

den 19. Mai 1938.

395408

Streng vertraulich !

Herrn Prof. Martin,
" Dr. Hagemann.

Betr.: Tätigkeitsbericht des Hauptlaboratoriums,
April 1938.

1.) Halbtechnische Versuche zur Schmierölherstellung (Gottschall)

Die Nachbehandlung der Öle mit Tonsil und Schwefelsäure bei 50° war ohne Erfolg. Ein mit wenig Aluminiumchlorid und Kontaktöl nachbehandeltes Öl, das an sich noch eine schlechte Oxydationsbeständigkeit aufwies, wurde allerdings durch anschließende Schwefelsäurebehandlung verbessert bis auf eine Haltbarkeit von 1 Std. nach dem neuen Temperaturanstiegetest.

Die Nachbehandlung mit Granusil wurde zuerst bei Temperaturen von 200°, nach Umbau eines Bleichkessels auch bei Temperaturen von über 200° durchgeführt. Das bei 200° mit 10% Granusil 10 Stunden lang behandelte Öl ergab eine Beständigkeit von 1 Std. bei Verlusten von ca. 8 - 10%, die etwa aber zur Hälfte aus leichten Ölen bestanden.

Bei Temperaturen von 220° wurden bessere Beständigkeiten erreicht.

Aus TVP-Benzin mit 60% Olefinen wurde mit einer Ausbeute von 47% ein Öl erhalten mit einer Polhöhe von 2,1. Das TVP-Benzin ist nach diesen Resultaten zumindest zum Anfahren der Grossanlage brauchbar. Das vorhandene Krackbenzin wurde in 3 Fraktionen von - 75°, von 75° bis 160° und von 160° bis 235° fraktioniert.

2.) Laborversuche zur Schmierölherstellung (Clar).

Aus reinem 1-Hepten, das innerhalb von 0,3° siedet, wurde bei Zugabe von 5% Aluminiumchlorid mit 68,5% Ausbeute ein Öl mit einer Polhöhe von 1,6 erhalten, eine Polhöhe, die deutlich zeigt, dass die sonst aus niedrig siedenden Fraktionen bekannten verhältnismässig schlechten Polhöhen lediglich auf Isomerie-Erscheinungen zurückzuführen sind.

Ein von Dr. K.O. Müller verlangtes Stössdämpferöl mit einer Viskosität 6 und einer Polhöhe 1,6, das übrigens auch von Dipl.

Ing. Mücklich in ähnlicher Qualität als Flugöl gefordert wird, kann durch Polymerisation der zwischen 160 und 240° siedenden Krackanteile in Ausbeuten von 40 bis 45% bei Zugabe von ca. 1,5% Aluminiumchlorid erhalten werden. Arbeiten mit einer Mischung von Aluminiumchlorid und Kontaktöl durchgeführt, ergeben praktisch die gleichen Resultate.

Durch Herausnahme eines Vorpolymerisates (Patentrechtlich der I.G. geschützt) konnten aus dem Gesamtbensin Öle mit einer Polhöhe von 1,6 erhalten werden. Interessant ist es, dass die von dem Vorpolymerisat befreiten Benzine mit Aluminiumchlorid heftiger reagieren. Diese Tatsache hängt fraglos nicht mit der höheren Reaktionsfähigkeit der Olefine ^{zurückbleibenden} zusammen, sondern damit, dass nach der Entfernung des Vorpolymerisats ein viel höher aktiver Polymerisationskontakt entsteht. Versuche zur Gewinnung eines höchst viskosen Öles (bright stock) ergaben die Möglichkeit mit ca. 4% Aluminiumchlorid ohne Kontaktölsugabe bei 15° mit 65% Ausbeute ein Öl von 38 - 43°E zu erhalten. Über den Einfluss der Zugabe von Vorpolymerisat und Aufteilung der Krackbenzine in Siedestreifen ist berichtet worden.

Nachbehandlung von Ölen.

Autoöle konnten mit 2 bis 3% Aluminiumchlorid bei 180 bis 200° mit Ausbeuten von ca. 70% thermisch und oxydationsmässig stabilisiert werden. Bei schweren Ölen kann die Oxydationsbeständigkeit leichter heraufgesetzt werden, sodass die Temperaturanstiegskurven im Sauerstofftest wie Erdölkurven ausfallen. Mischungen von Aluminiumchlorid und Aluminiumbromid, Aluminiumchlorid und Aluminiummetall, Aluminiumchlorid und Phosphorsäuren, Salzsäure und Wismutchlorid, ferner Tonsil und Schwefelsäure bei Temperaturen bis zu 60° geben keine die Oxydationsbeständigkeit verbessernden Effekte. Als neue aussichtsreichen Behandlungsmethoden wurde die Behandlung mit Gramasil bei 180°, hauptsächlich aber bei 230°, gefunden. Es wurde ein neuer Sauerstofftest entwickelt, der in der Messung des Temperaturanstieges eines in einer Thermosflasche befindlichen Ölprobe beim Durchleiten von Sauerstoff besteht. In dieser Apparatur wurden Shell, Valvoline und Gargoyle und eine sehr grosse Anzahl unserer Öle untersucht. Die Zugabe von Kupferchlorür und Ölsäure verschlechtert die Oxydationsbeständigkeit stark. Heber dieser Alterungsmethode wurde noch eine grosse Anzahl Alterungsversuche unter verschiedensten Bedingungen nach dem Indiana-Test gemacht, nämlich mit dem Ziel, im Anschluss an die BV-Antoversuche

die Alterungsmethoden so zu einhen, dass sie, ohne das Öl zu überbeanspruchen, doch ein klares Bild vom motorischen Verhalten ergeben.

3.) Drucksyntheseveruche (Dahm)

Es gelang, die Verluste in der Apparatur unter 1% des Durchsatzes zu senken. Bei Verwendung von Kohlensäurefreiem Synthesegas wurde an normalen Fischer-Kontakt Kohlensäure gebildet. Diese neue Bildung konnte bei Anwesenheit von Kohlensäure, wie sie im ungewaschenen Synthesegas vorliegt, praktisch ganz vermieden werden. Methanzugabe hatte hinsichtlich der Unterdrückung der Neubildung von Methan nicht den geringsten Erfolg, im Gegenteil scheint die Kohlensäurebildung begünstigt zu werden und der Anfall an Paraffinen sank von 50 auf ca. 20%. Diese Versuche werden wiederholt. Beim Anfahren von aktivkohlehaltigen Kontakten erwies es sich bei normalem Druck als notwendig, bei ausserordentlich niedrigen Temperaturen, nämlich etwa bei 40 - 50° anzufahren und langsam die Temperaturen zu steigern. Wurde bei 100° angefahren, so sprang der Kontakt mit Methanbildung an. Die vom Aktivkohle-Kontakt anfallenden Produkte waren spezifisch schwerer als Produkte vom normalen Kontakt. In der Drucksynthese bewährten sich aber die Kontakte vorläufig nicht.

4.) Aromatisierung (Kolling).

Der bisher günstigste Bimsstein-Chromoxydzeresetzungs-kontakt hat folgende günstigste Fahrweise

1 Std.	Reaktion
1 "	Regenerierung: 5 Min. N ₂
	35 " Luft
	5 " N ₂
	15 " H ₂ .

Nach dieser Vorschrift gefahren konnten bei über 200 Reaktionsstunden Ermüdungserscheinungen nicht festgestellt werden. Aus Reinheptan fiel ein nahezu ^{reines} Produkt an, das bei nahezu 30' Aufenthaltszeit ca. 40% (Vol%) Toluol enthielt. Oktan aus AK-Benzin ging bei diesen Kontakten wesentlich schlechter, es enthielt nach der Reaktion nur 20% Aromaten. Auch das Verhältnis Aromaten : Gas + Verluste blieb bei den Oktanversuchen schlechter, nämlich bei ca. 70 : 30 %. Der Durchschnitt bei den

005411

Oktanversuchen ist eine flüssige Ausbeute von 92 Gew.% bei einem Aromatengehalt von 15 - 20 Vol% und einer Oktanzahlsteigerung von 20 - 30 Einheiten.

Mit AK-Kontakten konnten hydrierte und unhydrierte Oktane und Nonane ausgezeichnet aromatisiert werden. Jedoch ist die Kontakthaltbarkeit sehr unbefriedigend. Das ~~maximale~~ Verhältnis Aromaten : Gas + Verlusten liegt bei AK-Kontakten bei 75 : 25. Mit einem aus Chromoxyd-Kieselgur-Fällungskontakt, dem kleine Mengen Aktivkohle beigemischt waren, konnten in der ersten Stufe aus Heptan 100% Toluol erreicht werden, jedoch ist auch bei diesem Kontakt der Aktivitätsabfall zu schnell. Es laufen zur Zeit Regenerierungsversuche für AK-Kontakte, die eine gewisse Aussicht auf Erfolg zu haben scheinen.

5.) Kontaktherstellung (Rottig)

Die Kontakte, sowohl für Aromatisierung wie für Fischer-Versuche, werden von Dr. Rottig hergestellt. Dr. R. ist ferner mit der Vorbereitung einer Reihe von systematischen Öluntersuchungsverfahren beschäftigt, die darauf ausgehen

- a) die Ringzahl der Öle zu erkennen und
- b) den Einfluss des Sauerstoffgehaltes der Öle auf die Oxydationsbeständigkeit klarzustellen.

6.) Polymerisation. (Polym-Benzin aus Gasoline)

Es wurde festgestellt, dass die Polymerisation dann besonders günstig verläuft, wenn die Drücke so hoch sind, dass das anwesende Propylen und Butylen im wesentlichen in flüchtiger Phase bei den Umsetzungstemperaturen vorliegt. Der Vorteil büsst sich sowohl in der Erhöhung des Durchsatzes, sowie in einem Zurücktreten der über 200° siedenden, zu hoch polymerisierten Anteile. Wie zweite Polymerisation von Äthylen in Mischung mit Propylen und Butylen, sowie in Mischung mit Propylen und Butylen sowie bei 70° siedenden Benzinen ^{einmal} wurde untersucht und die Bedingung festgestellt, unter denen verhältnismässig am wenigsten Äthylen angegriffen wird. Die Versuche wurden mit Rücksicht auf die Möglichkeit des direkten Einsatzes der Crackgase unter vorheriger Gasolabtrennung durchgeführt.

Alkoholanlage.

Die technische Alkoholanlage wurde mit Rücksicht auf
Durchschnitt

005412

die Verhandlungen mit Rheinpreussen und Lurgi auf etwa Mitte des Monats wieder in Betrieb genommen. Die Absorptionsergebnisse sind durchaus noch unbefriedigend. Wir haben aber zur Zeit schon sichere Lösungen in der Hand um gute Absorptionen zu erreichen.

Acetylenanlage.

Die Fertigstellung der Acetylenanlage für die für Vetrokok vorgesehenen gemeinsamen Versuche mit Lurgi, wurde mit allen verfügbaren Arbeitskräften betrieben. Die Anlage wird Mitte Mai angeheizt und ca. am 20.5. in Betrieb genommen.

Dehydrirung.

Die Versuche mit Aktivkohle wurden nach systematischer Durcharbeitung als wenig aussichtsvoll abgeschlossen. Es laufen zur Zeit eine Reihe von Versuchen mit Kontakten, die erheblich bessere Resultate zu ergeben scheinen.

