

095364

den 16. Januar 1939.

Abt.HL.-Tr/Rtz/Schf.

Streng vertraulich !

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

Sekretariat Hg.

Eingang: 18.1.1939

Lfd. Nr.: 1425

Beantw.: _____

Betr.: Tätigkeitsbericht des Hauptlaboratoriums
Monat Dezember 1938.

1) Schmierölnachbehandlung (Clar)

Die Nachbehandlung mit Aluminiumchlorid wurde in der Vordergrund gestellt, da die Schwefel-nachbehandelten Öle im Schwefeltest und Geruch dem Benzolverband nicht genügten. Der Stand ist zur Zeit so, dass die Wirkung der Nachbehandlung doch verhältnismässig stark von der Qualität der Einsatzöle abzuhängen scheint. Besonders günstig verhalten sich anscheinend Öle, die aus verhältnismässig hoch siedenden Benzinfraktionen hergestellt sind, und ungünstiger solche mit Verwendung grosser Anteile Tiefsiedender bei der Polymerisation. Besonders vorteilhaft scheint nach den bisher vorliegenden Versuchen die Nachbehandlung nicht des fertigen Öles, sondern der gesamten oberen Schicht unmittelbar nach der Synthese zu sein. Bei Ölsynthesen aus über 90° siedenden Crackbenzinanteilen wurden bei Nachbehandlung der oberen Schicht 95% Ölausbeute von ausgezeichneter Stabilität erhalten.

Die Kombination von Granusil bzw. Aluminiumchlorid-Nachbehandlung mit Inhibitoren wird weiter geprüft. Es wurden einige wirksame Inhibitoren gefunden, so beispielsweise para-Thiokresol und 3-Thionaphthol. Aromat

2) Aromatisierung. (Kolling, Rottig)

Mit Magnesium-Chromoxyd-Kontakten traten im halbtechnischen Betriebe Schwierigkeiten infolge Staubbildung der Kontakte auf. Der ursprünglich senkrechte halbtechnische Ofen war daher in einen wagerechten umgewandelt worden, in dem aber in den letzten Monaten nicht die gewünschten und im Laboratorium beobachteten Umsetzungen erzielt werden konnten. Aus diesem Grunde musste nach der Bau der halbtechnischen Anlage zurückgestellt werden.

Mit Aluminiumoxyd-Chromoxyd-Kontakten gelang es, ein sehr hartes staubfreies Korn zu erzeugen, das den Übergang zum senkrechten Ofen wieder gestattete. In einem 2 m hohen Ofen von 30 mm ϕ , der mit Umwälzgas beheizt war, konnten die Laborresultate nunmehr durchaus bestätigt werden. Bei 40% Aromatengehalt wurden mit den neuen Kontakten und senkrechten Ofen 90% Flüssigausbeute und bei 60% Aromatengehalt 80% Flüssigausbeute aus der 100 - 200° Fraktion erhalten. Es gelingt durch bestimmte Zusätze (Kobalt, Thorium, Nickel, Mangan) die Aluminium-Chromoxyd-Kontakte noch zu aktivieren. Die Kontakte arbeiten bei verhältnismässig niedrigen Temperaturen. Ein Kontakt ist zur Zeit ca. 14 Tage in Betrieb und zeigt noch keinerlei nachlassen.

Die Aromatisierungsarbeiten teilen sich auf in

- 1) halbtechnische Versuche,
- 2) Dauerversuche,
- 3) Kontaktprüfungsarbeiten.

3) Versuche zur katalytischen Crackung. (Kolling, Rottig)

Es wurden erste orientierende Versuche der katalytischen Spaltung der Dieselölfraction bei 490° durchgeführt. Das zwischen 30 und 165° siedende Benzin hatte bei einem Olefingehalt von ca. 30 % eine Oktanzahl von 87, nach erfolgter Hydrierung eine solche von 70 (Motorenmethode), die nach Blezusatz auf 89 (Motorenmethode) heraufging. Benzinqualität, Gasanfall und sonstiges Verhalten entsprechen etwa den amerikanischen Erfahrungen, auch hinsichtlich des iso-Buthylengehaltes.

4) Druckkreislaufversuche (Dahn).

Der nunmehr seit 6 Monaten in Betrieb befindliche Ofen liefert z.Zt. 115 - 120 g/m³ Idealgas an nutzbaren Produkten bei 65 % Umsatz. Der Kontakt bildet 6 - 7 % CH₄ und 2 - 3 % C₂H₆ gerechnet auf umgesetztes Gesamt-CO + H₂. Er bildet fast gleiche Teile Gasöl und Benzin. Das Benzin hat 70 % Olefine, bis 200° gehen 85 % der gesamten Kohlenwasserstoffe über. Die Gasöle haben folgende Zusammensetzung:

- 1.2 % iso-Buthylen
- 70 - 72 % Buthylen und Propylen
- 7 - 8 % Äthylen
- 20 % C₃ und H₄- Gesättigte

5) Gasaufspaltung von Kogasin.

1) Katalytisch (Dahm).

Die Spaltung von Dieselöl wurde durchgeführt, um ein Maximum von polymerisierbaren Gasen zu erhalten. Bei ca. 500° wurden an Granusilkkontakten, die mit kleinen Mengen verschiedener Metalle aktiviert waren, mit etwa 66 % Gasausbeute bezogen auf aufgespaltene Produkte im Gase 80 % Ungesättigte und 20 % Gesättigte erhalten. In den Ungesättigten waren nur 8 Volumteile Äthylen, der Rest bestand aus Propylen und Butylen. An einem Phosphorsäurekontakt konnte eine gewisse, allerdings noch sehr kleine Umwandlung von n-Butylen in iso-Butylen bei geringen Partialdrücken beobachtet werden.

2) Unkatalytisch (Speitmann).

Das bei der Vakuumspealtung von Dieselöl bei 700°C und 100 mm Hg unter hoher Gasbildung erhaltene Leichtbenzin kann sowohl für sich wie auch in Mischung mit Dieselöl im Anfallverhältnis weiter zu gasförmigen Produkten aufgespalten werden. Die Anwendung von Sicromalrohren, die für die halbtechnischen Versuche vorgesehen wurden, ergab keine Änderung des Spalt-effektes gegenüber den früher verwendeten Pythagorasrohren.

Die Rückführung des bei der Vakuumspealtung entstandenen Äthylens mit dem Dieselöleinsatz in die Spaltapparatur ergibt eine thermische Anlagerung bzw. Polymerisation des Äthylens, die sich in einer Erhöhung des spezifischen Gewichtes sowohl des Benzins wie auch des Ölanfalles zu erkennen gibt.

6) Polymerisation von Äthylen (Spiske).

Die Versuche zur Polymerisation von Äthylen über Phosphorkontakten unter Zugabe von schwerer siedenden Kohlenwasserstoffe Zwecks Erzielung des notwendigen Kontaktwasch-effektes haben noch zu keinem klaren Bilde geführt.

7) Isomerisierung in Gegenwart von $AlCl_3$ (Stahlpfarrer).

Die Versuche mit n-Oktan und n-Heptan zeigen, dass beide Verbindungen in Gegenwart von Aluminiumchlorid bei gleichzeitiger Anwendung von Salzsäure mit recht hoher Geschwindigkeit isomerisiert werden. Borfluorid ist für die Isomerisation von n-Heptan als unwirksam gefunden worden. Die Resultate bei hydriertem AK-Benzin 100 - 150° sind noch nicht gut reproduzierbar. Es wurden zum Teil Oktanzahlsteigerungen bis zu 43 Einheiten beobachtet. Ähnliche Steigerungen wurden bei Drucksynthesebenzin festgestellt.

8) Katalytische Dehydrierung (Schieber).

Es wurden Versuche zur katalytischen Dehydrierung von n-Propan und n-Butan begonnen.

