

Abt.HL - Spk/Mm.

15. März 1940.

Herren Professor Martin  
Dr. Hagemann  
Direktor Alberts  
Dipl.-Ing. von Asbot  
Dr. Voeth

Sekretariat Iig.	
Eingang:	16.3.1940
Lfd. Nr.:	279
Beantw.:	/

*g. v. ...*

Betrifft: Vergleich zwischen dem Original-Ipatieff-Kontakt und unserem selbst hergestellten Kontakt sowie den bei der Polymerisation entstehenden Reaktionsprodukten.

Die beiden Kontakte haben fast das gleiche Aussehen. Sie sind weiß, feinporig und ziemlich hart und druckfest. Die Analysen weichen auch nicht sehr voneinander ab:

Original-IP.-Kont: 28,25 % P, 24,2 % SiO<sub>2</sub>

Eigener Kontakt : 28,5 % P, 22,95% SiO<sub>2</sub>

Das Schüttgewicht ist etwas verschieden. Während der Originalkontakt 0,8 hat, beträgt das Schüttgewicht unseres Kontaktes 0,73.

Um feststellen zu können, ob die Polymerisationsprodukte der beiden Kontakte voneinander in ihren Eigenschaften abweichen, wurde ein Parallelversuch in 2 Öfen durchgeführt:

Tabelle I	Orig.IP.Kontakt	eigener Kontakt
Ofen	15 mm 1W Ø, ca.1600 mm l	20 mm 1WØ, ca.1600mm l
Füllung	243 g (2-3 mm Korn)	324 g (2 - 3 mm Korn)
Bedingungen	215°, 60 at, ca.500g Gasol	215°, 60at, ca.650g Gasol
Gasol	39,6% Olefine (C <sub>3</sub> +C <sub>4</sub> )	39,4% Olef. (C <sub>3</sub> +C <sub>4</sub> )
Polymerisation	85 - 90 %ig	85 - 90 %ig

Die bei der Polymerisation entstehenden Rohprodukte hatten folgende Eigenschaften:

000779

Tabelle II	Orig. Ipat. Kont.	Eigener Kontakt
d <sub>20</sub>	0,728	0,730
n <sub>D20</sub>	1,4234	1,4214
Reiddruck	0,68	0,62
Olefine n.K. %	72 %	74 %
S.B.	32°	31°
S.E.	242°	234°
(10 %	-	33°
T° { 50 %	123°	119°
(95 %	222°	220°
Gasverlust	12 %	9,5 %

Tabelle III gibt die Zusammenstellung der bis 200° geschnittenen Benzine im hydrierten und nicht hydrierten Zustande wieder:

Tabelle III	Bis 200° dest., nicht hydr.		Bis 200° dest., hydriert	
	Orig. Ipat.	Eigen. Kont.	Orig. Ipat.	Eigen. Kont.
d <sub>20</sub>	0,736	0,729	0,720	0,717
n <sub>D20</sub>	1,4237	1,4205	1,4074	1,406
Reid-Druck	0,30	0,27	0,18	0,19
Olefine n.K. %	72 %	72 %	J-E.=3,9	J-Z.=1,8
R.O.Z.	96	94,5	71,8	veran-
M.O.Z.	81,9	81,2	74 ?	glückt
S.B.	37°	36°	39°	47°
S.E.	207°	201°	205°	205°
(10 %	90°	90°	92°	92°
T° { 50 %	123°	119°	122°	121°
(95 %	192°	187°	193°	194°

Zur Erzeugung der Menge Polymerisat zwecks Feststellung vorhergehender Daten waren beide Öfen 60 Stunden in Betrieb. Anschließend sollten auch andere Fraktionen als die bis 200°



untersucht werden. Es wurden daher die beiden Öfen mit demselben Kontakt wieder in Betrieb genommen und weitere 120 Std. polymerisiert. Nach diesen 180 Betriebsstunden zeigte keiner der beiden Kontakte ein Nachlassen der Aktivität. Als die Öfen nach Aufarbeitung des Materials nach einigen Tagen wieder in Betrieb genommen werden sollten, zeigten sich bei beiden Verstopfungen im unteren Teil des Reaktionsrohres, die auch mit starkem N<sub>2</sub>-Ausblasen nicht zu beseitigen waren. Sie mußten daher neu gefüllt werden.

Aus Tabelle IV sind die Eigenschaften der anderen Fraktionen bis 120°, bis 165° und bis 200° zu ersehen:

Tabelle IV	Destillat 0-120° nicht hydriert		Destillat 0-120° hydriert		Destillat 0-165° nicht hydriert		Destillat 0-165° hydriert		Destillat 0-200° nicht hydriert		Destillat 0-200° hydriert	
	Original Ip-Wert	Eigener Kontakt	Original Ip-Wert	Eigener Kontakt	Original Ip-Wert	Eigener Kontakt	Original Ip-Wert	Eigener Kontakt	Original Ip-Wert	Eigener Kontakt	Original Ip-Wert	Eigener Kontakt
d <sub>20</sub>	0,700	0,700	0,800	0,800	0,723	0,718	0,707	0,697	0,723	0,723	0,719	0,711
n <sub>D</sub> <sup>20</sup>	1,4130	1,4130	1,3823	1,3823	1,4170	1,4153	1,4017	1,3900	1,4230	1,4183	1,4071	1,4020
Olefin n.K. %	72	70	-	-	70	72	-	-	74	74	-	-
J-Z.	-	-	2,0	2,5	-	-	-	-	-	-	2,4	3,2
Rel.-Druck	0,27	0,25	0,26	0,2	0,26	0,26	0,25	0,25	0,25	0,25	0,24	0,2
S. D.	45°	45°	45°	37°	45°	45°	45°	45°	45°	45°	45°	45°
S. E.	145°	132°	170°	145°	157°	175°	165°	135°	205°	195°	205°	205°
Summ.	33	33	23	23	33	33	33	33	23	23	23	2,33
r <sup>2</sup>	82°	80°	83°	82°	85°	85°	85°	85°	105°	95°	95°	85°
	105°	105°	105°	95°	115°	111°	115°	115°	135°	115°	135°	115°
	135°	135°	135°	135°	175°	165°	175°	175°	195°	195°	195°	195°
M. O. L.	81,0	81	80	75	81,3	81,2	82,5	82,0	82,5	81	82,7	82,0

Aus diesem ganzen Zahlenmaterial geht hervor, daß keine wesentlichen Unterschiede zwischen den Reaktionsprodukten der beiden Katalysatoren bestehen.

Über die Haltbarkeit und Leistungsfähigkeit der beiden Kontakte kann bis jetzt kein abschließendes Urteil abgegeben werden. In allen unseren Versuchen in den engen Reaktionsrohren mußten wir die Kontakte nicht wegen Inaktivität

ausbauen, sondern wegen der schon oben erwähnten Verlegungen der Rohre im unteren Teil der Reaktionsstrecke, die immer dann auftraten, wenn die Öfen aus irgendeinem Grunde stillgesetzt werden mußten. Diese Verstopfungen traten bei beiden Kontakten beim Wiederinbetriebnehmen auf, während sie im laufenden Reaktionsprozeß nie beobachtet werden konnten. Nach meiner Meinung handelt es sich dabei um eine lokale Überpolymerisation. Der Kontakt nimmt durch seine große Saugfähigkeit große Mengen Bensin auf und es gelingt wahrscheinlich selbst beim langen Ausblasen des Reaktionsrohres mit  $N_2$  bei einer Unterbrechung nicht, das gesamte Bensin aus dem Kontakt herauszubekommen. Während einer Reaktionsunterbrechung dringt dieses Restbensin, soweit es nicht an Kontakt selbst überpolymerisiert, in den stehenden Reaktionsrohren nach unten und ruft durch Überpolymerisation (Verharsung) die Verlegungen hervor. Selbst bei kleinen Betriebsunterbrechungen erkennt man die beginnende Überpolymerisation daran, daß die ersten 200 ccm Flüssigprodukt mit dunkelbrauner Färbung aus dem Reaktionsrohr fließen, während sonst das Polymerisat nur eine bläulichgelbe, schwache Fluoreszenz zeigt.

Es sollen hier die Daten eines Dauerversuches wiedergegeben werden:

Tabelle V	Origin.-Ipat.-Kont.	Eigener Kontakt
Ofen	15 mm 1W $\beta$ , ca. 1600 mm l	20 mm 1W $\beta$ , ca. 1600 mm l
Füllung	240 g Kont. (2-3 mm)	388 g (2-3 mm Korn)
Bedingungen	220°, 60 at, ca. 500g Gasol	220°, 60 at, ca. 850g Gasol
Polymerisat.	ca. 90%ig	ca. 90%ig
Vers. Dauer	287 Stunden	237 Stunden
Durchsatz	161 kg Gasol	200 kg Gasol
Flüssig-Prod.	57,8 kg Poly-Bi.	68,3 kg Poly-Bi
auf 1 kg Kont.	224 kg "	176 kg "

Auch hier waren noch beide Kontakte aktiv und nur Verlegungen der Rohre swangen zum Abbruch dieser Versuche.



- 5 -

111286

Für die Herstellung größerer Mengen Polybensins zwecks Feststellung verschiedener Motoreigenschaften haben wir momentan den Ofen mit 15 mm LW Ø, mit unserem Kontakt gefüllt, ohne Unterbrechung bereits 335 Stunden in Betrieb. Er wird bei einer 85 - 90%igen Polymerisation mit einer ca. 1,5 - 1,8-fachen Belastung gefahren und hat somit den Original-Ipatieff-Kontakt an Zeitdauer schon überholt.

Für die geplanten Dauer-Vergleichsversuche, die in nächster Zeit durchgeführt werden sollen, sind 2 Öfen mit gleichen Dimensionen und automatischer Temperaturregelung in Auftrag gegeben worden. Um ein klares Bild zu bekommen, wird es notwendig sein, diese Versuche

- 1.) ohne Unterbrechung,
- 2.) unter denselben Bedingungen in Bezug auf Temperaturen, Belastung und Olefingehalt der Gasele durchzuführen.

*W. Müller*