

23. März 1940.

Streng vertraulich.

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

Sekretariat Hg.	
Eingang:	37. 3. 1940
Lfd. Nr.:	313
Beantw.:	

Betrifft: Tätigkeitsbericht des Hauptlaboratoriums.
Monat Februar 1940.

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

Der im vorigen Monat frisch eingebaute Kontakt zeigte nach wenigen Tagen wieder einen starken Rückgang der Aktivität, der zwecks Aufrechterhaltung von 40 % Kohlengehalt im Endprodukt es erforderlich machte, die Temperaturen im Ofen zu steigern. Dabei zeigte sich erhöhte Crackgasbildung und an Stellen, bei denen eine kritische Temperatur von etwa 540° überschritten wurde, sehr stark vermehrte Kohlenstoffabscheidung. Je nach Lage der Temperatur konnte diese Kohlenstoffabscheidung im oberen, mittleren oder unteren Teil des Ofens beobachtet werden.

Da im Gegensatz zu den Laboratoriumsversuchen die Reduktion des Kontaktes nach der Ausbrennung nicht mit dem reinen Wasserstoff-Stickstoff-Gemisch und die Ausblasung nicht mit trockenem Stickstoff vorgenommen war, wurde eine Schädigung des Kontaktes durch Verunreinigung der Ausblasgase und Reduktionsgase vermutet. Durch Untersuchung im Laboratorium und in der LT-Anlage konnte reproduzierbar die ^{Wasserschädigung} ~~Wasserschädigung~~ durch wasserhaltige bzw. wasserbildende Gase festgestellt werden. Wassergeschädigte Kontakte steigern bei normalen Fahren mit trockenen Gasen ihre Aktivität wieder bis auf den Anfangswert, falls keine zu starken bzw. zu langen Schädigungen vorlagen. In der LT-Anlage wurden entsprechende Vorrichtungen angebracht, um diese Fehlerquellen auszuschließen. Es scheint ein voller Erfolg der Maßnahmen zu erwarten zu sein.

Für die konstruktive Durcharbeitung der Großanlage wurden Luftwiderstandsmessungen an verschieden weiten verschieden hoch mit Kontakt gefüllten Rohren vorgenommen, bei denen auch durch Wechsel der Gase der Einfluß der Gedichte erfaßt wurde. Weiterhin wurde festgestellt, daß die Ausblasung des Benzins aus dem Reaktor nach Schluß der Reaktion statt mit Stickstoff in gleich guter Weise mit Wasserstoff erfolgen kann. Das ergibt für die Großanlage eine einfachere Schaltung in der Kondensation.

Kontaktherstellung für Aromatisierung. (Dr. Rottig)

Es wurde festgestellt, daß aus dem Aluminiumoxydhydrat des Salzbetriebes sowie aus einem Rehtonerde genannten Produkt durch Aufschluß mit KOH und Füllen mit CO₂ einwandfreie Kontakte herstellbar sind. Die Rehtonerde ist uns von der Verkaufsvereinigung der Aluminiumwerke geliefert worden. Es ist ein Zwischenprodukt von einem neuen von Ton ausgehenden Verfahren zur Herstellung von Aluminiumoxyd und wird etwa ab Ende März in beliebigen Quantitäten verhältnismäßig preiswert zur Verfügung stehen. Aus Aluminiumnitrat gewonnene Kontakte erwiesen sich als inaktiv. Kontakte, die bei 700, 800 und 900° 2 Stunden getempert wurden, ergaben einen Abfall der Aktivität auf fast die Hälfte. Die Kohlenstoffbildung war gesteigert.

3.) Katalytische Spaltung. (Dr. Silly). (Stuhlpfarrer).

Wie im vorigen Monatsbericht mitgeteilt, zeigten die in der halbertechnischen Anlage durchgeführten Spaltversuche einen höheren Kohlenstoffverlust, der auf die Innenausmauerung des verwendeten Spaltrohres zurückgeführt wurde. In dem neuen, nicht ausgemauerten Ofen sind die Kohlenstoffverluste, wie erwartet, in Fortfall gekommen. Gleichzeitig hat sich eine gewisse Steigerung besonders der erwünschten C₄-Fraktion ergeben. Z. Zt. werden in der Spaltanlage größere Mengen C₃-, C₄- und C₅-Fraktionen und Benzin hergestellt, um eine Reihe von Fliegerbenzin-Typen bzw. Grundbenzinen für Fliegerbenzin in die Hand zu bekommen

und motortechnisch näher untersuchen zu können. Außerdem sollen die verschiedenen Fraktionen des AK-Benzins bis herauf zum Paraffin auf ihr Verhalten bei der katalytischen Spaltung näher geprüft werden.

Bei der Entwicklung der Spaltkontakte wurden eine Reihe von Zusätzen ausprobiert. Ein Molybdensatz gab 90 - 95 % Umwandlung, wovon aber etwa 30 % Kohlenstoff waren und 27 % unkondensierbare Endgase mit sehr hohem Wasserstoffgehalt. Ein Bariumoxyd-Zusatz ergab Umwandlungen von 62 % bei 64 % Gas, 34 % Benzin und 2 % C. Das Gas war auch ohne Wasserdampfzusatz sehr olefinreich. Ein Magnesiumoxydzusatz ergab etwas geringere Spaltung und statt 80 % 56 % Olefine unter sonst gleichen Bedingungen.

4.) Isomerisierung (Spiske).

Bei den weiteren Versuchen mit Borylphosphat zeigte sich, daß bei Behandlung der Bensinfraktionen mit dem Borylphosphat die Aktivität des Kontaktes sehr schnell verloren geht, und zwar durch Abscheidung eines weißen, paraffinartigen Produktes, das durch Überleiten von Gasolen unter Polymerisationsbedingungen auswaschbar ist.

Nach-Prüfung der selektiven Polymerisation nach ^{Waller} Bataef.

Es sollten die von ^{Waller} Bataef veröffentlichten Versuche über selektive Polymerisation von iso-Butylen an Al_2O_3 -Kontakten unter Zugabe von gasförmiger Salzsäure nachgeprüft werden. Trotz Anwendung der verschiedenartigsten Aluminiumoxyde konnten bisher bei den von ^{Waller} Bataef beschriebenen Bedingungen keinerlei Polymerisationen beobachtet werden.

5.) Destillationskolonne (Schmits).

Für die Untersuchung der Fraktionen, die für die LF-Anlage erforderlich sind, wurde eine besondere Destillationskolonne entwickelt, die neuerdings mit automatisch nach dem Kopfprodukt sich regelnden Manteltemperatur der Kolonne arbeitet und 60 cm³ reines Destillat gibt. Die Kolonne hat eine Wirksamkeit von etwa 30 theoret. Blöcken / Vol.

6.) Schmieröleentwicklung (Clar).

Über das Verhalten der verschiedenen Fraktionen eines Schmieröles sind in einem Sonderbericht Mitteilungen gemacht worden, ebenso über das Verhalten eines nachbehandelten Öles mit Inhibitorenzusatz bei einjähriger Lagerung. Die Anwendung von Phenthiasin auf die verschiedensten Öltypen ergab bisher keinerlei Rückschlüsse hinsichtlich der erreichten Alterungsfestigkeit, ebenso erwies sich in den meisten Fällen β -Thio-Naphtol als günstig auch einige andere Inhibitoren, die praktisch die gleiche Wirksamkeit haben, wurden aufgefunden. Es wurde weiterhin gefunden, daß man auch nur durch Schwefel zu einem guten Öl gelangt, wenn man den Schwefel in Gegenwart von Aluminiumchlorid-Zusatz 3 Std. bei 170° erhitzt, dann entchlort und nach dem Entchlören 4 weitere Stunden auf 460° erhitzt, darauf destilliert. Bei den so hergestellten Ölen ist der Geruch gut, der Kupfertest bei strengen β -Bedingungen = 1 und die Alterungseigenschaften vorzüglich. In der vom Ölbetriebe gelieferten oberen Schicht wurden bei Siedetemperaturen von etwa $230 - 270^{\circ}$ Stockpunkte von -11° gemessen, die ffaglos auf unvollkommene Fraktionierung in der Kolonne der Dabbs-Anlage wahrscheinlich durch eine gewisse Überbelastung infolge sehr hoher Dampfsugabe zurückzuführen sind. Diese Paraffinmengen stören bei der Verwendung des Schmierölvorlaufes als Flugdieselöl wegen des zu hohen Stockpunktes.

7.) Flüssigphasensynthese.

Die Flüssigphasensynthese wird weitergeführt. Es zeigt sich aber trotz Zugabe von 3 % Kontakt pro Tag allmählich Abfall der Kontaktaktivität. Besonders auffallend war dieser Abfall bei steigenden Drucken. Wir vermuten, daß es sich hier um Schädigungen des Kontaktes durch Eisenseifen handelt, die in der Flüssigphase viel eher an den Kontakt herangelangen können als bei der Dampfphasensynthese. Nähere Untersuchungen hierüber sind im Gange.

005291

8.) Alkoholsynthese (Dr. Schrieber).

Als vorbereitende Arbeiten für die Alkoholsynthese wurden Zinkoxyd-Chromoxyd-Kontakte hergestellt und auf ihre Aktivität durch Spaltung von Methanol untersucht. Weiterhin wurde mit dem Aufbau einer Hochdruckapparatur begonnen, in der der Aufbau von höheren Alkoholen aus Kohlenoxyd-Wasserstoff-Gemischen und Olefinen untersucht werden soll.

