

24. August 1940.

Herren Prof. Martin  
Dr. Hagemann

Laborat. Mg.	
Umgang:	28. 8. 40
U. N. N.:	728
Beaufw.:	/

**Betrifft:** Tätigkeitsbericht des Hauptlaboratoriums  
Monat Juli 1940.

**1.) LT-Anlage.**

Mit der 90 - 200°-Fraktion weiter durchgeführte Versuche bei Luftblaseseiten von genau 25 Minuten ergaben eine rapid steigende Überhitzung der unteren Ofenpartien. Durch die im vorigen Bericht geschilderte Aktivierung des Sicromals wurden am Sicromal der Thermolemente und der Kontaktaflagerung Verschmelzungen und Zerstörungen hervorgerufen. Nach Einbau einer gekühlten Siebplatte und nach Einbau von Pythagoras-Röhren anstelle der Sicromalrohre als Thermolementenschutz und nach Wiedereinfüllung des Kontaktes, der bei dem Durchbruch der Siebplatte zum Teil in die Wärmeaustauscher geblasen worden war, wurde weiter mit 100 - 200°-Fraktion gefahren. Es war noch ein besonderes Ausblaseventil für die Luft während der Reaktionsperiode eingebaut worden, um den Luftüberhitzer gleichmäßig während der ganzen Zeit durchfahren zu können. Auch bei diesen neuen Versuchen zeigten sich wiederanstiege der Temperaturen in den unteren Ofenpartien, die eine systematische Untersuchung dieses Vorganges notwendig machen. Er dürfte auf Widerstandsverschiedenheiten in den äußeren Ofenpartien gegenüber den inneren Ofenpartien zurückzuführen sein. Zur Behebung stehen eine Reihe von Maßnahmen zur Verfügung. Die Aromatisierung selbst ist in keinem Falle wesentlich beeinflusst worden, d.h., Ausbeuten, Dichtserhöhung usw. sind praktisch unverändert geblieben. Lediglich die Durchsatzleistung ist durch die evtl. notwendig werdenden längeren Luftblaseseiten etwas fraglich. Wir glauben aber, daß sie auf Grund der neu zu ergreifenden Maßnahmen keinesfalls wird herabgesetzt werden müssen.

2.) Laboratoriumsversuche (Dr. Trauss).

Es wurde noch eine Reihe von Aromatisierungskontakten geprüft, die aus verschiedenen Aluminiumhydroxydherstellungen stammten. Ferner wurde eine Versuchsreihe in Betrieb genommen, um bei höheren Temperaturen mit erhöhter Strömungsgeschwindigkeit zu aromatisieren und zu versuchen, ob bei diesen höheren Temperaturen die Zwischenreduktion mit Wasserstoff unterbleiben kann. Die Belastung wurde von 20 - 480 Vol.-% variiert. Ein endgültiges Bild ist noch nicht zu gewinnen, doch sehen die Versuche bisher überraschend günstig aus. Zum Teil wurden Spitzenausbeuten an Flüssigprodukt, dabei minimale Bildung von Kohlenstoff und Crackgas erreicht. Die interessante Arbeitsrichtung wird weiter verfolgt.

3.) Sulfonierung von Olefinen (Dr. Rottig).

Da Herr Dr. Rottig in Urlaub war, ruhten diese Arbeiten im Berichtsmonat.

4.) Katalytische Spaltung (Dipl.-Ing. Spiske).

Die Fertigstellung der katalytischen Spaltanlage ist durch die im vorangehenden geschilderten Schwierigkeiten der Aromatisierung etwas verzögert worden, da wir bis zur restlosen Klärung der dort auftretenden Fragen gezwungen sind, die Aromatisierung weiter zu fahren. Die Lösung der Fragen kommt in gleichem Maße auch der katalytischen Spaltung zu Gute. Die Destillation ist praktisch fertig, ebenso Polymerisation, Tanklager usw. Eine Reihe von Umstellungsarbeiten sind auch schon durchgeführt, so daß mit Abschluß der Aromatisierungsversuche sichtlich unmittelbar mit der katalytischen Spaltung wird begonnen werden können. Im Laboratorium werden eine Reihe von neuen Kontakten geprüft und ferner die Recycel-Spaltung von Dieselöl mit einigen im Laboratorium geprüften Kontakten in der Laboranordnung näher verfolgt. Hierbei zeigte sich, daß in gewissen Fällen mit Gramsal verhältnismäßig hohe Kohlenstoffabscheidungen erhalten werden, die

jedenfalls wesentlich höher liegen können als bei Superfiltrol. Das Gramasil scheint nicht ganz einheitlich zu sein. Ferner wurden eine Reihe von Poly-Benzinen aus den katalytischen Spaltprodukten hergestellt und in Überladeversuchen auf ihre Verwendbarkeit als Flugmotorbenzol geprüft. Hierbei wurde besonders die Zugabe verschiedener Aromaten sowohl der Art als auch der Menge nach studiert. Außerdem wurde die Herstellung von 1 700 l Kontakt für die katalytische Spaltanlage durchgeführt, damit unmittelbar nach Fertigstellung der Kontakt auch zur Verfügung steht. An der kleinen KO-Anlage in der Versuchshalle wurden eine Reihe von Umänderungsarbeiten erledigt. Weiterhin wurden Produkte vorbereitet in einer Zusammensetzung, wie sie auf Grund von neu aufgestellten Planungen für eine zukünftig zu bauende katalytische Spaltanlage als Spalt-einsatz infrage kommen werden.

5.) Polymerisation (Dipl.-Ing. Spiake).

Es wurden Dauerversuche mit Ipatief-Kontakt und RCH-Kontakt ausgeführt. Beide Polymerisationsperioden wurden 42 mal durch Fliegeralarm unterbrochen, wobei die Gaszuführung und die elektrische Heizung abgestellt und der Ofen lediglich entspannt wurde. Weiterhin wurde unser Kontakt 22 mal durch andere Schäden wie Manometer-, Regler-Schäden usw. gestört, wobei diesmal zu größeren Überhitzungen des Kontaktes kam. Beim Ipatief-Kontakt gab es 17 Unterbrechungen technischer Art. Beide Kontakte ließen 1015 Stunden und ergaben bei 90 - 95%iger Polymerisation ca. 380 kg Poly-Benzin/kg Kontakt bei Durchsatz von 1250 kg Gasol mit 23 - 37 % Olefinen. Ein Unterschied zwischen beiden Kontakten trat nicht auf.

6.) Dehydrierung von Dieselöl (Dr. Kalippke).

Mit Kontakten, die aus unseren Erfahrungen bei der Aromatisierung entwickelt wurden, wurde Dieselöl der Dehydrierung unterworfen zwecks Erzeugung von langkettigen Olefinen. Bei einem Siedebereich von 200 - 320° wurde bisher als Maximum eine Steigerung der Jodzahl von 10 auf

30 bei über 90 % Ausbeute in dem Einsatzsiedebereich erhalten.

Dehydrierung von Aromaten in Gegenwart von Olefinen.

Da diese Frage im Zusammenhang mit der Herstellung der selektiven Extraktion der Aromaten zwecks Herstellung von Fliegerbenzin immer wieder auftaucht, wurde auf einem neuen Wege eine Lösung versucht. Bei den bisherigen vorsichtigen Tieftemperatur-Hydrierungen wurde stets der Aromat fast quantitativ mhydriert, so beispielsweise über hoch empfindlichen Nickelkontakten das Benzol bei 90° zu Cyclohexan. Die jetzigen Hydrierversuche wurden daher bei hohen Temperaturen (380°) durchgeführt, bei denen das olefinische Gleichgewicht noch fast ganz auf Seiter der Gesättigten, das Aromatennaphthen-Gleichgewicht aber schon ganz auf Seiten Naphthene liegt. Wir konnten hier auf Jodsahlen von etwa 8 im günstigsten Falle herunterkommen bei Einsatzjodsahlen von 38 ohne Angriff auf die Aromaten. Die Versuche sind noch im Gange.

7.) Dehydrierungsversuche (Dr. Schrieber).

Weitere Dehydrierungsversuche wurden unter Anwendung von Sauerstoff als Dehydrierungsmittel an verschiedenen Kontakten durchgeführt. Irgendwelche greifbaren Erfolge haben die Versuche bislang nicht gehabt. Geplant sind Versuche über Chlor bzw. Schwefel und Halokoxydation der dabei gebildeten Chlor- bzw. Schwefelwasserstoffungen die Dehydrierung durchzuführen.

8.) Ölherstellung (Dipl.-Ing. Glar).

Auf Vorschlag von Herrn Prof. Martin sind Versuche über Herstellung eines brauchbaren Öles durch Zersetzung von Kontaktöl mit Calcium-Hydroxyd aufgenommen. Eine Reihe von Versuchen zur Durchführung kontinuierlicher Synthesen sind im Gange. Ferner sind Versuche im Gange, schon bei der Synthese durch Zusatz von Inhibitoren Öle zu erhalten, die sauerstoffstabil sind. Die Versuche scheinen recht aussichtsreich zu sein. Das in der Prüfstelle Reclin von der Luftwaffe als sehr gut beurteilte Flugöl wurde hier näher

bei der Polymerisation  
untersucht. Infolge der Anwendung hoch siedender Olefine/  
zeigte das Öl im unbehandelten Zustande bei der Alterung  
schon verhältnismäßig bessere Werte, nämlich Eindickungen  
von 70 statt sonst 140 %. Das nachbehandelte Öl war ganz  
vorsüßlich. Die Jodzahl sank auf unter 10, die Eindickung  
bei 140° sechsstündiger Alterung war nur 2 % gegenüber 36 %  
beim unbehandelten Öl.

