

den 10. August 1939.

005317

Abt.HL - Tr/Rtz.

Streng vertraulich!

Herrn Professor Martin,  
Dr. Hagemann.

Sekretariat Hg.
Eingang: 10.8.1939
Lfd. Nr.: 2297
Beantw.: C.

Betr.: Tätigkeitsbericht des Hauptlaboratoriums  
Monat Juli 1939.

1) Schmieröl (Clar)

Es wurden einige weitere Hydrierversuche durchgeführt. Bisher konnte aber eine befriedigende Hydrierung unseres Öles noch nicht erreicht werden. Die besten Resultate ergaben Nickel-Mangan-Aluminium-Kontakt, der bei 100 Atm die Jodsahl auf 23° erniedrigte. Eine neue Apparatur mit Wasserstoffumlauf ist in Bau. Der bisherige Sauerstofftest im Dewargefäß gibt bei der Alterung gleichzeitig eine Temperaturerhöhung, die den weiteren Verlauf der Alterung beeinflusst. Um die Alterung näher zu studieren, wurden Alterungsversuche bei konstanten Temperaturen durchgeführt. Die Konstanthaltung der Temperatur geschah vorläufig noch durch Anwendung eines temperaturkonstanten Bades. Es soll aber zukünftig so gearbeitet werden, dass von einem Kontaktthermometer gesteuert durch eine Kühlschlange Pressluft durch das Alterungssystem geblasen wird, und die Menge der Pressluft gemessen wird. Hierdurch ist es möglich, gleichzeitig die entwickelten Wärmemengen pro Zeiteinheit zu messen. Die Änderung des Öles selber soll nur durch die Messung der Änderung der Dielektrizitätskonstanten erfolgen. Vorversuche ergeben ein günstiges Bild dieser Messmethodik.

Die normal nachbehandelten Öle von der Viscosität 18 scheinen für Flugmotore brauchbar zu sein, soweit bisher Motorversuche von Herrn Schaub vorliegen. Es sind Versuche im Gange, durch Verwendung bestimmter Benzinfractionen Flugöle von einer Polhöhe von ca. 1.5 herzustellen und zwar sollen

1) diese Öle durch Verwendung der hoch siedenden Crackbenzinfractionen erzeugt werden und

2) dadurch, dass aus dem Crackbenzin bestimmte Fraktionen, die schlechte Polhöhen geben, durch Destillation ausgeschieden werden.

Es sind Versuche aufgenommen worden, um die in unseren Ölen enthaltenen Harzbestandteile näher zu untersuchen. Die Harzbestandteile werden durch Absorption in Bleicherde und Extraktion dieser Bleicherde mit Benzol-Alkohol gewonnen. Anscheinend gehen bei der Absorption starke Veränderungen der Extraktion vor sich. Diese schon früher durchgeführten Versuche wurden neuerlich wieder aufgenommen auf Grund einer Mitteilung von Herrn Dr. Rolfe vom BV.

## 2) Aromatisierung. (Kolling, Rottig)

Die beiden Dauerversuche laufen nunmehr 1600 bzw. 1400 Reaktionsstunden ohne jeden Abfall der Kontaktaktivität.

Mischungen von Aromatisierungskontakt mit etwas gleichkörnigem gebranntem Sillimanit ergeben diese beachtliche Tatsache, dass trotz eines Mischungsverhältnisses von 40 Kontakt zu 60 Sillimanitbrocken die Beaufschlagung pro Ofenraum bei gleicher Aromatisierungsausbeute gleichgehalten werden konnte d.h. die Kontaktbeaufschlagung war bei diesem Versuch  $2\frac{1}{2}$  mal so gross wie normal. In der halbtechnischen Anlage wurden Versuche zur Klärung der endgültigen Ofenkonstruktion durchgeführt. Für die Kontaktlagerung wurde ein aus ca. 100 mit einem keramischem Material verkitteten Rohren bestehender Block verwendet. Diese Anordnung bewährte sich nicht. Es war ausserordentlich schwierig, eine gleiche Beaufschlagung aller Rohre zu erzielen. Das gelang erst durch Einbau von Düsen in jedem einzelnen Rohr und sorgfältigste Messung des Widerstandes der einzelnen Rohre, die bei normaler Füllung sehr schwankend war. Trotz gleicher Gasbeaufschlagung arbeitete der Block durchaus unbefriedigend. Es zeigte sich, dass die Düsen auf die Dauer nicht sauber genug gehalten werden können. Auch war es bei der Anwendung der Düsen nicht möglich, den Block, wie es für die Grossanlage vorgesehen war, von oben und unten mit verschieden temperierter Luft zu blasen, sodass die Temperaturverteilung im Ofen ungenügend war. Es wurden in der Zwischenzeit Lochsteine hergestellt, die in Abständen von je 15 cm Zwischenaugleicheräume besitzen. Es zeigte sich, dass hier sehr leicht eine gleichmässige Beaufschlagung des Kontaktes zu erzielen war. Die Versuche mit dieser neuen Anordnung laufen zur Zeit. Für die LT-Anlage wurden fast alle konstruktiven Einzelheiten durchgearbeitet. Besonders wurde das Schaltsystem sorgfältig besprochen. Auch sämtliche Öfen, Wärmetauscher etc. sind rechnerisch und konstruktiv festgelegt worden. Der Bau des Versuchsaufbaus ist begonnen, die Fundamente sind prak-

tisch fertiggestellt. Soweit der Lieferungsplan bis jetzt zu übersehen ist, dürfte der Anfahrtermin vom 1.12.1939 mit Sicherheit aufrecht erhalten werden können.

3) Katalytische Spaltung. (Ledineg, Stuhlpfarrer, Petri, Dahm, Kolling, Traumm).

Sämtliche Versuche der katalytischen Spaltung litten bisher daran, dass die notwendige analytische Feinerfassung der Spaltprodukte noch nicht befriedigend möglich war, da die BV-Kolonnen nicht genügend exakt arbeiten. Es wurde daher eine neue, sehr befriedigend arbeitende Kolonne konstruiert. Die Spiralfüllung der Kolonne ist nach den neuesten in USA erhaltenen Angaben durchgeführt worden. Die Konstruktion des Vakuummantels wurde teils nach USA-Angaben, teils nach eigenen Angaben durchgeführt. Die Beheizung des Siedegefäßes ist von uns besonders entwickelt worden. Ebenso wurde eine automatische sehr exakt arbeitende Steuerung des Kondensators neu ausgebildet. Die bisher vorliegenden Resultate der Kolonne sind außerordentlich befriedigend, sodass nunmehr das erforderliche Hilfsmittel für die exakte Erfassung der erhaltenen Spaltprodukte vorhanden ist. Es werden zur Zeit mit 2 verschiedenen Spaltkatalysatoren Temperaturreihen durchgeführt, um eine systematische Klärung des Einflusses der Temperatur zu gewinnen. Dabei scheint sich eindeutig zu ergeben, dass ohne Verschiebung des Benzin-Gas-Verhältnisses die höhere Temperatur sich nach der Richtung der Darstellung von Ungesättigten auswirkt. Der von Dr. Dahm entwickelte Beryllphosphatkontakt scheint soweit bisher zu übersehen schon bei verhältnismäßig niedrigen Temperaturen hohe Ungesättigtgehalte zu ergeben und infolge des Arbeitens bei niedrigen Temperaturen die Erzeugung von  $C_4$  in grösseren Ausbeuten möglich zu machen. Der Einfluss von Wasserdampf wird ebenfalls studiert. Neben diesen systematischen Versuchen laufen andere Versuche, die auf die Herstellung neuer Kontakte abzielen.

4) Polymerisation, Isomerisation (Spiska, Dahm).

Da die Frage der Kontaktherstellung bei der ROH akut geworden ist, werden z.Zt. Vergleichsversuche mit ROH-Kontakt und mit Original-UOP-Kontakt durchgeführt. Es wurde festgestellt, dass die UOP-Kontakte entgegen den Angaben der UOP

005320

magnesiumfrei hergestellt sind und lediglich Kiesel- und Phosphorsäure enthalten, wobei die Phosphorsäure grösstenteils als meta-Phosphorsäure vorliegt.

Es wurden im Verfolg der Arbeiten von Dr. Dahm versucht,  $C_4$ -Fraktionen über Beryllphosphat zu polymerisieren. Im Gegensatz zu den Beobachtungen von Dr. Dahm konnte keine Oktanzahlerhöhung festgestellt werden. Der Beryllphosphatkontakt ist für die Polymerisation sowohl in der flüssigen Phase wie in der Dampfphase wenig aktiv. S.Zt. wird  $C_4$ -Fraktion bei normalem Druck und  $300^\circ$  über Beryllphosphat isomerisiert. Es bilden sich 30 - 40 % iso-Butylen. Die Polymerisation des vorisomerisierten iso-Butylens soll dann in einer zweiten Stufe durchgeführt werden. Über dem Beryllphosphatkontakt wurde auch Kondensatbenzin bis  $70^\circ$  siedend polymerisiert. Auch hier konnte keine besondere Oktanzahlsteigerung beobachtet werden.

#### 5) Äthylenherstellung aus $160-220^\circ$ - Fraktion (Speitmann).

Die bisherigen Versuche waren bei 100 mm Vakuum durchgeführt worden. Um einen ungefähren Überblick zu bekommen, welches Vakuum für die halbertechnische Anlage notwendig war, wurde mit steigenden Drucken bis 400 mm gearbeitet. Dabei konnte festgestellt werden, dass bis ca. 300 mm praktisch die gleiche Benzinausbeute sowie die gleiche Ausbeute an  $C_3$ - und  $C_4$ -Kohlenwasserstoffen zu erhalten sind. Einennstarken Einfluss auf die Qualität der Produkte scheint die Verweilzeit zu haben. Während bei 4 Sekunden Verweilzeit das spez.Gewicht der Benzine <sup>bei</sup> auf 0.8 - 0.85 liegt, geht bei 2 Sekunden Verweilzeit das spez.Gewicht auf etwa 0.75 zurück. Bei 4 Sekunden Verweilzeit werden ca. 25 %  $C_3$ - und  $C_4$ -Ungesättigte erzeugt, bei 2 Sekunden Verweilzeit über 30 %.

#### 6) Äthylenoxydation. (Schieber)

Die bisherigen Versuche ergeben erst sehr geringe Ausbeuten (Spuren) von Äthylenoxyd.

7) Flüssigphasensynthese. (Dahn)

Es wurden Dauerversuche mit laufender täglicher Auswechslung von 10 % des Kontaktes gegen Frischkontakt durchgeführt. Bei durchschnittlich 50 % Umsetzung wurde über 10 Tage überhaupt keine nachweisbare Menge Methan gebildet. Die Umsetzungstemperatur betrug  $210^{\circ}$ , der Druck 70 Atm. Die anfallenden Produkte setzen sich zusammen aus ca. 1 % Gasol, 30 % Benzin, etwas weniger als 20 % Dieselöl und etwas mehr als 50 % Paraffin. Die ganze Apparatur hat eine zu schlechte Gasverteilung. Die neue Apparatur mit dem neuen AEG-Gasverteiler ist praktisch fertig und kann in den nächsten Tagen angefahren werden. Wir haben in diese Apparatur ein Filter eingebaut, durch das ohne Abziehen des Kontaktes das Niveau im Umsetzungsfäß konstant gehalten werden kann. Der vermehrte Paraffinanfall und verminderte Methananfall, der oben beschrieben wurde, wird im wesentlichen eine Folge der Flüssigphase sein. Es ist aber auch möglich, dass die verhältnismäßige häufige Auswechslung des Kontaktes diese Veränderung bedingt. Wir sind bisher zu der schnellen Auswechslung gezwungen, da die Aktivität sonst so schnell abfällt, dass eine 50 %ige Umsetzung nicht aufrecht erhalten werden kann.

