

Streng vertraulich.

Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holtten
Abt. HL - Tr/Beh.

Oberhausen-Holtten, den 17. Juli 1939.

Gekretariat Hg.

Eingang: 17.7.1939

Lfd. Nr.: 2115

Beantw.: 7

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

Betr.: Tätigkeitsbericht des Hauptlaboratoriums
Monat Juni 1939.

1.) Schmierölverbesserung. (Clar)

In Verfolg der Arbeiten zur Herstellung eines beson-
deren stabilen Öles für die Feininstrumente der Fa. Zeiss,
das durch Nachbehandlung mit $AlCl_3$ und anschließender
Hydrierung erzeugt werden sollte wurde Niederdruckhydrie-
rung durchgeführt, während Nickelformiat sowohl im Öl
wie für sich mit H_2 reduziert praktisch keine katalytische
Wirkung zeigt, konnte durch Anwendung eines Mischkontaktes
aus Ni - Mn - Al_2O_3 auf Kieselgur in 24 Stunden bei 200°
die Jodzahl auf 37 gesenkt werden. Eine Besprechung mit
Dr. Smakula, Zeiss ergab in der Zwischenzeit, dass im
Gegensatz zu früheren Versuchen von Zeiss in Überein-
stimmung mit unserer Anschauung nunmehr auch bei Zeiss er-
wiesen ist, dass die Hydrierung die Alterungseigenschaften
der nachbehandelten Öle nicht verbessert, sondern eher
verschlechtert.

Da bei der Nachbehandlung im Schmierölbetrieb die
Abscheidung des Asphalts Schwierigkeiten bereitete,
versuchten wir die bei der Nachbehandlung entstehenden
asphaltierten Kontaktölannteile filtrierbar zu machen. Dies
gelang durch Zugabe von Granosil und Erhitzen der Öle auf
 235° . Das entstehende Öl hat eine gute Farbe, niedrige
Jodzahl und ist Sauerstoffstabil. Das Kontaktöl wird in
eine sandige leicht filtrierbare, transportier- und ^{ver-}brenn-
bare Form übergeführt.

Abschliessende Versuche, mit Schwefelsäure unsere
Öle zu verbessern, zeigten, dass 90 %ige Säure bei 20, 40,
60 und 80° weder die Jodzahl noch den Sauerstofftest beein-

flusst. 95 %ige Säure, 2, 5 und 10 Stunden bei -50° angewendet erniedrigt die Jodzahl von etwa 70 auf etwa 50 und steigert die Ausgangsviskosität um etwa $1 - 2^{\circ}$ F. Eine Sauerstoffetabilisierung tritt nicht ein.

Die von uns entwickelte Alterungsmethode wurde, um Anschluss an die Motorresultate zu bekommen, näher untersucht. Die Methode gibt den Verlauf der Induktionsperiode ausgezeichnet wieder, der sonst bei anderen Alterungsmethoden schwer fassbar ist. Einen Unterschied zur Alterung der Öle im Motor gibt die Methode bei Anwendung von Sauerstoff und Temperaturen von 140° , d.h. so wie sie normaler Weise ausgeführt wird, einen Eingriff der einer Motoralterung nach etwa 10 - 12 stündigem Lauf entspricht, bei der aber der Anstieg der Verseifungszahl dem Anstieg der Viskosität voreilt. Auch bei längeren Alterungen unter anderen Temperaturbedingungen und selbst bei Verwendung von Luft zeigt sich immer ein Voreilen der Verseifungszahl, verglichen mit einer gleichen Viskositätserhöhung bei der motorischen Alterung. Es sind Versuche im Gange, die Öle mit Motorabgasen zu altern.

2.) Aromatisierung. (Kolling, Rottig, Petri).

a) Labor-Versuche.

Der mit 100 - 200° Fraktion laufende Dauerversuch erreichte ohne jede Kontaktschädigungen 1000 Reaktionsstunden. Er wird weiter gefahren. Im 2. Dauerversuch, in dem erst C_7 -Fraktion zwecks Toluolherstellung aromatisiert wurde, wurde auf C_6 -Fraktion und später auf C_8 -Fraktion umgestellt. Bei sonst gleichen Bedingungen gibt C_6 ca. 26, C_7 42 und C_8 55 Vol% Aromaten im Flüssigprodukt. Es wurde eine Reihe von Kontakten, die mit verschiedenen Kalsinierungstemperaturen hergestellt waren, auf Aktivität geprüft. Es wurden eine Reihe von Leerrohrversuche durchgeführt, um den Einfluss des Rohrmaterials näher kennen zu lernen.

b) halbertechnische Versuche.

Nach dem die prinzipielle Brauchbarkeit der Kon-
Durchschrift

tektlagerung zwischen wärmespeichernden Material erwiesen war, laufen nunmehr Versuche, um eine vollbefriedigende Ausführung des Kontaktraumfüllmaterials zu finden. Voraussichtlich werden Sillimanitlochsteine mit Zwischenausgleichsräumen verwendet werden. Die bisher vorgeschlagene Konstruktion der Kontaktkammern mit zwischengeschalteten Wärmeaustauschern ist bei der näheren Durchkonstruktion fallen gelassen worden und wird durch eine regenerative Anordnung ersetzt werden, bei der die Kammern von oben und unten gelassen werden. Die Ausschachtungsarbeiten für den Bau der LF - Anlage sind in Angriff genommen.

Katalytische Spaltung.

1.) Versuche Dahm.

Die Spaltung unter Zusatz von Wasserdampf, sodass Partialdruck der KW-Stoffe von nur ca. 30 mm Hg vorlagen. Über Granosil-Borylphosphatkontakte ergaben:

- 1.) ein Benzin - Gasverhältnis von etwa 40 : 60;
- 2.) ca. 80 % polymerisierbare Ungesättigte im Gas;
- 3.) lange Laufzeiten der Katalysatoren ohne Ausbrennung;
- 4.) mit gleichen Resultaten aufspaltbare Rückstände;
- 5.) ca. 50 - 60 % Aufspaltung bei einmaligen Durchgang.

Die nähere Untersuchung der niedrig siedenden polymerisierbaren Spaltprodukte ist noch nicht abgeschlossen. Wir haben zur Zeit eine der modernsten Podbielniak entsprechenden ausserordentlich fein schneidende Kolonne aufgestellt, um diese Arbeiten durchzuführen. Es ist nicht notwendig, besonders die C_4 -Fraktion weitgehend zu unterteilen und auch die entstandene C_5 Mengen genau zu erfassen. Wir glauben, mit dieser Arbeitsweise zu-mindest für Kogasin bessere Resultate zu erzielen, als die amerikanischen Verfahren sie erreichen.

2.) Versuche Kolling.

Die Versuche laufen als Vergleichsversuche zu den Dahm'schen Arbeiten.

KW-Synthese / Flüssigphase-Synthese. (Dahm)

Die Flüssigphase-Synthese mit Kühlung durch Verdampfung ergab weiterhin äusserst niedrige Methanbildung. Durch kontinuierliche Auswechslung des Kontaktes konnte die Kontaktaktivität gleich gehalten werden. Die Kühlung mit Wasser oder Benzin ergab vorläufig keinen wesentlichen Unterschied in der Kontakthaltbarkeit. Es ist eine Apparatur im Bau mit wesentlich besserer Gasverteilung.

Bei Versuchen zur Bildung leicht siedender KW-Stoffe im Dünnschichtkontaktofen konnten 80 % KW-Stoffe unter 200° siedend erzielt werden. Von diesen 80 % waren 50 % Gasol und zwar überwiegend C₄ KW-Stoffe mit 80 % Ungesättigten. Hier dürften sich vielleicht Möglichkeiten ergeben durch Einschaltung von Isomerisierungskontakt interessante Kombination zu finden.

Polymerisation (Spiske).

Die selektive Polymerisation von iso-Butylen in Gegenwart von C₂ und in Abwesenheit von C₃ wurde näher untersucht, führte aber zu ganz gleichen Resultaten, was von der UOP zu mindest sehr bezweifelt worden war. In der Kontaktwerkstatt zur Herstellung von Polymerisationskontakt wurden ca. 150 l Kontakt hergestellt. Die Aktivität des Kontaktes scheint vollbefriedigend zu sein. Die Herstellung ist sehr einfach.

Acetylen-Ofen. (Ledineg)

Das im Acetylenofen eingebaute Bamag-Ventil, das unter sehr schwierigen Bedingungen arbeitet, bewährte sich bislang gut. Die alten Heizleistungen im Ofen sind

zur Zeit nicht wieder zu erreichen. Es wurden Entspannungsversuche mit Acetylen gesättigtem Wasser durchgeführt, ohne das für die Entspannung notwendige Vakuum festzulegen.

Entwicklung einer Destillationskolonne zum Teil nach Angaben aus der Literatur, zum Teil nach Daten, die aus amerikanischen Laboratorien von Frann angegeben worden waren, zum Teil, besonders in der Automatik, nach eigener Konstruktion. (Stuhlpfarrer / Petri).

Die Kolonne ist als grundlegend wichtiges Analysengerät für die Untersuchung der katalytischen Spaltung und Isomerisierung unerlässlich. Nach den bisher vorliegenden Daten dürfte sie im Bereich der C_4 -Fraktion sowohl die verschiedenen Butylene wie Butane zu trennen gestatten. Die Trennung zwischen C_3 und C_4 bzw. C_4 und C_5 ist ausserordentlich scharf.

Von Stuhlpfarrer wurden ferner Versuche zur Isomerisierung von Butan und Heptan durchgeführt. Eine Kontaktprüfapparatur für katalytische Spaltung wurde angefahren.

Dehydrierung von C_3 - C_4 . (Schieber)

Die Dehydrierungsversuche ergaben, dass bei den von uns verwendeten Kontakt^{an}temperaturen über 580° keine Vorteile mehr bieten, sondern im Gegenteil zu Zerstörung der Kontakte führen. Es konnten bei einem Vakuum von ca. 400 mm bis zu 35 % des Propans und Butans dehydriert werden.

Speitmann.

Die Versuche Äthylen bei hohen Temperaturen und niedrigen Drucken in Gegenwart von Benzol zu polymerisieren ergaben vorläufig noch keine brauchbaren Ergebnisse. Die Vakuumspaltung von Dieselöl zur Herstellung von Äthylen wurde in Richtung der Abhängigkeit von der Höhe des Vakuums untersucht. Es scheint möglich zu sein, statt der bisher verwendeten 100 mm Drucke auf 200 mm zu gehen, wodurch

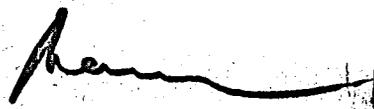
Durchschrift

005389

Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten

- 6 -

sowohl anlagekostensmässig wie energetisch bei Erstellung einer
technischen Anlage grosse Ersparnisse zu erzielen wären,

A handwritten signature in black ink, appearing to be a cursive name, possibly 'Herrmann' or similar, written across the middle of the page.