

005376

Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holten
Abt. HL. - Tr/Rtz.

den 14. November 1938

Streng vertraulich !

Herrn Professor Martin,
" Dr. Hagemann.

Sekretariat I. g.	
Eingang:	15. 11. 1938
Lfd. Nr.:	1241
Beantw.:	/

Betr.: Tätigkeitsbericht des Hauptlaboratoriums
Monat Oktober 1938.

1) Oxydationsverbesserung des Öles. (Clar)

Nach Rücksprache mit dem Benzolverband ergab sich die Notwendigkeit, die Tests des Öles auf aktiven Schwefel über 24 h bei 150° in einem mit einem Glasschliff versehenen Gefäß durchzuführen. Unter diesen Bedingungen gaben Mineralöle keine Kupferschwärzung. Ferner forderte der Benzolverband, möglichst wieder die alte gute Farbe der Öle und weiterhin einen Oxydationstest nach Normen des Benzolverbandes herzustellen in der Form, dass in Gegenwart von Graugusstücken und Lagermetallstücken das Öl in 15 h bei 150° durch Durchleiten von 5 l Luft/h auf 50 g Öl keinen autokatalytischen beschleunigten Anstieg zeigt.

Durch Vorbehandlung mit Granusil und darauf folgendem Schwefeleinbau in der Form, dass der Schwefel in Gegenwart von Granusil in der Hitze aus einem geschwefelten Hilfsöl übertragen wird, wobei sowohl Behandlungsbedingungen wie Mengenverhältnisse und Schwefelkonzentration des Hilfsöles verändert werden können, zeigten sich die besten Ergebnisse, die allerdings nur gerade eben die ausserordentlich verschärften Bedingungen des BV zu erreichen gestatten. Die Zusätze von Inhibitoren zu Granusil behandelten Ölen zeigen in gewissen Fällen auch befriedigende Wirksamkeit, ebenso wie man durch bestimmte Behandlung der synthetischen Öle mit kleinen Anteilen Mineralöl wesentliche Verbesserungen der Oxydationsbeständigkeit erzielt. Der Einsatz des Schwefels durch Selen ergab die Möglichkeit, auch durch diesen Zusatz die Oxydationsbeständigkeit zu erhöhen. Jedoch sind bei guter Verseifungszahl, guter Farbe und gutem Oxydationstest der Geruch und der Kupfertest noch äusserst unbefriedigend.

2) Aromatisierung. (Kolling, Rottig)

a) Laborversuche.

Die systematischen Untersuchungen der Variationen von Temperatur, Einsatzmenge usw. mit C_{10} - und C_8 -Fraktion wurden fortgesetzt. Eine endgültige Klarstellung der Probleme wurde noch nicht erreicht. Als neues Moment ergab sich aus wirtschaftlichen Erwägungen die Notwendigkeit einer Verbesserung der Raumzeitausbeute. Diese Erhöhung gelingt durch Steigerung der Temperatur über 500° . Dabei steigen die Crackgasverluste an, die Flüssigausbeuten fallen. Ausserdem ist durch die gleichzeitig bedingte Verkürzung der Reaktionsperioden von 60' auf 30' bzw. 15' eine Steigerung der Ausbeute pro technische Stunde über eine Einsatzmenge von etwa 20 - 30 Vol % vom Kontaktvolumen nicht möglich.

Die Aktivitätsverminderung der Kontakte konnte auch jetzt wieder beobachtet werden. Der Aromatengehalt des anfallenden Flüssigproduktes fällt nach etwa 600 Reaktionsstunden um 10 - 15 %. Der Verlauf der Nebenreaktionen (Crackgas- und CH-bildung) bleibt dabei praktisch gleich.

Die vorherige Hydrierung des Einsatzbenzines gibt bei Magnesiumoxyd-Chrom-Kontakten keinen anderen Effekt als eine etwas geringere Aromatisierung, sie ist also überflüssig. Ebenso erwies sich der früher vermutete günstige Effekt der Trägergas-Versuche als nicht nachweisbar.

Aromatisierungsversuche von Heptan-Fractionen bei einem Druck von 100 mm Hg verliefen negativ. Es trat nur eine ganz geringe Dichteerhöhung ein.

B) Halbtechnische Versuche.

Nach Umbau der Anlage (grössere A-Kohle-Türme, elektrisch beheizter Ofen) wurden die Versuche mit einem Rohr aus Sichromal 12 von 50 mm l.W. fortgesetzt. Der Blindversuch ohne Kontakt zeigte, dass eine Kohlenstoffbildung nur in verschwindend kleinem Masse eintritt, dass andererseits aber schon etwa 75 % der später beobachteten Cracking im leeren Rohr beobachtet wurde. Die mit der Fraktion 100 - 200° durchgeführten Versuche zeigten im Gegensatz zu den Laborversuchen eine fast doppelt so grosse Bildung kohlenstoffhaltiger Produkte, was eine entsprechende Verminderung der Flüssigausbeute bedingt. Gegen Schluss des Monats wurde statt der bisher während der

Regenerierung mit N_2 durchgeführten Zwischenblasungen eine Abgaugung der Wasserstoff- bzw. Luftmengen mit der Vakuumpumpe und eine H_2 -Regenerierung mit dem Reaktionsendgas nach der A-Kohle eingeführt, um die Anlage so unabhängig vom Fremdgas zu machen. Weitere Versuche sollen zeigen, ob die beobachtete starke CH_4 -bildung durch die Rohrabmessungen bedingt sind; sie könnten auf einen Wärmestau der Ausbrennperiode zurückzuführen sein.

3) Drucksynthese. (Dahm)

Es zeigte sich bei den Druckkreislaufversuchen, dass mit Erhöhung der Strömungsgeschwindigkeit bei gleichzeitiger scharfer Herausnahme der Gasole mittels A-Kohle unter Druck, bei erhöhten Reaktionstemperaturen sich eine wesentliche Verschiebung der anfallenden Produkte erreichen lässt, so konnte bei einem Kreislaufverhältnis von ca. 1 : 4 - 1 : 5 folgende Produktenzusammensetzung erzielt werden

35 - 36 % Gasole mit 60 - 75 % Olefinen
54 - 55 % Benzin mit Siedende $210^\circ C$
65% Ungesättigten und 0.2. 52.

Ausserdem fallen an:

ca 5% Paraffin,
5 - 6% Schwerbenzin und Dieselöl,
10% gesättigte Gasole.

Die Ausbeute betrug im ca. 125 - 130 g/m^3 einschl.d.Gasole.
1-stufigen Verfahren

RK. Temperatur: 222° .

Falls man die unges. Gasole polymerisiert erhält man ca. 90% Benzin mit einer Dichte von ca. 0,705 und einer O.Z. von 74.

Nebenher wird bei normalen Bedingungen der Drucksynthese - ohne Kreislauf - ein Co-Th-Ag-Kieselgur Kontakt untersucht. Bei Temperaturen von 225° fallen überwiegend Benzinteile an mit ca. dem doppelten Gehalt an Olefinen. Dieser Kontakt soll demnächst im Kreislaufversuch betrieben werden.

In der Normaldrucksynthese wurden einige Nickel- und Eisen-Kontakte untersucht, die auf verschiedene Art hergestellt waren. Bisher konnten noch keine brauchbaren Resultate

te festgestellt werden.

4.) Isomerisierung. (Stuhlpfarrer)

Die Isomerisierung gelang vorläufig eindeutig nur mit n-Heptan, das wie schon berichtet sowohl analytisch einen Gehalt von 50 - 60 % Isomerprodukten aufwies, als auch eine Oktanzahlsteigerung von 38 Einheiten erkennen liess. AK-Benzin enger Siedeschritte, die sorgfältig hydriert waren, ergaben nur eine Oktanzahlsteigerung von 8 - 10 Einheiten. Es könnte dies daran liegen, dass diese Benzine von vorneherein eine gewisse Verzweigung aufwiesen. Ein A-Kohle-Phosphorsäure-Katalysator, der bei 200 - 350° und 100 Atm Druck versucht wurde, ergab noch keine eindeutigen Ergebnisse. Die Durchführung der Isomerisation unter Druck bei ca. 100° ergab bei Heptan praktisch die gleichen Produkte in 12 Std. wie die drucklosen Zimmertemperaturversuche nach 48 Stunden. *In den letzten Tagen wurde diese Behandlung von AK-Benzin-Fractionen bei Zimmerktemperaturen mit AlCl₃ statt mit AlBr₃ gute Oktanzahlsteigerungen erzielt.*

5.) Fliegerbenzinherstellung. (Speitmann, Spiéke)

a) Die Vakuumpaltung bei 100 mm wurde sorgfältig weiter untersucht. Es liegen nunmehr gute Übersichten über die Änderung in Abhängigkeit von Temperaturen und Aufenthaltsdauern vor. Beispielsweise wurden bei 720° Spalttemperaturen 78 % Gesamtölefin erreicht neben 10 % Kondensat ^{Benzin} und nur 9 - 10 % gesättigte Gase, die im wesentlichen als Methan bestehen. Die Unterlagen sind jetzt soweit gesichert, dass nach Klärung der Frage des notwendigen Rohrmaterials und der Frage der Aufarbeitbarkeit des bei der Spaltung anfallenden Benzinanteiles zu gasförmigen Olefinen an die Herstellung einer halbtechnischen Anlage gedacht werden kann.

b) Polymerisation. In der Polymerisation des Äthylens konnten wesentliche Fortschritte erzielt werden, und zwar durch Zugabe von Benzinfraktionen während der Äthylenspolymerisation, die in ihrer Siedelage so gemessen sind, dass sie unter den Polymerisationsbedingungen flüssig bleiben und somit den Kontakt spülen. Kuppelt man diese Massnahme mit Kreislaufführung des Äthylens und (besonder) Anwendung besonders aktivierter Kontakte, so dürfte mit Sicherheit mit einer günstigen Aufarbeitung des Äthylens zu rechnen sein.

6) Alkoholherstellung. (Spisko)

Unter Mitarbeit von Rheinpreussen wurden die günstigsten Absorptionsbedingungen durch eine grosse Anzahl von Rührversuchen festgelegt, in denen ein in seinem Aufbau veränderlicher Rührer verwendet wurde. Besonders wirksam erwies sich die Kombination eines Turborührers mit Leitblechen. Ein ausführlicher Bericht ist in Vorbereitung.

7) Lehrlingsausbildung. (Zilly)

Im Lehrlingspraktikum wurde mit den Lehrlingen der 1. Stufe die Herstellung und Nachweis von CO_2 , Absorption von O_2 aus Luft mit Pyrogallol, Filtrieren und Zentrifugieren, Gifte und brennbare Stoffe und Reinigungsmittel durchgenommen. Die 2. Stufe lernte Begriff und Ausführung von Kristallisation, Destillation, Sublimation, Schmelzpunkt, Siedepunkt, Löslichkeit und Lösungen (verd., konz., gesätt. und übersättigt). Die 3. Stufe übte nochmals Gesteinsanalysen (Kalk, Dolomit, Strontianit, Witherit, Galmei) und begann gegen Ende des Monats mit dem Nachweis von Kieselsäure und Halogen-Säuren (F' , Cl' , Br' , J' , ClO' , ClO_3' , ClO_4' , BrO_3' , JO_3').

