

9423

Herren Professor Dr. H a r t m a n n

Dir. Dr. H a g e m a n n

26.2.43  
249Beitr. Tätigkeitsbericht des Hauptlaboratoriums  
Monat Januar 1943.1.) HT-Anlage (Dr. Kolling).

Die Versuche im 6 m - Reaktor von 320 mm  $\phi$  ergaben, daß infolge der schlackigen Beschaffenheit und daher größeren Metalloberfläche eine vermehrte thermische Spaltung, vornehmlich an 100 - 200 % verarbeiteter O., (und O.,-Bildung, eintrat. Ferner wurde ein um 2 - 3 % geringerer Olefingehalt der O.,-Kohlwasserstoffe beobachtet (bei 500°C statt 88 % 83 %, bei 320 ° statt 94 % 92 %). Wir führen das auf die Tatsache zurück, daß die Temperatursteigerung von der Oberfläche bis zum Boden des Reaktors, die bei dem Reaktor mit 1 m  $\phi$  etwa 50 ° betrug, hier wesentlich niedriger war. Die Olefine hängen aber direkt mit der Höhe der Temperatur zusammen. Weiter wurde beobachtet, daß in Abhängigkeit von der Dampfmenge bei gleicher Umsetzung der Olefingehalt abfiel, wenn etwa 50 % Wasserrugabe unterschritten wurden.

2.) Destillative Oxidzahlverbesserung von Druckhydrier-  
Benzin (Dr. Kolling).

Das 16-Fliegerbenzin "Lomma" B-4 enthält neben einfach verknüpften 16-Paraffinen in wesentlichen Naphthene. Wesentliche Oxidzahlunterschiede treten nicht auf, so daß eine Verbesserung hier wahrscheinlich kaum möglich sein wird. Das höherwertige Benzin enthält anstelle der Naphthene Aromaten. Eine erste Destillation, die noch ohne Vorwäsche durchgeführt wird, läßt hier Möglichkeiten zur Verbesserung erwarten.

3.) Laboratoriumsversuche katalytische Spaltung (Dr. Kalippe  
Dr. Kolling).

Die erste Granatillierung für die HT-Anlage ergab bei einer Prüfung bis 150 Std. Werte, die mit denen des bisher gelieferten Granats identisch waren. Granatill, das für Fischer-Kontakt eine sehr lang andauernde Aktivität zeigt, wird beim Einsatz von Erdöl schnell inaktiv im Gegensatz zu synthetischen Kontakten, die den Erdöleinsatz wesentlich besser vertragen. Die durch Erdöleinsatz inaktivierten Granatillkontakte sind auch beim Einsatz von Fischer-Produkten inaktiv. Mit vorgealtertem Granatill wurden unter Einsatz von synthetischen Mischölen eine Reihe von Belastungsversuchen gefahren, bei denen die Umschlüsse von 12 bis 40 % variiert wurden. Während bei niedrigen Belastungen die Steigerung der Belastung von 12 auf 50 % Einsatz ein Rückgang

des Einsatzes von 33 auf 13 % bewirkt, bleibt die Umwandlung zwischen 50 und 100 % Einsatz merkwürdigerweise fast konstant. Der prozentuale Benzolanteil in den Spaltprodukten steigt umgekehrt proportional der Umwandlung linear an. Der  $C_2$ -Anteil ist unabhängig von der Umwandlung. Der  $C_3$ -Anteil ist direkt proportional zur Umwandlung, ebenso der  $C_4$ -Anteil, wobei allerdings der  $C_4$ -Anstieg mit der Umwandlung flacher ist als der  $C_3$ -Anstieg. Der Olofingehalt der  $C_1$ -,  $C_2$ -,  $C_3$ -Kohlenwasserstoffe fällt mit steigender Umwandlung und steigt mit steigender Temperatur, bezogen auf gleiche Umwandlung.

4.) Amalgamierung (Dr. Rottig).

Die seit 4 Monaten durchgeführten Dauerversuche liefen auch in Berichtsmonat einwandfrei mit unveränderter Aktivität. Nickel- und Kobaltzusätze erwiesen sich, wie früher schon in Patentanmeldungen festgelegt, auch bei den durchgeführten Dauerversuchen als aktivitätssteigernd. Der Einsatz von destilliertem Wasser durch Leitungswasser bei der Auswaschung von Aluminiumhydroxyd ergab noch keine systematischen Abweichungen, er scheint also durchführbar zu sein. Eingehend wurde im Zusammenhang mit den Arbeiten in der Toka-Anlage die Frage der notwendigen Kalsinierstemperatur und Zeit für die Kalsinierung des Aluminiumhydrates studiert und hiernach die Betriebsbedingungen in der Toka-Anlage eingestellt. Die Herstellung von Chromnitrat aus Dichromat durch Reduktion mit schwefliger Säure in schwefelsaurer Lösung und Fällung mit Ammoniak bzw. Soda wurde weiter studiert. Zwischen einer großen Reihe normal verlaufender Versuche trat bei einem Versuch vorläufig unerklärlicherweise die violette, nur im Königswasser lösliche Hydroxyform des Chroms auf. Die Trennung des Eisens vom 3-wertigen Chrom, die erst sehr große Schwierigkeiten bereitet, führte zu einem Verfahren, das technisch erfolgreich zu werden verspricht.

Der von der Abteilung Spiske durchgeführte Druckaufschluß des Kontaktes durch Kochen mit Natronlauge läuft einwandfrei, so daß nunmehr die ganze Herstellung des Chromnitrates aus frischem Dichromat wie auch aus regeneriertem Kontakt als laboratorienmäßig gelöst betrachtet werden kann. Eine große Reihe von Versuchen bis zur technischen Reife wird allerdings noch anzustellen sein.

Für die Betriebsüberwachung in der Toka-Anlage wurden eine Schnellbestimmung für den Wassergehalt und eine Schnellbestimmung für den Alkaligehalt im feuchten Aluminiumoxyd ausgearbeitet.

5.) Polykontaktherstellung (Dipl.-Ing. Spiske, Wischermann).

Es gelang, auf einer veränderten Basis einen Polymerisationskontakt herzustellen, der bei guter Daueraktivität reproduzierbar sich als aktiver erwies als der Ipatieff-

Kontakt. In der Herstellung wird der Kontakt allerdings etwas teurer sein als der bisher gelieferte.

6.) Toka-Anlage (Dipl.-Ing. Spiske).

Im Laufe des Monats wurde die ganze Toka-Anlage allmählich in Betrieb genommen. Die Inbetriebnahme der Trockner und der Verkalzinierung machte aus rein apparativen und konstruktiven Gründen besondere Schwierigkeiten. Die Kalziniermuffeln geben gleichfalls ein ungleichmäßiges Temperaturbild, so daß zur Erreichung aktiver Kontakte lange Kalzinierzeiten erforderlich sind. Die Neulieferung der noch ausstehenden Muffeln ist bisher noch nicht erfolgt. Die Mahlanlage für Aluminiumoxydkontakt und Polykontakt steht ganz ungeschützt, die Staubeentwicklung ist außerordentlich lästig. Es ist die Errichtung einer Entstaubungsanlage notwendig. Knotung, Formgebung und Zerkleinerung des Kontaktes laufen sonst befriedigend. Die Konzentrationsanlage für Chromnitratlauge ist noch nicht fertig, so daß wir dadurch in der laufenden Produktion stark behindert sind, weil die IG. z.Zt. nur eine ca. 50%ige Lauge liefert.

7.) Dehydrierung (Dr. Schrieber).

Mit Thoriumchromit-Kontakten wurden 10 l dehydriertes Cetan hergestellt. Bei 25 - 30 % Olefingehalt sind ca. 15 % Spaltprodukte zu beobachten, von denen 10 % zwischen 200 und 270° bei Einsatz von Cetan siedend. An sich ist dieser Anteil an Spaltprodukt bei dem verhältnismäßig niedrigen Olefingehalt hoch, doch dürften auch die Spaltprodukte bei der günstigen Siedelage als Olefinträger einigermaßen brauchbar sein. Die Produkte sind an das Forschungslaboratorium abgegeben worden zur Untersuchung auf ihre Eignung für die Oxosynthese.

8.) Herstellung (Dipl.-Ing. Clar).

Die Herstellung des bisher gebrauchten Inhibitors wurde in Gegenwart von Öl durchgeführt. Hierbei wurden Schwankungen in der Inhibitorwirkung beobachtet. Bei der Herstellung des feinen Inhibitors wurde ist die Wirkung zuverlässiger. Die Herstellung des reinen Inhibitors wurde in halbttechnischem Maßstab durchgeführt und geht gut. Für die neuerdings durchgeführte Stabilisierung durch Schwefel in der Synthese nach Behandeln der oberen Schicht wurde der Ausbeuteverlust an Öl mit 12 % der Ölmenge festgestellt. Es wurden eine Reihe von Versuchen durchgeführt, um maximale Brightstockmengen zu erzeugen. Ein Abschluß liegt hier noch nicht vor.

Versuche zur Stabilisierung der von Betriebe hergestellten 100 l 100er Flugöl zeigten, daß eine Nachbehandlung mit Tonsil oder Tonsiloxynoxydgenischen ohne Effekt war, dagegen eine Zugabe von Inhibitor ein hochstabiles Öl lieferte.

*Klar*