

23. Januar 1942.

Herren Professor M a r t i n
Dr. H a g e m a n n ✓

Sekretariat	
Eingang:	26.1.42
Lfd. Nr.:	120
Beantwortet:	

Betrifft: Tätigkeitsbericht des Haupthaboratoriums
Monat Dezember 1941.

1.) LT-Anlage (Dr. Kolling).

Die exakte Durchmessung des Reaktors der LT-Anlage ergab einwandfreie Gasverteilung, teilweise aber unrichtige Temperaturmessung. Auch bei richtiger Temperaturmessung bleibt aber eine geringere Aktivität des Kontaktes festzustellen. Aus dem Reaktor entnommene Proben zeigten im Laboratorium auffallend schlechte Aktivitäten. Da der Kontakt bereits 1 Jahr vor dem Einbau mit Kobalt-Phosphorsäure und Borsäure getränkt war, besteht die Möglichkeit, daß er infolge der langen Lagerung geschädigt worden ist. Nähere Prüfungen folgen.

Katalytische Spalt-Laborversuche (Dr. Kalippke).

Die vergleichenden Alterungsversuche Granusil-Superfiltrol wurden beendet. Der Abfall der Aktivitätskurve für diese Kontakte liegt fest. Die Ausbeuten an Bensen C_5 C_4 C_3 Gas und Kohlenstoff sind fast gleich. Ungünstig beim Superfiltrol ist der um 5 - 10 % niedrigere Olefingehalt der C_4 -Kohlenwasserstoffe. Noch ungünstiger liegt hier eine von Bensmann als bindendes Muster übersandte Bleicherde. Ein nach der Anmeldung J 63 114 hergestellter Kontakt aus Aluminiumoxyd und Kieselsäure spaltet wesentlich mehr zur Gasseite und gibt im C_4 nur ca. 60 % Ungesättigte, ist also ganz erheblich ungünstiger. Bei tieferen Temperaturen von 430° wurde festgestellt, daß praktisch kaum eine Alterung der Kontakte eintritt. Man erhält reichlich Bensen, verhältnismäßig wenig Gas, das Gas dafür aber von stark gesättigtem Charakter.

2.) Ölsynthese (Geiser, Dipl.-Chem. Kühnel).

Die Vorbehandlungsversuche mit Aluminiumhydroxyd wurden einstufig und mehrstufig wiederholt, wobei sich wieder die reproduzierbare Durchführbarkeit der Vorbehandlung zeigte unter der Voraussetzung, daß nichtneutralisierte Benzine verwendet werden. Für die gute Durchführbarkeit der Synthesen ist eine höchste O.H.Z. von 1,5 nicht zu überschreiten. Zwischen 1,7 und 1,2 sieht man noch eine deutliche Verbesserung. Die nähere Untersuchung der Vorbehandlung mit Zinkoxid in der Flüssigphase deutet darauf hin, daß es unnötig ist, mit Zinkchlorid vorbehandelte Benzine nachsneutralisieren. Es fehlen hier noch Dauerversuche. Vorbehandlungen mit Schwefelsäure verschiedener Konzentration ergaben ein Optimum bei ca. 70 % - 75 % Säurekonzentration. Hier ist die Benzinaufnahme in der Schwefelsäure noch verhältnismäßig niedrig und es werden OH-Zahlen von etwa 1 erreicht. 75 % ist schon etwas zu hoch konzentriert. Richtig ist die OHZ. unter 1, dafür gehen aber 10 % Benzin verloren. 80%ige Schwefelsäure nimmt natürlich schon einen großen Teil der Olefine heraus, interessanterweise verschlechtert sich aber die Polhöhe der gebildeten Öle, trotzdem man annehmen sollte, daß durch bevorzugte Herausnahme von iso-Kohlenwasserstoffen eher eine Verbesserung einträte. Anscheinend ist ein derartiger Effekt bei dünneren Säuren zwischen 60 und 65 % in schwachem Umfange vorhanden. Bei der Chlorsink-Vorbehandlung wurden die notwendigen Konzentrationen und Säuregehalte der Zinkchloridlösung näher geprüft. Der Apparat für die kontinuierliche Nachbehandlung wurde weiter entwickelt. Mit Versuchen in der Apparatur wurde begonnen.

3.) Polymerisation (Dipl.-Ing. Spiske).

Wie schon im vorigen Monatsbericht erwähnt, wurde ein neuer Polymerisationskontakt entwickelt, der von der bisher bekanntgewordenen UOP-Anmeldung unabhängig ist. Der Kontakt zeigt bisher hervorragende Polymerisationseigenschaften. Ein erster Kontakt leistete 520 l Polybenzin / kg Kontakt, ein neu angesetztster Kontakt scheint aber diese Leistung ganz

wesentlich zu überschreiten. Eine Reihe anderer Kontakte bewährte sich nicht so gut.

Eine Reihe spezieller Bensen-Fractionen Hexan, ferner C_8 , C_9 , C_{10} , C_{11} , C_{12} wurden fertiggestellt.

4.) Olefinisierung (Dr. Rottig).

Für die Einstufen-Dehydrierung mittels Brom wurden eine Reihe von Kontaktversuchen durchgeführt, wobei brauchbare und verhältnismäßig billig zu beschaffende und sehr beständige Kontakte gefunden wurden. Da Nebenproduktbildung praktisch bei dieser Art der Bromierung nicht eintritt, können Ausbeuten von 90 und über 90 % als gesichert gelten. Die Konzentration der Olefine läßt sich auf 40 % und wahrscheinlich höher steigern. Bei der Olefinisierung von Cetan wurden auch 35 Vol.-% Ausbeute erhalten. Lediglich die Kohlenstoffmengen sind hier etwas höher.

5.) Katalytische Dehydrierungen (Wischermann).

Bei der katalytischen Dehydrierung über Kontakten wurden die im vorigen Monat erwähnten Versuche mit einem neuen Kontakt weitergeführt. Die Versuche sehen verhältnismäßig günstig aus, es scheinen auch hier Möglichkeiten bestehen, die Olefinkonzentrationen bis auf über 40 % zu bringen.

6.) Dehydrierung von Cetan. (Dr. Schrieber).

Bei den Arbeiten von Herrn Dr. Schrieber wurde ein Chlorwasserstoff-Luftgemisch oxydiert, sodann mit Cetan gemischt und diese Mischung über geeignete Kontakte in einer speziellen Apparateanordnung geleitet. Gegenüber den früheren Versuchen traten durch diese Anordnung wesentliche Verbesserungen ein. Es wurden Jodsahlen bis zu ca. 50 erreicht, wobei die Dichte nur auf 0,789 stieg. Der Dichteanstieg erscheint immer noch verhältnismäßig hoch, wenn er auch gegenüber den früheren Zahlen gebessert ist.

7.) Herag-Versuche (Dr. Rottig).

Die im Auftrage der Herag durchgeführten Untersuchungen an Fechelbronner und an Reißbrook-Benzin konnten abgeschlossen werden. Es war verlangt worden, die Bensine durch geeignete Behandlung auf eine O.Z. von 75 zu bringen. Es gelang, Oktanzahlen von 80 - 85 zu erreichen bei Flüssigausbeuten, die zwischen 85 und 88 Gew. % lagen. Ähnliche Versuche mit Rumänien-Benzin sind in Arbeit.

8.) Feinfraktionierung (Dr. Petri).

Die Möglichkeit, durch Polymerisation aus definierten Olefinen möglichst hochwertige Öle zu erzielen, wurde an der C₇- und C₈-Fraktion weiter geprüft. Bei beiden Fraktionen wurden die Werte, die für α -Olefine zu erwarten sind, erreicht, wobei auch recht gute Ausbeuten erzielt werden konnten. Das Verfahren hat für die Planung RB große Bedeutung, da durch den Einbau einer Feinfraktionierung die Möglichkeit geschaffen werden kann, bei einem Versagen der Kreislaufsynthese hinsichtlich Olefinqualität einen gewissen Ausgleich zu schaffen.

9.) Molekulardestillation (Dr. Buscher).

Z.Zt. sind für Versuche bei der Physikalisch-Techn. Reichsanstalt, Abteilung Dr. Kluge, eine Reihe Öle in Arbeit, die unter möglichst schonenden Bedingungen aus einem Grundöl hergestellt, Material geben sollen zur Klärung der Frage, wie ^{nach} Destillate und Brightstocks ^{an} der Grenzschnierung mit der neuen Ölprüfmaschine der P.T.R. untersucht wird, beteiligt sind. *in Anwesenheit.*



Durchschrift