

Sekretariat Hg.
Eingang: 13.3.39
Lfd. Nr.: 1604
Beantw.: /

Herrn Prof. Martin.

Tätigkeitsbericht des BV-Labors für den Monat Februar 1939.

1.) Katorchemie (Heckel).

- a) Kieselgurreinigung. Aus der ersten Grossherstellung an vorgereinigter Gur der Katorfabrik wurde eine grössere Anzahl Proben analytisch, katalytisch und mikroskopisch untersucht. Die Ergebnisse stimmen mit den früheren Laborergebnissen gut überein. Insbesondere zeigen die Katalysatoren mit vorgereinigter Gur die vorausgesagte erheblich bessere Abriebfestigkeit.

Es wurde die Abhängigkeit der Reduzierbarkeit von der Wärme-Vorbehandlung der Kieselgur untersucht: je höher die Temperatur der Nachbehandlung der Kieselgur nach der Reinigung ist, um so leichter reduzierbar werden die daraus hergestellten Katalysatoren.

- b) Bei Kobaltreichen Katalysatoren für die Paraffinsynthese wurde die Abhängigkeit der Kobaltdichte und der Reduzierbarkeit von der Menge und Art des Trägers ermittelt: in Übereinstimmung mit früheren Versuchen waren die Katalysatoren um so leichter reduzierbar, je höher die Kobaltdichte ist.

Es wurde gefunden, dass bei reinen Thoriumkontakten die Abriebfestigkeit des fertigen Katalysators um so höher ist, je höher die Temperatur bei der Fällung, sowie je höher die Temperatur des Waschwassers war. Bei magnesiumhaltigen Katalysatoren ist diese Beziehung nicht so stark ausgeprägt.

Es wurde gefunden, dass Katalysatoren aus anderen als chemisch reinen Nitratlösungen erheblich aktiviert werden können, wenn der Filterkuchen während der Waschung vorübergehend mit verdünnten Alkalien behandelt wird, und wenn anschliessend der Überschuss des Alkalis durch

*höherer Katalysatordichte
auf die Menge des Trägers
Kobaltdichte -*

b) Vermehrte Benzinerzeugung.

Versuche mit hohem Kreislauf und kurzer Schicht brachten bei 200° erheblich vermehrte Benzinausbeuten. Im günstigsten Falle wurden 85% der flüssigen Produkte an Anteilen bis 200° erhalten, mit mehr als 50% Olefinen.

c) Eisen-Katalysatoren.

Der von der Lurgi zur Verfügung gestellte Eisen-Katalysator arbeitete bis zu rund 500 Betriebsstunden nur sehr mangelhaft, von da ab jedoch mit guter Ausbeute.

Der von uns entwickelte Eisen-Kalzium-Katalysator hat sich als sehr brauchbar erwiesen. Bemerkenswert ist, dass er ausser einer guten Gesamtausbeute besonders viel Gasole mit sehr hohem Olefingehalt liefert.

4.) Hochdruck-Syntheserversuche (Landgraf).

Ein Versuch mit Platinasbest als Katalysator für die Synthese bei 500 atü ist in Vorbereitung.

5.) Aldehyd-Synthese (Landgraf).

a) Ausgehend vom Äthylen:

Der Dauerversuch A 12 sowie der 2,2 m - Vier-Rohröfen arbeiten weiter unverändert gut.

Aus den Reaktionsprodukten wurden bisher 4 Liter chemisch reiner Propylaldehyd, sowie 2 Liter Diäthylketon durch Feinfraktionierung gewonnen.

b) Ausgehend von Gasololefinen:

Bisher wurde die Anlagerung von Wassergas an Gasololefinen am festen Katalysator mit strömendem Gas versucht. Diese Arbeitsweise war wenig befriedigend (geringe Raumzeit-Ausbeuten).

Es wurde nun gefunden, dass sich die Gasol-Kohlenwasserstoffe ausserordentlich leicht verarbeiten lassen, wenn man sie mit dem Wassergas in einem Druckgefäss an aufgeschlämmten Katalysator zur Umsetzung bringt. Für den ersten Versuch wurde der Katalysator jeweils in Cetan aufgeschlämmt. Bei den weiteren Einsätzen wurde das cetanfreie Destillat aus dem ersten Versuch

zur Aufschlammung des Katalysators genommen, so dass diese Versuche dann unmittelbar ein reines Rohprodukt liefern.

Auf diese Weise wurden z.B. aus Propylen in guter Ausbeute die C_4 -Aldehyde und C_4 -Alkohole gewonnen. Besonders erfolgreich war diese Arbeitsweise mit dem technischen Treibgas. Dieses reagiert unter den genannten Bedingungen sehr schnell und leicht. Da an die Apparatur ausser hinsichtlich des Druckes keine weiteren Anforderungen gestellt werden, so konnten wir uns einen grösseren Reaktionsraum auf einfache Weise aus einer gewöhnlichen Stahlflasche herstellen (Umwickeln mit einer Dampf-Heizspirale, Einbau in eine Kippvorrichtung zum Schütteln).

Mittels dieses einfachen Gerätes gelang es ohne weiteres, grössere Mengen von Treibgas-Aldehyden herzustellen (mit Jacob).

Durch Feinfraktionierung des Treibgas-Rohproduktes wurden bisher in grösserer Menge gewonnen (Lochmann):

Isobutyl-Aldehyd,
Isovaler-Aldehyd,
Normalvaler-Aldehyd.

Zur Weiterentwicklung der kontinuierlichen Herstellung von Treibgas-Aldehyden wurde eine entsprechende Apparatur zusammengebaut und in Betrieb genommen (mit Martin).

e) Ausgehend von höheren Olefinen:

Wassergas wurde an Spaltbenzin angelagert und zu den entsprechenden Alkoholen hydriert. Die motorische Prüfung ist im Gange.

Wassergas wurde ferner an synthetisches Schmieröl angelagert und das Produkt zu Alkoholen reduziert. Prüfung der Eigenschaften im Hauptlabor.

d) Aldolkondensation.

Es wurde gefunden, dass sich auch die synthetischen Aldehyde, z.B. aus Äthylen, Propylen, Treibgas, oder auch aus Dieselöl in bekannter Weise leicht zu Aldolen kondensieren lassen.

Versuche, aus diesen Aldolkondensaten durch schöpfende Wasserstoff-Behandlung die betreffenden Kohlenwasserstoffe zu erhalten, waren bisher erfolglos. (Theoretisch müsste man Kohlenwasserstoffe von der Struktur des Iso-Oktans oder ähnliche erhalten).

6.) Herstellung hochmolekularer Ester (Bühner).

Durch Veresterung von Dieselalkoholen mit Dieselfettsäuren, beide gewonnen mittels der Aldehyd-Synthese, wurden hochmolekulare Ester hergestellt; deren Eigenschaften wurden untersucht.

7.) Flüssige Produkte (Lochmann).

- a) Begutachtung von zwei Ölproben für den vorbereitenden Ausschuss für ein Synthesewerk in Hamburg.
- b) Druckspaltung von Paraffin.
Aus Paraffin (aus der DVA) konnte bei 1,3 atü ca. 45% einer Dieselölfraktion mit rd. 35% Olefinen erhalten werden.
- c) Fällungsbensine.
Für das HWA wurden acht eng geschnittene Fraktionen von Fällungsbensin hergestellt.
- d) Versuche zur Entschwefelung von Schweröl mittels Formalin waren bisher erfolglos.
- e) Versuche zur Erhöhung der Lagerbeständigkeit von Dieselölen durch Behandlung unter Druck sind im Gange.

Lochmann