

22. März 1941. 005222

Streng vertraulich

Herren Professor Martin  
Dr. Hagemann

Empfänger	15.3.1941
Abt. Nr.	319
Platz	

Betrifft: Tätigkeitsbericht des Hauptlaboratoriums  
Monat Februar 1941.

1.) LT-Anlage (Dr.Kölling).

Nachdem im vergangenen Monat die gute Spaltbarkeit der für die Großanlage infrage kommenden Mischung aus Gasöl, Kaltpressöl und Schmierölvorlauf festgestellt war, wurden wieder reine Gasölversuche gefahren. Hierbei zeigte sich, daß sich das Gasöl schwerer spalten läßt als die Mischung. Der Abfall der Kontaktaktivität auch hinsichtlich Bildung von C<sub>1</sub>- und C<sub>2</sub>-Kohlenwasserstoffen ist jetzt fast zum Stillstand gekommen. Durch Senken der mittleren Kontakttemperatur um 50° bei Aufrechterhaltung der Umwandlung von ca. 35 - 40 % durch eine entsprechende Verkleinerung der Beaufschlagung auf die Hälfte des normalen Einsatzes gelang es, die Bildung leichter Kohlenwasserstoffe wieder fast auf den Anfangswert, d.h., auf ca. 3 - 4 % zurückzubringen. Die Versuche müssen aber noch wiederholt werden.

Die konstruktiven Arbeiten für die Großanlage gingen weiter. Allerdings konnten die Bestellungen auf die Fraktionieranlage, den Ofen und die Kühlwäsche noch nicht herausgegeben werden.

2.) Kontaktprüfung in der 4 Liter - Anlage (Stuhlpfarrer).

In der 4 l - Anlage wurde einmal Granasil und zweitens KO-Kontakt, d.h., mit Dorylphosphat und Kobalt getrenntes Granasil, geprüft. Bei den Versuchen mit Granasil blieb im Gegensatz zu den Beobachtungen in der LT-Anlage die erste Überaktivität fort. Nach etwa 300 Reaktionen wird eine konstante Aktivität erreicht, die auch über 700 Reaktionen unverändert bleibt. Dabei steigt die Olefinbildung, die anfangs niedrig ist, auf Werte von etwa

90 % in der  $C_3-C_4$ -Fraktion an, die sich während der dann anschließenden Reaktion halten. Im Gegensatz hierzu gab der KU-Kontakt von Anfang an unveränderte Aktivität über die beobachteten 315 Reaktionen. Dieser Kontakt liefert von Anfang an hohe Oiefingehalte im Gas, die dann allerdings deutlich abfallen. Er würde also, im Dauerversuch gesehen, nicht günstiger sein als ein reiner Granrailkontakt.

Die Mischung von Spaltkontakt und Aromatisierungskontakt ergab, wie schon im vorigen Monatsbericht bemerkt, erhöhte Kohlenstoffabscheidung, ferner nur etwa 60 % der  $C_4$  und 75 % der  $C_3$ - und der  $C_2$ -Kohlenwasserstoffe, d.h., fast 100 % mehr Gas und 30 % mehr Bensen. Nach diesen Versuchen ist vorläufig kein Vorteil in der Mischkontaktverwendung zu sehen.

Es wurden Produkte der Eisenkontaktsynthese für die katalytische Spaltung eingesetzt. Die Spaltbarkeit ist sehr gut.

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

In der technischen Versuchsanlage wurde die Polymerisation der  $C_4-C_5$ -Fraktion zwecks Herstellung größerer Mengen an Produkten weitergeführt.

In Laborversuchen wurde die Abhängigkeit der Polymerisation der katalytischen hocholefinischen  $C_4$ -Fraktion vom Druck geprüft, während man bei 100 atm. bei  $110^\circ$  60 % und bei  $160^\circ$  100 % Polymerisation erhält, wurden bei 10 atm. bei  $160^\circ$  80 % und erst bei  $220^\circ$  97 % Polymerisation erhalten. Die Siedekurven bei 10 atm. sind infolge der höheren Temperaturen wesentlich mehr gerade gestreckt und weichen von den Siedekurven selektiver Polymerisation, die ja in einem geringen Siedeintervall steil verlaufen, stark ab. Es wurden eine Reihe von verschiedenen durchpolymerisierten  $C_4-C_5$ -Proben hergestellt zwecks Aufnahme von Überladekurven, ebenso wurden Mischungen aus solchen Polymerisaten hergestellt. Zwecks Klärung der Frage, wie

maximale Ausbeuten an hochprozentigen, d.h., nach Bleisatz über 100 Oktan liegendem Fliegerbenzin aus den katalytischen Spaltprodukten zu erreichen sind. 50 l Produkt wurden für die DVL mit Oktanzahl ca. 104 fertiggestellt.

4.) Hydrierung (Dipl.-Ing. Spiske).

Die Hydrierung der Polymerisationsprodukte wurde weiter studiert.

5.) Aromatisierung (Dr. Rottig).

Das Studium der Kohlenstoffabscheidung in Abhängigkeit von Temperatur und Ofenbelastung wurde weiter fortgeführt.

6.) Dehydrierung (Dr. Rottig, Dr. Kalipke).

Bei einer Kontaktbelastung von 400 - 600 Vol.-% flüssigem Cetan und Brom in mehr als äquivalenter Menge pro Stunde und einem Vakuum von ca. 380 mm wurden über Störhamol und Silicagel bei geeigneten Temperaturen bis 80 % Olefingehalt nach einmaligem Durchgang festgestellt. In gewissen anderen Fällen konnte auch die Bildung von Diolefinen nachgewiesen werden.

In Konkurrenz zu diesem Verfahren wurden erfolgreich Versuche durchgeführt, ohne Zugabe von Halogen direkt über Kontakten zu dehydrieren. Bei Cetan wurden im Maximum 30 Vol.-% Olefine erreicht. Die Kontaktbelastung bei diesen Versuchen betrug 200 Vol.-% flüssiges Cetan. Der Wasserstoffgehalt der Endgase lag auf 80 %. Eine wesentliche Spaltung des Cetans trat nicht ein.

Versuche Dr. Schrieber.

Über einen aus Kupferchlorür, Zinnchlorür, Titanoxyd und Saurit als Trägermaterial bestehenden Kontakt wurden aus Cetan bei 410° Produkte mit Jodsahlen über 40 bei ca. 96 % Kondensatrückgewinnung erhalten. Dehydriert wurde mit Luft, Chlorwasserstoffmischung.

7.) Acetylen-CO<sub>2</sub>-Versuche (Dr. Rottig).

Über die Versuche in Gasphase, die im wesentlichen zu Olefinbildung führten, wird ein ausführlicher Bericht vorbereitet.

Die Versuche in Flüssigphase wurden bei 3 verschiedenen Drucken, 5, 25 und 50 atm., durchgeführt, die in dieser Reihenfolge von olefinhaltigen zu sauerstoffhaltiger Reaktionsprodukten wechselten. Als Aufschlammittel wurde Pentan gewählt, um die gebildeten Reaktionsprodukte leicht und bei niederen Temperaturen rein erhalten zu können. Sowohl mit Wassergas als auch mit Synthesegas wurden reichliche Mengen sauerstoffhaltiger Produkte erzielt. Die aus diesen Produkten abgetrennten Aldehyde wiesen nur geringe Jodzahlen auf. Die nähere Aufarbeitung wird noch einige Zeit in Anspruch nehmen.

8.) Schmieröl (Dipl.-Ing. Clar).

Für den Japan-Versand wurden 1000 l Flugöl mit Phenthiasinsusatz und 600 l ohne Phenthiasinsusatz hergestellt. Das Öl mit Phenthiasinsusatz ist außerordentlich alterungsstabil. Von diesen Ölen wurde sowohl das Öl ohne als auch das Öl mit Inhibitor in einer Mischung 1:1 an Herrn Dr. Schaub zur Durchführung von Motorenversuchen weitergegeben.

Im Zusammenhange mit Arbeiten Dr. Petris wurden eine Reihe von Synthesen mit verschiedenen Phenthiasinprodukten zwecks Feststellung der Alterungseigenschaften der Öle durchgeführt.

Die Vorbehandlung der Kreislaufbenzine wurde weiter studiert. Dabei stellt sich die Phosphorsäurebehandlung, d.h., das gasförmige Einleiten der Benzine in eine bei 160° - 180° befindliche Phosphorsäure unter Aufrechterhaltung der Konzentration der Phosphorsäure durch Eintropfenlassen von Wasser als recht brauchbares Verfahren heraus. Das Tonscherbenverfahren ist insofern etwas unsicher geworden, als hier anscheinend ein starker Einfluss der Rohrwand auftritt, die vielleicht sogar der wirkliche Katalysator ist.

005226

Ruhrchemie Aktiengesellschaft.  
Oberhausen-Holten

- 5 -

9.) Herstellung von Phenthiasin (Dr. Petri).

Die Herstellung von Phenthiasin wurde weiter  
verfolgt.

A handwritten signature in black ink, appearing to be 'Petri', written in a cursive style.