

den 8. Juni 1939

005331
Streng vertraulich.

Herrn Professor Martin,
" Dr. Hagemann. ✓

Sekretariat Hg.	
Eingang:	10. 6. 1939
Lfd. Nr.:	1984
Beantw.:	/

Betr.: Tätigkeitsbericht des Hauptlaboratoriums
Monat Mai 1939.

1) Schmierölerbesserung. (Glar)

Nach den vorliegenden Motor-, Labor- und ^{Alterungs-} BV-Versuchen kann man einwandfrei sagen, dass unbehandeltes Öl so stark verdickt und in der Verseifungszahl heraufgeht, wobei Motorversuch und Oxydationstest übereinstimmen, dass trotz des etwas besseren Verhaltens hinsichtlich ring sticking gegenüber nachbehandelten Ölen, eine Nachbehandlung durchgeführt werden muss. Die im Grossbetrieb hergestellten Öle sprechen auf die Aluminiumchloridnachbehandlung gut an. Schwierigkeiten im Grossbetrieb bereitet bisher das Festwerden der Nachbehandlungssphalte. Es erscheint möglich, durch Nachbehandeln mit reinem Aluminiumchlorid und Zugabe von einem Kontaktöl nach Abschluss der Nachbehandlung diese Schwierigkeit ohne sonstige Nachteile zu umgehen. Weiterhin ^{bei} steigen übereinstimmend die guten Resultate im Motorversuch RGH und Laboroxydationstest von unbehandelten Ölen, die mit β -Thionaphthol versetzt sind. Eine weitere Übereinstimmung zwischen Labor- und Motortest ergibt sich im wesentlichen für die mit $AlCl_3$ nachbehandelten Öle, die nach beiden Methoden gute Resultate geben. Für andere Inhibitoren und Nachbehandlungsmethoden ergeben sich Differenzen zwischen Labor- und Motormethode, die wahrscheinlich auf die Wirkung von die Oxydation katalytisch beschleunigendem Abrieb im Motorversuch zurückzuführen sind.

Es wurde eine Reihe von Ölen für den Benzolverband und den Motorversuch hergestellt. Ferner wurde der Einfluss der Entchlorung auf die Sauerstoffstabilität untersucht. Eine Verbesserung des Sauerstofftestes scheint unter diesen Bedingungen keinesfalls einzutreten.

Es wurden weiter Schweflungsversuche durchgeführt ^{und} über die bisher erhaltenen Resultate herauszukommen d.h. ^{als} ^{Beleg}
Durchschrift

bisher nicht gelungen, die Oxydation verhindernde Wirkung des Schwefels bei gleichzeitiger Schwefelfestigkeit gegen Kupferblech bei den scharfen Bedingungen des BV zu erreichen.

2) Aromatisierung. (Kolling, Rottig, Petri)

Es wurden weitere 10 kg Toluol fertiggestellt. Versuche zur Umsetzung der Hexan- und Oktanfraktion wurden begonnen. Es wurden Versa Dauerversuche für die Prüfung der Kontakthaltbarkeit bis 1100 h durchgeführt. Der Kontakt zeigt in dieser Zeit noch keinerlei Ermüdungserscheinungen. Der Ersatz des Aluminiumoxyds durch Lanthanoxyd als Trägermaterial ergab verbesserte Kontakte.

Im halbtechnischen Betrieb zeigte sich, dass die von uns für den Grossbetrieb gewählte Anordnung der Lagerung des Kontaktes in wärmespeicherndes Material gut durchführbar ist und eine technisch gut beherrschbare Temperatur ergibt. Die Regelung dieser Temperatur durch entsprechendes Blasen während der Ausdampfperiode ist allerdings notwendig, da keine Selbststabilisierung vorliegt. Im halbtechnischen Betrieb wurde weiter festgestellt, dass eine vermehrte Kohlenstoffabscheidung stattfindet, die fraglos an den heissen Eisenrohren der Vorwärzone erfolgt. Es müsste hier inaktives Material (Siormal) verwendet werden, wie es für die LT-Anlage vorgesehen ist.

Die Frage der Aufarbeitung der Aromatenkontakte wurde näher studiert. Es gelingt durch trocknes Erhitzen der Kontakte in Mischung mit Soda bei ca. 1000° , das Aluminiumoxyd quantitativ löslich zu machen. Das zurückbleibende Chromoxyd in Mischung mit Manganoxyd und Nickeloxyd kann dann durch längeres Einwirken von Salpetersäure gleichfalls praktisch quantitativ in Lösung gebracht werden. Das Aluminium kann aus der Aluminatlösung durch CO_2 ausgefällt werden, die Nitrate können eingedampft werden. Es kann somit leicht der gesamte Kontakt wieder praktisch verlustfrei reaktiviert werden.

3) KW - Synthese. (Dahm)

Es wurde eine Reihe von Kontakten mit vorgereinigter Kieselgur hergestellt, und zwar wurde die Gur in verschiedenster Weise mit Salpetersäure extrahiert. Ferner wurden Salzsäureextraktionen vorgenommen. Es wurden auch Kontakte der Katorfabrik

die aus mit Salpetersäure vorbehandelter Kieselgur hergestellt werden, einer Dauerprüfung unter Normaldruck unterzogen. Es wurde dabei beobachtet, dass je eisenfreier die Kontakte sind umso schwieriger ihre Reduzierbarkeit ist. Ferner wurde festgestellt, dass das Öl aus den mit Salzsäure extrahierten Kontakten schlecht auswaschbar ist, ebenso, dass bei den extrem extrahierten Kontakten die Aktivität stark nachlässt. In der Synthese wurde beobachtet, dass die Verringerung des Eisengehaltes wie zu erwarten in eine Verringerung der CO_2 -Bildung, die aber nach unserer Auffassung vom Ausbeutestandpunkt aus bedeutungslos ist, sich auswirkt. Die Methanbildung war praktisch die gleiche wie bei nicht gereinigten Kontakten normaler guter Guren. Auch die Umsetzung war praktisch dieselbe.

Die Versuche der Flüssigphasenumwandlung unter Abführung der Reaktionswärme wurden fortgeführt, indem Butan als verdampfende Flüssigkeit angewendet wurde. Vorläufig ergibt sich noch ein zu schnelles Absterben der Kontakte. In den ersten Tagen arbeitet allerdings die Synthese praktisch ohne Methanbildung. Wir führen das Absterben der Kontakte auf noch nicht ausreichende Reinheit der Apparatur zurück und werden die Versuche entsprechend weiter führen. Ein synthetisch hergestellter Kontaktträger, der vollkommen eisenfrei war, ergab etwas geringere Methanbildung und scheint gute Umsetzung in einer Stufe zu ergeben.

Die Versuche zur Herstellung von C_4 -Kohlenwasserstoffen wurden in Dünnschichtkontaktöfen durchgeführt. Es wurden 30 - 40 % Gasole, die fast nur aus C_4 bestehen, und 40 - 50 % Benzin erhalten, sodass nur etwa 20 % Dieselöl und Paraffin entstehen. Bei hoher Umsetzung konnte trotz der hohen Gasolbildung die Methanbildung auf 10 - 12 % der Umsetzung von CO gesenkt werden.

4) Isomerisierung. (Dahn)

Eine C_4 -Fraktion mit 50 % Olefinen ergab bei 300° unter Atmosphärendruck bei einmaligem Durchgang bis zu 40 % der Olefine als Iscolefins. Wie weit auch die Paraffine isomerisiert waren, wird zur Zeit untersucht.

Eine derartig vorisomerisierte Fraktion ergab Benzine, die nach vollständiger Hydrierung nach Zugabe von 0.9 Blei 102 Motoroktan ergaben. Mischungen von Gracosil und Borylphos-

phat scheinen recht günstige Crackkatalysatoren zu sein. So konnten bei ca. 50 % Cracking bis zu 82 % Olefine im Crackgas erreicht werden, die praktisch nur aus C₃- und C₄-Kohlenwasserstoffen bestanden, und zwar waren gewichtsmässig zwischen 60 und 70 % C₄-Kohlenwasserstoffe vorhanden, die zu 1/3 aus iso-Butylen bestanden.

5) Dehydrierung. (Schröber)

Bei der Dehydrierung von Propan- und Butangemischen zeigte sich, dass bei fallender Temperatur ziemlich schnell die Propylenausbeute gegenüber der Butylenausbeute absinkt d.h. zur Erreichung einer gemeinsamen günstigen Dehydrierung ist es notwendig, bei Temperaturen von ca. 600° zu arbeiten. Die Anwendung von Vakuum erwies sich als vorteilhaft, es wurde bei Unterdruck von etwa 1/2 Atm gearbeitet. Es konnte dabei bis etwa 40 % Dehydrierung in einmaligem Durchgang erreicht werden. Da die UOP bei Normaldruck mit den anscheinend wesentlich schlechteren UOP-Katalysatoren ca. 20 % Umwandlung erreicht, würde das bedeuten, dass das Recycle-Verhältnis und damit der Gas-, Dampf- und Kraftbedarf für die Dehydrierung wesentlich verringert werden könnte. Es wurden vorbereitende Arbeiten für die Oxydation von Paraffin-Kohlenwasserstoffen durchgeführt.

6) Polymerisation. (Spiske)

In einer C₃-C₄-Trennkolonne in der Versuchshalle wurden ausreichende Mengen C₃- und C₄-Fraktion aus P.T.-Gasolen hergestellt, um eine gründliche Untersuchung der Polymerbenzine aus diesen Fraktionen durchführen zu können. Die Polymerisation von C₅-C₆-Ungesättigten wurde untersucht, ein Bericht ist z.Zt. in Abschrift. Die Resultate waren günstig. *siehe ergänz. Anlage*

7) Isomerisation. (Stahlpfarrer)

Die Isomerisation von Heptan mit Eisenchlorid gelang nicht. Bei 250 - 375° wurde eine schwache Isomerisation zu 2-Methyl-Hexan über den sonst für die Aromatisierung gebrauchten Kontakten bei Einsatz von n-Heptan beobachtet. Bei der Behandlung von n-Heptan bei 200° im Autoklaven mit Aluminiumpulver und Salzsäure trat eine vollkommene Spaltung in 20 % Propan, 35 % iso-Butan, 15 % n-Butan, 5 % iso-Pentan, Hexan, Heptan auf.

005335

Die BV-Kolonne wurde wesentlich verbessert, sodass mit der verbesserten Kolonne eine einigermaßen brauchbare Trennung von iso- und n-Butan durchführbar ist. Weitere wesentliche Verbesserungen werden auf Grund der von Herrn Dr. Tramm mitgebrachten Angaben aus Amerika eingeführt .

8) Vakuumpaltung. (Speitmann)

Die Vakuumumsetzung von Äthylen zu Benzinen wurde weiter untersucht.



X
Ergänzung zum

Tätigkeitsbericht des Hauptlaboratoriums Monat Mai 1939
Seite 4, Abschnitt 6 : Polymerisation.

... durchführen zu können. Dabei wurden alle wesentlichen Daten der hydrierten und unhydrierten Polymerbenzine festgelegt. Die Wirksamkeit von UOP-Inhibitoren auf Polymerbenzine wurde studiert, ein Bericht liegt vor. Die UOP-Inhibitoren weisen ausgezeichnete Wirksamkeit auf. Wir sind z.Zt. damit beschäftigt, eine Analyse der Inhibitoren durchzuführen.

Die Polymerisation von C_5-C_6 -Ungesättigten wurde untersucht, ein Bericht ist z.Zt. in Abschrift. Die Resultate waren günstig.