

den 11. August 1938.

035391

Streng Vertraulich!

Herrn Professor Martin
" Dr. Hagemann.

Betr.: Tätigkeitsbericht des Hauptlaboratoriums
Juli 1938.

1) Halbtechnische Versuche zur Schmierölherstellung.
(Gottschall)

Ausser einigen Nachbehandlungsversuchen, die aber noch keine klaren Resultate ergaben, wurden lediglich Spezialöle für Versand (Textilwerke, Kabelisolieröle, Dieselöle, Zeissöle etc.) aus alten Vorräten hergestellt.

2) Laborversuche zur Schmierölherstellung. (Clar)

Die Schwefelung der Öle zur Verhinderung der Oxydierbarkeit ergaben weiterhin gute Resultate. Bei Verwendung von Hexametylentetramin als Beschleuniger erwies sich eine vorherige Granusilbehandlung als notwendig, da man sonst in den Ölen aktiven Schwefel zurückbehält. Durch Verwendung von Acetaldehydammoniak und Phenylguanidin zur Beschleunigung ist die vorherige Granusilbehandlung anscheinend nicht unbedingt notwendig. Der feste Einbau des Schwefels erfordert bei 140° ca. 6 - 8 Stunden. Eine nachträgliche Destillation im Vakuum mit Wasserdampf ist wesentlich, um Kupfer-unaktive Produkte zu erhalten. Die als Vorbehandlung für die Hexametylentetraminbeschleunigung notwendige Granusilbehandlung kann bei 180° durchgeführt werden, wobei mehrfach gebrauchtes Granusil in Anwendung kommen kann. Die Verluste betragen bei dieser Behandlungsweise nur noch ca. 3 - 5 %. Die Verseifungszahlen mit Granusil vorbehandelter und sodann mit Acetaldehydammoniak inaktivierter Öle liegen nach der Destillation praktisch bei Null. Die Sauerstoffteste ergaben in 180 Minuten einen Anstieg von ca. 10°. Dringend erforderlich ist die Prüfung der Öle im Motor. Sollte diese günstig verlaufen, so dürfte in

Durchschrift

dem eben gekennzeichneten Verfahren eine ohne wesentliche technische Umbauten und praktisch ohne Ölverlust durchzuführende wertvolle Behandlungsweise gefunden sein. Sowohl die Granusil wie die Aluminiumchlorid behandelten Öle haben bei Lagerungsversuchen ein Nachlassen der Oxydationsbeständigkeit gezeigt, die geschwefelten Öle haben sich bisher bei der Lagerung unverändert gehalten. Während nach der Sauerstoffbehandlung bei einer konstanten Temperatur von 140° die unbehandelten Öle nach 3 Stunden eine Verseifungszahl von 19.5 aufwiesen, liegen die geschwefelten Öle unter den gleichen Bedingungen bei 0.4 - 1.

3) Acetylenanlage. (Kolling)

Der Ofen war im ganzen Monat ohne die geringste Störung und ohne Änderungen in der CH_4 -Umsetzung in Betrieb. Die Waschanlage wurde zuerst in ihren Einzelteilen und in der letzten Woche des Monats in ihrer Gesamtheit mit vollem Erfolge gefahren. Die Anbringung von Kondenstöpfen zwecks Einregulierung des Wasserstandes in den Türmen erwies sich als sehr zweckmässig. Die Diacetylenauswaschung in Turm 1 war 100 %ig, der Acetylenabtrieb in Turm 2 über dem Vorwaschwasser war ebenfalls praktisch 100 %ig, wobei wie gerechnet 80 % des Diacetylen im Wasser zurückblieben. Die Acetylenauswaschung in Turm 3 war mit 120 % der theoretischen Wassermenge 98.5 %ig trotz der verhältnismässig geringen Washhöhe von nur 7 m. Die zusätzliche Durchgasung zwecks Erhalt eines über 99 %igen Reinacetylen im Vorentspannungsturm 4 ergab wie berechnet mit 15 - 20 % Acetylenrücklauf die gewünschte Reinheit. Der Acetylenabtrieb in Turm 5 ergab gleichfalls die früher erhaltenen Werte. Eine exakte Acetylenbilanz konnte noch nicht aufgestellt werden, da die Vakuumpumpe zur Acetylenontgasung nicht einwandfrei arbeitete. Anfang August wurde die Anlage stillgesetzt, die genannte Vakuumpumpe wird überholt. Ausserdem wird der Kopf des Acetylenofens durch Einbau einer Isolierschicht aus hochfeuerfestem Material Isoliermaterial und Einbau von drei Brennern umgebaut. Wir hoffen dadurch eine wesentliche Heizgasersparnis zu erzielen. Gleichzeitig soll der Versuch der Klärung der Frage dienen, ob das Isoliermaterial gegen den dauernden Wechsel von Vakuum- und Atmosphärendruck beständig ist.

dig ist. Ferner erhoffen wir nach Rücksprache mit der Bama
auf Eingang des grossen Umsteuerventiles, das als Absperr-
ventil in der Rauchgasleitung auf seine Brauchbarkeit ge-
prüft werden soll.

4) Aromatisierung. (Kolling, Rottig)

Die im vorigen Monatsbericht geschilderten Magnesi-
um-Chrom-Kontakte wurden weiter entwickelt. Durch mehrfache
Tränkung im Vakuum gelang es, bis zu 50 % Cr_2O_3 auf dem Mag-
nesit unterzubringen. Diese Kontakte erwiesen sich als aus-
serordentlich günstig. Sie gaben ohne wesentliche Spaltung
sowohl für Olefine wie für Paraffine 50 - 90 % Aromaten-
ausbeute bei einmaligem Durchgang. Ihre Haltbarkeit scheint
ausgezeichnet zu sein. Sie sind bereits 3 - 4 Wochen ohne je-
jegliche Ermüdung in Betrieb gewesen. Es gelingt mit diesen
Kontakten, AK-Benzinfraktion und Crackbenzinfraktion ebenso
gut wie reine Olefine und Paraffine umzusetzen. Sowohl die
Hexan- wie die Heptan-, Oktan- und Nonanfraktion werden
mit fast gleich gutem Erfolge aromatisiert. Das Verfahren
scheint jetzt soweit entwickelt zu sein, dass eine halbttech-
nische Anlage gebaut werden könnte.

5) Paraffin-crackung. (Gottschall)

Bei der Crackung von Paraffin auf Dieselöl wurden
neben 7 - 10 % Gas und 20 - 25 % Benzin ca. 65 % Dieselöl
erhalten. Die etwas zu hohen Benzinausbeuten liegen wohl
wesentlich daran, dass die Kolonne noch nicht sauber
schneidet und so einen Teil des Dieselöles im Recycle lässt
Die Anlage litt noch unter technischen Schwierigkeiten, da
die Crackpumpe ungenügend geheizt war und infolgedessen
nicht einwandfrei arbeitete. Eine gewisse Schwierigkeit be-
steht in der Entfernung der sich bei der Crackung bildenden
Asphaltstoffe, die wegen der hohen Siedelage des Paraffins
und wegen der Flüssigphasen-crackung durch Destillation
nicht abgetrennt werden können. Da aber die Asphaltanteile
nur sehr gering sind, dürfte es durch eine kontinuierliche
Bleicherdebehandlung gelingen, den Crackstock sauber zu
halten.

6) Drucksynthese. (Dahm)

Kontakte verschiedenen Auswaschungsgrades ergaben, dass der Reduktionswert bei der geringsten Auswaschungsstufe am geringsten höchsten war. Ein teilweiser Ersatz des Thoriums durch Uran bzw. Silberoxyd verstärkt anscheinend die Aktivität. Bei den Silberkontakten liegen die Reduktionswerte ausserordentlich hoch. Es scheint, als ob ein Gehalt an Alkali die Reduzierbarkeit der Kontakte stark beeinflusst. Die Kontakte befinden sich z. Zt. noch in Prüfung. Die Öfen mit ringförmigem Querschnitt (innere und äussere Kühlung) werden in ihrer Wirksamkeit mit den Öfen mit kreisförmigem Querschnitt verglichen. Die Verluste liegen bei allen Versuchen unter 1 %, die Ausbeuten liegen normal. Für die Herstellung wesentlicher Mengen Paraffin dürfte eine Steigerung der Aktivität der Kontakte zwecks Erzielung einer Umsetzung bei niedrigen Temperaturen bei gleicher Raumzeitausbeute ausschlaggebend sein, während für das Arbeiten auf Benzine wahrscheinlich der umgekehrte Weg richtig sein wird.

7) Öluntersuchung. (Rottig)

Es wurde eine Methode zur Bestimmung der Hydroxyzahl entwickelt. Die Anwesenheit alkoholischer Gruppen in sehr kleinen Mengen konnte nachgewiesen werden. Ebenso scheinen konjugierte Doppelbindungen sich in den Ölen zu befinden.

8) Alkoholherstellung. (Spiske, Schmitz)

Die Absorption wurde mit mehrfach regenerierter Schwefelsäure durchgeführt, die Säure erwies sich als durchaus brauchbar. Die technischen Fragen der Säureregenerierung sind in der Zwischenzeit mit Lurgi, Bamag und Kühnel, Kopp & Kausch dahin geklärt worden, dass ein Vorverdampfung bis ca. 63 % in verbleiten (Kupfer-haltiges Edelblei) Vogel-Busch-Verdampfern unter Vakuum vorgenommen wird und anschliessend eine Eindampfung in einer Ferrosilizium-apparatur oder in Perlitguss auf 75 % erfolgt. Bei der Verseifung in einem verbleitem und ausgemauertem 200 Liter -
Durchschnitt

Gefäss traten durch Olefinabspaltung Schwierigkeiten auf. Die im vorigen Monatsbericht erwähnte Beseitigung der Schwierigkeit durch Einbau einer Bleischlange erwies sich als experimenteller Irrtum. Es konnte durch Laborversuche nachgewiesen werden, dass die verwendeten Materialien Blei, Steine etc. an der Olefinabspaltung nicht schuld sind. Da im Labor in wesentlich dünnerer Schicht ca. 10 cm, im Betrieb ca. 1 m ausgekocht wird, blieb die Vermutung, dass durch diese hohen Schichten ein Wärmestauen und damit eine Überhitzung eintrat. Ein mit niedriger Schicht durchgeführter Versuch im grossen Ergab auch tatsächlich eine wesentlich geringere Ölabspaltung. Nach Vorschlag von Dr. Grimme, Rheinpreussen wurden ferner Verseifungen unter Zusatz von Benzol durchgeführt aus der Überlegung heraus, den niedrigen Siedepunkt des acetropen Gemisches auszunutzen. Tatsächlich hatte auch dieser Versuch den gewünschten Erfolg der Beseitigung der Olefinabspaltung. Bei Rheinpreussen werden z. Zt. weitere Verseifungsversuche durchgeführt und eine kontinuierliche Verseifungsanlage ausprobiert.

9) Isomerisation.

Über die bisher erschienen Arbeiten über Isomerisation wurde von Herrn Dr. Stuhlpfarrer eine Zusammenstellung gemacht. Der Versuch (Spiske), n-Heptan über Ipatieff-Kontakten bei 100 Atm und 250° zu isomerisieren, ergab vorläufig keinen Effekt.

10) Dehydrirung von Propan. (Speitmann)

Eine Reihe von Kontakten wurde weiterhin ausprobiert, jedoch ergaben sich gegenüber den im vorigen Monatsbericht gemeldeten Resultaten keine Fortschritte.

