung werden bekanntlich die gleichen Kontakte bei 600° verwendet, die für die Aromatisierung bei 480 - 500° laufen. Bei der Dehydrierung ist nun interessant, daß nach 520 Reaktionsstunden die Kontaktaktivität etwa auf 60 % der Anfangsaktivität gesunken ist. Kombiniert man diese Beobachtung mit den Beobachtungen über den Abfall bei 500°, so kann man sich für die Aromatisierungskontakte Lebensdauern von ca. 15 000 Std. ausrechnen. Die günstigsten Belastungen des Kontaktes sind bei 580° ca. 40 l Butan pro 300ccm

Kontaktraum = ca. 90 ccm Kontakt, bei 590° ca. 60 l und bei 600° ca. 70 l. Mit fallender Kontaktaktivität fällt die erreichbare Menge Äthylen ab, da Nebenreaktionen sich infolge Anstieg der notwendigen Umsetstemperaturen mehr in den Vordergrund schieben, und zwar kann man im Anfang mit ca. 90 % Äthylen aus eingesetztem Butan rechnen, während man bei erlahmenden Kontakten mit ca. 75 % zu rechnen hat.

6.) Äthylenoxydationen. (Dr. Schrieber).

Bei der Äthylenoxydation, die neben den ²⁴Hydrierungsversuchen betrieben wurde, konnten bis zu 24 % Äthylenoxyd, gerechnet auf Einsatz Äthylen, im einmaligen Durchgang erreicht werden, allerdings unter gleicher ^{Wirkung} Bildung von ca. 50 % Kohlensäure, während nur 8 % des Äthylen unverändert blieben. Die Reaktionen sind sehr labil und verlaufen nur in kaltwarmen Röhren, in denen der Kontakt auf ca. 400° gehalten wird, während dem Kontakt einer ^{an dieser Stelle} Kühlfläche ^{gegenübersteht}, die ca. 200° Temperatur aufweist. Andere Versuche haben bei 11 % Umsetzung 22 % Kohlensäure und 55 % unverändertes Äthylen gegeben. Bei wieder anderen Versuchen gelang es, bis auf 13,8 % Äthylenoxyd, 8,5 % Kohlensäure und 71 % unverändertes Äthylen zu erhalten. Rechnet man diese Versuche auf vollständigen Umsatz aus, so ergeben sich bei Rückführung des Äthylens Ausbeuten von über 50 % Äthylenoxyd. Es ist allerdings dabei zu sagen, daß eine wirkliche Reproduzierbarkeit der Versuche noch nicht erreicht wurde.

