

den 14. September 1938.

005387

Streng vertraulich!

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

Betr.: Tätigkeitsbericht des Hauptlaboratoriums,
Monat August 1938.

1) Schwefelung des Öles (Clar).

In einer Reihe von systematischen Versuchen wurde festgestellt, dass

1. die Vulkanisationsbeschleuniger allein angewendet wirkungslos sind,
2. bei der Schwefelung des Öles ohne Beschleuniger zwar ein guter Sauerstofftest erhalten wird, das Öl aber in Bezug auf Kupfertest und Schwefelwasserstoffabspaltung beim Erhitzen nicht ausreicht,
3. bei Behandlung mit Schwefelchlorür bzw. Arsensäure-sulfid eine Verbesserung nicht eintritt,
4. bei der Mischung eines geschwefelten Öles mit einem unbehandelten Öl sich die schlechten Oxydationseigenschaften des unbehandelten Öles durchsetzen,
5. wurde festgestellt, dass bei der Schwefelung mit Beschleuniger eine ein Maximum durchlaufende Schwefelwasserstoffabspaltung eintritt,
6. erwiesen sich die mit Schwefel behandelten Öle auch über mehrere Monate als lagerfest.

Ausser diesen Versuchen wurde eine Reihe von Versuchen durchgeführt, um eindeutig zu klären, ob eine Granusilbehandlung vor der Schwefelung notwendig ist. Die Granusilbehandlung hat den Vorteil, dass der Sauerstofftest bei der auf die Schwefelung folgende, zur Erreichung einer vernünftigen Verseifungszahl notwendigen Lurgi-Destillation besser erhalten bleibt. Doch sind Andeutungen dafür vorhanden, die diese Effekte auch ohne Granusilbehandlung erwarten lassen. Eventuell erscheint es möglich,

Durchschrift

die Granusilvorbehandlung durch eine Vorbehandlung mit Zinkstaub zu ersetzen. Die bisher vorliegenden Resultate über die Schwefelung in den halbtechnischen Apparaturen haben keine Schwierigkeiten ergeben.

2) Ölsynthese. (Clar)

Neben der Schwefelung wurden Versuche durchgeführt, durch bestimmte Vorbehandlung des Crackbenzins die Synthese noch zu verbessern. Eine Behandlung mit Aluminiumspänen und Salzsäuregas dürfte hier evt. Erfolge bringen.

3) Acetylenanlage. (Kolling)

Der Ofen war ausser Betrieb. Er wurde nach den Versuchserfahrungen im Kopf umgebaut. Das Bamag-Ventil ist geliefert worden. Der Ofen soll im Laufe des Monats September wieder betriebsbereit gemacht werden.

4) Paraffin-crackung. (Gottschall)

Zur Schaffung des Vorrates an verschiedenen Benzinfraktionen wurden 3000 l AK-Benzin in verschiedene Fraktionen aufgeteilt.

Die Aromatisierungskontakte aus Magnesiumoxyd-Chromoxyd können nunmehr ohne Vakuumtrückung hergestellt werden. Die Aromatisierungsbedingungen der einzelnen Fraktionen wurden näher geprüft. Es ergab sich, dass die Crackung weitgehend zurückgedrängt werden kann. Durch Anwendung richtiger Regenerierungsbedingungen. Eine andere Möglichkeit der Hintanhaltung der Crackung lässt darauf schliessen, dass es gelingen wird, die Crackung praktisch ganz zu vermeiden.

Eine halbtechnische Anlage wurde erstellt, die recht befriedigend arbeitet. Ein zuerst eingebautes Chrom-Molybdän-Stahlrohr ergab zu hohe Gasaufspaltung, während sich ein Sicomalrohr als wesentlich günstiger erwies. Die Resultate der halbtechnischen Anlage liegen nach dem neuesten Stande noch nicht ganzuso günstig wie die Laborresultate. Es laufen Versuche, die diese Unterschiede aufklären sollen. Als besonders aufschlussreich hat sich die Verfolgung des zeitlichen Verlaufs der Ausbrennung erwiesen, sie zur Aufklärung der bisher noch teilweise ungeklärten Verluste

führen. Die Verluste hängen in quadratischer Form von der Aromatisierung ab, wobei der Proportionalitätsfaktor vom Regenerierungszustand des Katalysators, von der angewandten Fraktion und von der Temperatur abhängig ist.

5) Isomerisierung. (Stuhlpfarrer)

Nach Literaturzusammenstellung und Berechnung der Gleichgewichtslagen auf Grund der von der UOPC veröffentlichten Energien erschien es am günstigsten, bei Zimmertemperatur mit Aluminiumchlorid bzw. Aluminiumbromid zu arbeiten. Versuche, über Aluminium und Salzsäure bei höheren Temperaturen zu isomerisieren, misslingen. Aluminiumchlorid erwies sich bei Normaldruck als zu starker Spaltungskatalysator. Einen Effekt erhielten wir bei Aluminiumbromid bei Zimmertemperatur, und zwar vorläufig nicht in der Richtung, dass bei Verwendung z.B. von n-Heptan iso-Heptan gebildet wurde, sondern in der Richtung, dass niedriger und höher als Heptan siedende isomerisierte Kohlenwasserstoffe entstehen, die durch Feinfraktionierung und Bestimmung der Konstanten identifiziert werden konnten. Die Aluminiumchloridversuche bei Zimmertemperatur werden unter Druck wiederholt, um dadurch die Gasabspaltung vielleicht zu verringern. Die ganze Reaktion scheint irgendwie über Aufspaltung und Wiederezusammenlagerung zu erfolgen. Ebenso werden die Aluminiumbromidversuche bei höheren Temperaturen, bei denen wir bei Normaldruck Spaltung erhielten, unter Druck wiederholt werden. Tiefe Temperaturen verlangsamen anscheinend die Reaktionsgeschwindigkeit und setzen die Löslichkeit der Aluminiumverbindungen herab.

6) Herstellung von Fliegerbenzin (Speitmann - Dahn)

a. Spaltung von Dieselloil.

Die Hochtemperaturspaltung von Dieselloil konnte bei Anwendung eines Vakuums von ca. 100 mm bei Temperaturen von ca. 750-800° so geführt werden, dass bis zu 76 % gasförmige Olefinen entstanden.

b. Es wurde festgestellt, dass bei der Hydrierung von Polymerbenzin zwar die Oktanzahl absinkt, die Bleiempfindlichkeit aber so steigt, dass die Endoktanzahl der hydrierten gebleiteten Benzine höher liegen, als der unhydrierten gebleiteten Benzine.
Durchschrift

ten Benzine. Bei Jodzahlen unter 3 wurden Oktanzahlen von 90 erreicht.

c. Die Polymerisation der bei der Dieselölcracking entstehenden gasförmigen Olefine ergibt noch Schwierigkeiten hinsichtlich der Polymerisation des Äthylens, das wesentlich langsamer polymerisiert wird als Propylen und Butylen. Diese Schwierigkeit kann dadurch überwunden werden, dass entweder die Dieselölspaltung über Katalysatoren bei niedrigen Temperaturen durchgeführt wird, um die Äthylenmenge herabzusetzen, oder dadurch, dass die Polymerisationskatalysatoren für Äthylen aktiv gemacht werden, was vielleicht durch Zusatz von Silbersalzen geschehen kann. Auch an eine zweistufige Polymerisierung kann gedacht werden.

7) Alkoholherstellung (Spiske)

Die bei der Verseifung auftretenden Schwierigkeiten konnten auch in der Grossapparatur beseitigt werden.

8) Drucksynthese (Dahm)

Ein Kontakt, der nach ca. 2 1/2 Monaten eine Ausbeute von 130 g/m³ gab, wurde auf die doppelte Durchsatzmenge umgestellt. Der Umsatz sank hierbei auf 70 % der CH₃ und CO₂-Bildung stieg an, der Verflüssigungsgrad ging auf 90 g/m³ zurück. Die Raumzeitausbeute stieg um 70 %. Die Apparatur läuft voll automatisch hinsichtlich Temperatur, Druck und Mengenreglung. Ein mit 2% Uranzusatz hergestellten Kobaltthoriumkontakt brachte nur 10% über 300° siedende Kohlenwasserstoffe, die Benzinkohlenwasserstoffe betragen über 60% der Gesamtproduktion. Der Kontakt reagiert unter CO₂-Bildung. Der Olefingehalt und Dichte liegen höher als bei Normalbenzin. Die CH₄-Bildung ist gering. Eine Oktanzahlbestimmung des Produktes steht noch aus. Die Dichte liegt höher als bei Normalbenzin gleicher Siedelage.

Durchschrift