



tit. Leider sind weitere Wiederholungen des Kontaktes wieder mit niedriger Aktivität herausgekommen. Eine Menge Ipatieff-Kontakt wurde gemahlen und mit Wasser neu angeteigt und gefornt. Das so erhaltene Kontaktkorn hatte bei tiefen Temperaturen gleiche und bei höheren Temperaturen <sup>bisher</sup> höhere Aktivität als der Originalkontakt.

#### 4.) Sola-Anlage (Dipl.-Ing. Spiako).

Es wurden bisher ca. 20 Chargen  $Al_2O_3$  gelöst, die Fällung wird noch mit Trockeneis durchgeführt, da bislang andere Kohlenmakere nicht zur Verfügung steht. Durch sorgfältige Verfolgung der Waschung gelang es bisher, auf 4 Waschungen pro Charge heruntersukommen, wobei der Rest-Alkaligehalt für den Kontakt nicht mehr schädlich ist. Es gelang auch, ohne bzw. mit geringer Staubrückführung plastische Massen für die Kontaktherstellung zu erkneten, so daß die Formgebung stark entlastet wird. Der Hauptengpaß der Anlage liegt in der Kalsinierung des Aluminiumoxyds. Die hierfür von uns bereits im Mai 42 bestellten Öfen sind leider bis jetzt noch nicht geliefert. Eine Schnellkalsinierung des Kontaktes hat sich als unmöglich herausgestellt. Ebenso braucht das Aluminiumoxyd eine gewisse Kalsinierzeit. Der Aufschluß des gebrauchten Kontaktmasse mit Druckkochung wurde näher studiert.

#### 5.) Aromatisierung (Dr. Rottig).

Demersversuche laufen bisher 1 300 Reaktionsstunden bei praktisch konstanter Aktivität. Die Kontakte geben bei  $450^\circ C$  einen Aromatengehalt von 42 Vol.%. Die Frage, ob Leitungswasser oder Kondensat für die Auswaschung des Aluminiumhydroxyds benutzt werden muß, wurde nochmals geprüft. Die mit Leitungswasser gewaschenen Kontakte gaben einwandfreie Aktivität. Weiterhin wurde die Frage geprüft, ob es notwendig ist, das Alkali aus dem Aluminiumhydroxyd vollkommen auszuwaschen. Die Resultate entsprachen den Erwartungen. Man kann einen gewissen Alkaligehalt mit Vorteil in Kontakt belassen, wodurch etwa  $\frac{1}{3}$  der Waschwassermenge gespart wird. Ein von Dr. Gshroke zur Prüfung geschickter Kontakt, der durch Aufspritzen von Chromsulfat auf eine Trägersubstanz hergestellt worden war, war fast vollkommen inaktiv.

Hinsichtlich der Regenerierung eines ausgebrauchten Aromatisierungskontaktes wurde gefunden, daß ein Aufschluß unter Kochung mit Natronlauge unter Druck glatt verläuft. Weiterhin wurde die Herstellung von Chromnitrat durch Reaktion von Natriumbichromat in saurer Lösung mittels Methylalkohol bzw.  $SO_2$ -Ausfällung des 3-wertigen Chroms mit Ammoniak als Hydroxyd und Lösen in konzentrierter Salzsäure studiert. Labormäßig läuft das Verfahren recht glatt, das Chromhydroxyd läßt sich gut auswaschen, Schwefelsäure-wie Alkalireaktion ist nach der Auswaschung fast Null.

20.11.42

Eine weitere Möglichkeit des Aufschlusses ergibt sich durch Behandeln des Kontaktes mit Schwefelsäure und Füllen mit Alkali, wobei das erst kolloid in Lösung gebende Chromoxyd durch Kochen ausgeflockt und so von Aluminium getrennt werden kann. Die Chrom-Eisen-Trennung wird noch weiter studiert. - Es wurden eine Reihe von analytischen Methoden, die als Schnellmethoden zur Betriebsüberwachung in der Toka-Anlage dienen sollen, entwickelt.

5.) Dehydrierung (Versuche Dr. Schrieber und Dr. Rottig).

Bei Verwendung von Thoriumchromidkontakten und Cetan als Einsatzmaterial werden Dauerversuche durchgeführt. Die Auswertung ergibt rein mengenmäßig, dass infolge verhältnismäßig hoher Spaltung, bezogen auf den Olefingehalt, die auf diese Weise herzustellenden Gesamtolefinmengen noch nicht befriedigend sind, wenn auch die Qualität, zumindest hinsichtlich Überstellung, einigermaßen günstig erscheint. Bei strenger Kritik dürfte aber gegenüber einer thermischen Aufspaltung von Cetan noch kein wesentlicher Fortschritt erzielt sein. Auch die Versuche von Dr. Rottig leiden noch unter verhältnismäßig starken begleitenden thermischen Spalterscheinungen.

6.) Selektives Olefinwaschverfahren (Dr. Buscher).

Von den bisher studierten Lösungsmitteln zeichnet sich die Mischung Methylchlorid - Methylalkohol besonders aus. Diese gibt bei  $-20^{\circ}\text{C}$  eine Schichtentrennung, wobei in der unteren olefinhaltigen Schicht eine Anreicherung der Olefine auf den doppelten Wert bisher beobachtet wurde.

7.) Olsynthese (Dipl.-Ing. Clar).

a) Betriebliche Versuche.

Die von Dr. Goethel gesammelten regelmäßigen Proben obere Schicht von 15.-30.11., 1.-15.12. und 15.-31.12.1942 ergaben 714, 478 und 579 mg Gesamtchlor/kg, davon etwa die Hälfte korrosives Chlor. Im Laboratorium wurden bei Nachentchlorung 60 - 100 mg Gesamtchlor gefunden.

Die von Betrieb hergestellten 100 t phenthiasinhaltiges 10er Öl wurden mit 2 % Tonsil und 1 % Zinkoxyd 3 Std. auf  $180^{\circ}\text{C}$  erhitzt. Dabei wurde die Sauerstoffalterung sehr gut.

b) Laboratoriumsversuche.

Bei der Mischung eines natürlichen Oles mit einem synthetischen, und zwar Gröndring mit synthet. Flugöl ROH ergab sich bei steigender Zumischung von Gröndring zuerst ein Abfall der Alterungsbeständigkeit und dann ein schneller Anstieg, so daß bei einer Mischung von 50 : 50 die Alterungsbeständigkeit des Gröndringöles erreicht wurde.

Die Frage der Verteilung der Olefine auf die verschiedenen Produkte der Olsynthese, nämlich Kontaktöl, Restolefine,

Polymerisationsprodukte und Verluste, wurde an einem Öl mit 67 % Olefingehalt unter Variation der Aluminiumchloridgabe von 2,5 auf 3,5, 4 und 6 % untersucht. Das Kontaktöl steigt entsprechend von 2 auf 6,2, 10,6 und 14,2%. Die Restolefine fallen von 17,8 auf 5, 0,9 und 0,6 %. Die Polymerisationsprodukte durchlaufen ein Maximum von 45,6, 42,3, 54,8 auf 51 %. Destillationsverluste liegen bei ca. 0,5 %, die Summe der 4 Zahlen ergibt praktisch konstant 66 %, d.h. sie erreicht den Prozentgehalt an Olefinen der vorher bestimmt wurde. Das Kontaktöl enthält ca. 15 % bis 220° siedende Anteile entsprechend dem Restbenzin, wobei der Olefingehalt dieses Anteils mit steigenden Aluminiumchloridmengen von 46 über 30 auf 19 - 20 % fällt. An über 220° siedenden Produkten enthält das Kontaktöl 10 - 15 %. Es wurde noch einmal die Frage geprüft, ob die im Betriebe gefahrenen Temperaturstufen 40, 60, 80, 100° einen Vorteil bedeuten gegenüber einer einstufigen Temperatur von 95°. Tatsächlich ergab sich bei Stufenverfahren eine Ausbeute von 53,4 % gegen 51,6 %, wobei die  $\eta_{sp}$  beim Stufenverfahren 16,4, beim einfachen Verfahren 15,2 % beträgt. Das Stufenverfahren bietet also kleine Vorteile.

Bei den Crackversuchen mit Paraffingutach RCH wurden dieselben Polkuben, aber nicht ganz die gleichen Ausbeuten erreicht wie bei Crackbenzin aus dem Betrieb. Eine Destillation von phenylbasinhaltenen Ölen ergab, das sowohl die Destillate wie die Rückstände in der Alterung die gleiche Stabilität aufweisen.

Die im vorigen Monatsbericht beschriebene Durchführung der Synthese in Gegenwart von Schwefel und Nachbehandlung mit Aluminiumchlorid 2 Std. bei 200° wurde in ihrer Anwendbarkeit auf andere Inhibitoren als Schwefel studiert, wobei eine Reihe weiterer brauchbarer Inhibitoren gefunden wurde. Der Ölverlauf dürfte aber bei diesen Verfahren etwa 15 % betragen.

Einige Benzine der Crackversuchsanlage wurden auf ihre Eignung für die Olynsynthese untersucht.