

Herrn Prof. Dr. Martin! ✓
(blfd. Herrn Dir. Dr. Biederbeck) M

000901

Bez.: Monatsbericht Katorfabrik/Feinreinigung Juli 1944.

Katorfabrik:

Es wurde Oberhohe-Gur verarbeitet und daraus 85 Ofenfüllungen hergestellt.

| | |
|--------------------|--------|
| Kontaktbezieher: | 1-3 mm |
| Victor | 10 |
| Rheinpreussen | 4 |
| KW-Betrieb | 23 |
| Krupp | 14 |
| Essener Steinkohle | 15 |
| Hoesch | 16 |
| Schaffgotsch | 2 |
| Summe: | 85 |

Anmischung:

Es gingen 69 Ofenfüllungen an ausgebrauchter Masse ein, die sich wie folgt verteilen:

| | |
|--------------------|---------------|
| Synthesewerk | Ofenfüllungen |
| Victor | 8 |
| Rheinpreussen | 4 |
| KW-Betrieb | 20 |
| Krupp | 15 |
| Essener Steinkohle | 12 |
| Hoesch | 6 |
| Schaffgotsch | 4 |
| Summe: | 69 |

Von den rückgelieferten Kontakten hatten an Paraffingehalt über 9% 2 Ofenfüllungen des KW-Betriebes.

Regenerierung:

Im Berichtsmonat wurden durchgesetzt

78,2 t Kobalt
4,0 t Thoriumoxyd
6,0 t Magnesiumoxyd.

Die Umlaufmenge betrug 6.100 kg Kobalt.

Fällung, Formgebung:

Es wurden 88 t Kobalt durchgesetzt entsprechend 66% der vollen Kapazität.

000902

Reduktion:

Die Reduktion wurde mit 85 %igem Wasserstoff vorgenommen. Die Mathanisierungströge wurde gelegentlich des Stillstandes vor dem 1.7. vorgenommen.

Thoriumregenerierung:

Es wurden 3.729 kg Thoriumoxyd hergestellt.

Feinreinigung:

Erzeugung: 902.770 kg
Versand: 895.770 "

Wie folgt auf die einzelnen Kontaktbezieher verteilt:

| | |
|--------------------|-----------|
| V i c t o r | 76.190 kg |
| Rheinpreussen | 93.780 " |
| KW-Betrieb | 306.900 " |
| K r u p p | 94.870 " |
| Essener Steinkohle | 110.300 " |
| J o e s c h | 135.760 " |
| Schaffgotsch | 77.970 " |

Summe: 895.770 kg Versand

Störungen und grössere Reparaturen:

Lösung, Filtration und Waschung der ausgebrauchten Kontaktmasse vom Eingang Juni ging sehr langsam -ca. 4-5 mal schlechter als normal- von statten, was auf den hohen Paraffingehalt und ölige Bestandteile zurückzuführen ist. Filtertücher waren dahernd von einer schmierigen, klebrigen Masse verstopft, die erst durch Waschen mit verdünnter Natronlauge herausging. Diese schwierigen Filtrationsverhältnisse bedingten, dass nicht mehr als 85 Ofenfüllungen hergestellt werden konnten.

Häufiger Stromausfall wegen Überlastung des Kabels der alten Formgebung, es wurde ein neues Kabel eingezogen. Strangpresse Trockner 3 gewechselt. Motor von Staubschnecke erneuert. Trockner 1 Turbinenlager erneuert. Sodaschnecke defekt. Kühlwasserleitung der Lösebehälter undicht, provisorisch geschweisst. Stufe 5 Verdampfung 5 Rohre undicht. Grosse Ruhrwasserpumpe (Kraftwerk) geplatzt. Die Reinigung von Junkerskühler I und II hat sich sehr günstig auswirkt (geringer Widerstand und gute Kühlung), so dass selbst bei einer stündlichen Belastung von 3 Trögen nur mit dem kleinen Gebläse gefahren werden konnte.

Der Betriebsleiter:

M. M. M. M.

Ddr.:
Bd.,
Gr.,
Schmt.,
Akte.,

Monatsbericht der KW - Betriebe Monat J u n i 1944.

Aus den Betrieben ist zu berichten:

Stillstände der Gesamtanlage waren verursacht durch 3 Fremdstromausfälle, in 3 weiteren Fällen durch vorsorgliches Abstellen der Anlage infolge Luftgefahr und in 1 Fall zwecks Anschluss des Ende Mai beschädigten Kabels. Durch Feindeinwirkung kam die Anlage in der Nacht vom 16./17. bis auf weiteres ausser Betrieb.

In der Wassergasanlage waren wiederum Verschlackungen einzelner Generatoren zu verzeichnen als Auswirkung erhöhter Koksgrusanfälle, die neben einer innerbetrieblichen Stromstörung zu Gasausfällen führten. Generator 9, dessen Mantelkessel seinerzeit infolge Wassermangels stark beschädigt wurde, konnte wieder in Betrieb genommen werden.

In der Syntheseanlage betrug die Produktion für die Zeit vom 1.-16. einschl. Gasol 2774 t, spez. Ausbeute 137,2 gr/Nm³ Nutzgas. Der neu erstellte Demag-Verdichter ging nach verschiedenen Probekäufen in Betrieb.

In der Paraffinanlage wurden 58 t mit einem Schmelzpunkt unter 65° und 290 t über 65° aus eigener Produktion sowie 405 t aus Hoeschware hergestellt, insgesamt 705 t. Infolge beschränkter Aufnahmefähigkeit des Werkes Pöhlitz waren die abgelieferten Rohwachsanteile gegenüber dem Vormonat wesentlich geringer.

In der Schmierölanlage wurden 925 t Fertigölerzeugt und 912 t Fertigöl hergestellt. Die im Vormonat stark angewachsenen Bestände konnten geräumt werden. Die eigene Spaltanlage war infolge Überholung Anfang des Monats und Stillstand nach dem Bombenschaden insgesamt 8 Tage in Betrieb. Die Krupp-Spaltanlage lief während des ganzen Monats durch und lieferte die Hauptmenge an Spaltbenzin für die Ölproduktion, die ihrerseits nur eine Unterbrechung von 8 Tagen erlitt.

Murff

000903

17. Juli 1944

0710

Herrn Prof. Dr. Martin!

000904

Betr.: Monatsbericht Juni 1944

I. Betriebsuntersuchungen

Die Betriebsuntersuchungen wurden in der üblichen Weise fortgesetzt, solange die Anlage im Betrieb war. Besondere Schwierigkeiten sind bis dahin nicht aufgetreten. Ab 17.6. wurden Aufräumungs- und Wiederinstandsetzungsarbeiten durchgeführt, bis wir ab 22.6., nachdem die Gas- und Stromzufuhr wieder in Ordnung gebracht war mit sämtlichen Abteilungen, vor allem der Versuchsabteilung in Betrieb kämen.

II. Sonderuntersuchungen

Die Arbeiten über die im Vormonat berichtet wurden, sind im wesentlichen fortgesetzt worden, soweit die Möglichkeit dazu bestand. Infolge des Betriebsausfalls, sind aber die Arbeiten so stark gehemmt worden, daß über die Ergebnisse erst im nächsten Monat berichtet werden soll.

III. Versuchsarbeiten

Herstellung von Schmieröl aus Wachparaffin

Die im Vormonat erwähnte neue Versuchsreihe, die zur Herstellung heller Öle durchgeführt wird und unter anderem Trocknung von Aluminiumchlorid, höhere Temperaturen bei der Polymerisation und ~~Veränderung der Behandlung der oberen Schicht vorsieht,~~ wurde fortgesetzt. Über die Ergebnisse kann erst nach Abschluß berichtet werden.

2. Sulfonierung olefinischer Produkte

Die Versuche sind weitergeführt worden und eine Versuchsreihe begonnen, bei der systematisch geprüft wird, welche Arbeitsbedingungen erforderlich sind, um gut emulgierende Sulfonate zu erhalten.

3. Reinigung von reinem Kohlenoxyd über Feinreinigungsmasse

Der an Feinreinigungsmasse bei 160-180° beobachtete Zerfall von Kohlenoxyd konnte durch Wasserstoffzusatz bis zu 60% nicht verhindert werden. Zur Zeit sind Versuche im Gange, ob durch Zusatz von geringen Mengen Kohlensäure zum Kohlenoxyd, der Zerfall gehindert werden kann, was nach einigen Handversuchen der Fall zu sein scheint.

4. Bestimmung des Molekulargewichts von Paraffin

Die Kontrolle der Eichwerte der Apparaturen ergab, daß dabei richtige Werte gefunden werden. Ebenso wurde gefunden, daß bei wiederholter Bestimmung des Molekulargewichts gleichgeschchnittener

Paraffine, dieselben Molekulargewichte auftreten. Die Untersuchungen werden fortgesetzt.

5. Paraffinoxydation.

a) P.O.-Versuchsanlage

Die Produktion der P.O.-Versuchsanlage läßt sich jetzt nicht mehr genau angeben, da die Betriebsbücher bei dem Brand verloren gegangen sind. Die Anlage war aber störungsfrei in Betrieb. Ebenso ist die Endgasreinigung ohne Störungen durchgelaufen.

Da das Gebäude zum größten Teil zerstört war, und ein Teil der Einrichtung vor allem Laboratorium und Umkleideraum ausgebrannt waren, sollte das Gebäude abgerissen werden, um Platz für den Säurebetrieb zu gewinnen. Infolgedessen haben wir den Rest des Monats dazu benutzt, um alle noch brauchbaren Teile, Apparate und Rohrleitungen aus der Anlage herauszuholen. Soweit man es ohne Prüfung durch Dampf sagen kann, ist der größte Teil der Apparate unbeschädigt geblieben bzw. läßt er sich mit geringen Mitteln wieder herrichten. Sämtliche Apparaturen werden zur Zeit in der Nähe des Laboratoriums gelagert.

b) Laborversuche

Bei den Laborversuchen gingen ebenfalls die angefangenen Arbeiten im wesentlichen weiter. Sie betreffen unter anderem, eine Aufstellung der C-Bilanz bei der Oxydation, Vergleich bei verschiedenen Temperaturen oxydierter Produkte und Destillation einiger, niedrig schmelzender, durch Selektiv-Extraktion aus dem Oxydationsprodukt herausgeholt er Weichanteile. Da die Versuche noch nicht abgeschlossen sind, soll erst im nächsten Monat zusammenfassend berichtet werden.

Dr. Herrn Dir. Dr. H. Gemann

000905

Herren Professor Dr. Martin
Direktor Dr. Hagemann

000906

Betrifft: Monatsbericht Juni 1944.

Durch den Bombenangriff am 16.6. wurde natürlich auch der Versuchsbetrieb CH für einige Zeit lahm gelegt. Trotzdem die Wiederaufräumungs- und Instandsetzungsarbeiten innerhalb von acht Tagen beendet waren, sind bei uns Ausfälle durch Fehlen von Stickstoff, Wasserstoff, Dampf und Strom entstanden, sodaß die Arbeiten nicht im vorhergesehenen Umfange durchgeführt werden konnten. Zur Zeit (14.7.) sind die Stromschwierigkeiten bei uns immer noch nicht restlos behoben, sodaß wir beispielsweise in der Versuchshalle einen nur beschränkten Betrieb durchführen können. Nach Mitteilung des Kraftwerkes werden die letzten Schwierigkeiten aber in kurze behoben sein.

Aromatisierung.

Die Dauerversuche mußten mehrmals umgebaut werden. Durch den Umbau hat der Kontakt aber nicht gelitten, sodaß die Versuche zur Zeit wieder in vollem Umfange weiterlaufen. Das Kontaktalter beträgt im Augenblick 22 Monate, wovon allerdings Stillstände aus den verschiedenartigsten Ursachen abzuziehen sind. Weiter wurden Kontaktprüfversuche für die Toka-Anlage durchgeführt und einige Stahlproben auf Korrosion untersucht.

Nitroparaffine.

Die katalytische Nitrierung von Nonan wurde im Dauerversuch über Sinterkorund durchgeführt, wobei die anfallenden Kondensate zu einem Sammelprodukt vereinigt wurden. Dieses wird auf Nitroalkohole weiterverarbeitet, woraus anschließend Aminoalkohole hergestellt werden soll. Bei einer Temperatur von 350° und Kontaktbelastung von 60 % Flüssigeinsatz, auf Nonan bezogen, werden ungefähr 35 - 40 Vol. % Nitroparaffine erhalten. Ungeklärt sind noch größere Verluste, die aber anscheinend auf Undichtigkeiten in den verschiedenen Zuführungslösungen zurückzuführen sind. - Ferner wurden noch Kontaktprüfversuche durchgeführt und die Nitrierung von Oktan untersucht, die ebenfalls mit befriedigenden Umsätzen verlief.

Auch Oktan lässt sich ähnlich nitrieren

Dehydrierung.

Die bisherigen Untersuchungen ergaben, daß bei 535° über Mischkontakten aus Granosil, Chromoxyd, Kupferoxyd, Alkali und einer Kontaktbelastung von 40 - 50 % Olefinausbeuten im Betrage von 50 - 60 % erhalten werden. Hierbei wird das Produkt einmal durchgesetzt. Der Spaltanteil ist hoch olefinisch (in Einzelfällen bis zu 90 %), das Produkt in der Ausgangsiedelage enthält ca. 23 % Olefine. Über den Aromatengehalt lassen sich keine exakten Angaben machen, Schätzungsweise sind im Spalt-

*Franko
weiteren
St. W. in
des Zusammenhang
mit Salzsaure
auf Kohlen-
wasserstoffe
würde*

Syntheschein *Desigeltens*

benzin ca. 1,5 %, in der Ausgangssiedelage ca. 1 % Aromaten enthalten. Ein Herabsetzen der Temperatur auf 510^o verringert den Anteil an Spaltbenzin, und zwar von 55 auf 35 Gew. %. Gleichzeitig geht der Olefingehalt des Spaltbenzins auf ca. 70 % zurück und auch der Olefinanteil in der Ausgangssiedelage auf 17 - 18 %. Bezüglich der vorhandenen Aromaten dürften die gleichen Werte wie oben gelten. Neue Versuchsreihen mit anderen Kontakten sind vorgesehen, ebenso Versuche mit einer Steigerung der Kontaktbelastung. Die bisherigen Produkte wurden Herrn Clar zur Ölsynthese übergeben. Außerdem läuft ein Dauerversuch, dieser dient der Produktion größerer Mengen Spaltolefine in der Siedelage C₁₁ - C₁₇ für Spezialzwecke.

Dehydrierung Dr. Schrieber.

Hier sind im wesentlichen Ergebnisse mit Chromoxyd, Thoriumoxyd- und Bariumoxyd-Kontakten auf Korund bei mehrmaligem Durchsatz angegeben. Als bestes Resultat wurden 27 % Gesamt-olefine bei dreimaligem Durchsatz erhalten, und zwar in der Ausgangssiedelage ungefähr 20 %. Der Aromatengehalt in der Ausgangssiedelage betrug 0,8 %. Einzelheiten sind im Bericht vom 12.7.44 enthalten.

Polymerisation.

Zur Zeit laufen, wie bisher, Kontaktprüfversuche von Produktionen der Toka-Anlage.

Katalytische Spaltung.

Es wurde eine neue Versuchsreihe begonnen, die als vorläufiger Abschluß der früher von Herrn Dr. Kolling durchgeführten Versuche über den Einfluß der Kontaktbelastung auf die Aufspaltung und den Olefingehalt anzusehen ist, und zwar ohne Wasserzusatz. Hierbei ist das Ziel, bei erhöhter Aufspaltung eine Steigerung der niedrigmolekularen, vor allem C₄ und C₅ Normal- und Isoolefine zu erreichen. Ergebnisse liegen bisher nur in geringem Maße vor. Außerdem betraf eine längere Versuchsreihe die Spaltung von Dieselöl mit kombiniertem Aromatisierungs- und Spaltkontakt. Es war für eine frühere Patentanmeldung eine Anzahl von Vergleichsbeispielen beizubringen.

Propylaminitrat.

Die Herstellung von Propylaminitrat wird weiter in kleinem Umfange durchgeführt, und zwar auf dem Wege, Propylalkohol mit Ammoniak bei 350^o über besondere Kontakte umzusetzen.

Herstellung von Nitrotoluol.

Für die Herstellung von Nitrotoluol aus Toluol und 50 %iger Salpetersäure ist nach den günstigen Ergebnissen im Labormaßstab eine größere Apparatur vorgesehen. Diese soll der Feststellung dienen, ob tatsächlich die guten Ausbeuten (ca. 50 % Nitrotoluol) auch in größerem Maße erreicht werden können, wobei besonders der Einsatz von Rohluol vorgesehen ist. Dieses Rohluol enthält bekanntlich noch Isoparaffine als Verunreinigungen und kann wegen der Gefahr einer Tetranitromethanbildung im normalen Nitrierungsverfahren (Salpeter-Schwefelsäure-Gemisch) keine Verwendung finden.

Dehydratisierung.

Versuche, unseren Abfallkalk für Dehydratisierungszwecke zu verwenden, scheiterten. Anschließend wurden verschiedene Bauxite in kalzinierter und nicht kalzinierter Form zur Dehydratisierung von Kreislaufbenzin herangezogen und zeigten eine Aktivität, die ungefähr derjenigen unseres aktiven Aluminiumoxyd aus der Toka-Anlage gleichkommt. Die Versuche werden zur Zeit weitergeführt, um die Lebensdauer des Bauxits festzustellen.

Am-

000908

000909

Herrn Prof. Dr. Martin! ✓
(dlfd. Herrn Dir. Dr. Biederbeck)

Betr.: Monatsbericht Katorfabrik/Feinreinigung Juni 1944.

Katorfabrik:

Infolge der bekannten Ereignisse in der Nacht vom 16. zum 17. Juni konnte im Berichtsmonat nur bis zu diesem Zeitpunkt gearbeitet werden. Es wurde Oberher-Gur verarbeitet und daraus 46 Ofenfüllungen hergestellt.

| | |
|-----------------|--------|
| Kontaktbezieher | 1-3 mm |
| Victor | 4 |
| Rheinpreussen | 12 |
| KW-Betrieb | 4 |
| Krupp | 11 |
| Ess-Steinkohle | 8 |
| Hoesch | 3 |
| Schaffgotsch | 4 |
| Summe: | 46 |

Anmischung:

Es gingen 64 Ofenfüllungen an ausgebrauchter Masse ein, die sich wie folgt verteilen.

| | |
|----------------|---------------|
| Synthesewerk | Ofenfüllungen |
| Victor | 4 |
| Rheinpreussen | 16 |
| KW-Betrieb | 10 |
| Krupp | 8 |
| Ess-Steinkohle | 8 |
| Hoesch | 10 |
| Schaffgotsch | 8 |
| Summe: | 64 |

Von den rückgelieferten Kontakten hatten an Paraffingehalt über 9% 6 Ofenfüllungen des KW-Betriebes (Verschmierung der Fildertücher und Kobaltverluste).

Regenerierung:

Im Berichtsmonat wurden durchgesetzt
43 t Kobalt
2,2 t Thoriumoxyd
3,2 t Magnesiumoxyd.

Die Umlaufmenge betrug 4,7 t Kobalt. Ausserdem wurden 4.000 kg Kobalt-Metall gelöst.

Fällung, Formgebung:

Es wurden 53,4 t Kobalt durchgesetzt (die Kapazität der Anlage in den 14 vorliegenden Arbeitstagen betrug 63 t Kobalt = 85 %)

Reduktion:

Die Füllung der Methanisierungströge wurde gelegentlich des Stillstandes am 1. d.M. erneuert.

Thoriumregenerierung:

Es wurden 2.475 kg Thoriumoxyd hergestellt.

Feinreinigung:

Erzeugung: 663 t
Versand : 646 t

Wie folgt auf die einzelnen Kontaktbezieher verteilt.

| | |
|----------------|--------------------|
| Rheinpreussen | 126,470 kg |
| KW-Betrieb | 65,540 " |
| K r u p p | 230,310 " |
| Ess.Steinkohle | 164,510 " |
| H o e s c h | 59,620 " |
| S u m m e : | 646,450 kg-Versand |

Störungen und grössere Reparaturen:

Mehrfacher Dampfangel, Reparatur des Dampf- und elektr. Überhitzers in Herrmannanlage (mehrere undichte Rohre).
Vom 16./17.6. ab Stillstand der Anlage bis Ende des Monats wegen der bekannten Ereignisse am 16./17.6. Am 26. - 28.6. wurde nach Erhalt von elektr. Energie der nasse Teil der Anlage angefahren und Grünkorn gestapelt, da für die Reduktion die Wasserstoff-Lieferung erst am 1.7. einsetzte. In der Zwischenzeit Reinigung von Junkerskühler I und II gas- und wasserseitig, die beide total verstopft waren durch dicke Belegung der Kühlamellen mit Kontaktmasse. (Die obere Hälfte aller Kühlelemente ausgebaut und mit Sandstrahlgebläse gereinigt, die untere Hälfte aller Elemente als Zeitmangel nicht ausgebaut, nur mit Wasser ausgespritzt, da sie nicht so stark belegt waren).

Beim Anfahren des nassen Teils der Anlage wurde festgestellt, dass durch die Ereignisse des 16./17.6. diejenigen Holzböttiche, die entweder gar nicht oder nur wenig gefüllt waren, durch die Luftdruckeinwirkungen undicht geworden waren, sodass dadurch gewisse Verluste an Kobaltlösung entstanden, deren Höhe bei der Ausrechnung der Bestandsaufnahme festgestellt werden soll.

Der Betriebsleiter:

Ddr.:

Bd.

Gr.

Schmt.

Akte.

000910

O.-Holtten, den 27. Juni 1944.
Schu/Bke.

Monatsbericht der KW - Betriebe für M a i 1944.

Aus den Betrieben ist zu berichten:

Stillstände der Gesamtanlage waren verursacht durch 1 Fremdstromausfall, 2 innerbetriebliche Stromstörungen, 1 größ.Kabeldefekt und in 3 Fällen durch vorsorgliches Absetzen der Anlage infolge Luftgefahr.

In der Wassergasanlage traten an mehreren Generatoren durch vermehrten Koksgrusanfall Verschlackungen ein, die zu Störungen und Gasmengenreduktion führten. Durch den Einbau zweckentsprechender Siebeinrichtungen zwischen Koksunker und Beschickung jedes einzelnen Generators wird diesem Übelstand abgeholfen werden.

In der Syntheseanlage betrug die Produktion einschl. Gasol 5 377 t, die spez. Ausbeute 137,2 gr/Nm³ Nutzgas. Ausser den oben genannten Stillständen der Gesamtanlage waren Störungen an 2 Verdichtern und gegen Ende des Monats der Ausfall des Turbogebläses infolge Wasserschlags zu verzeichnen. Durch den Einbau eines Wasserabscheiders wird diese Störungsursache nunmehr ausgeschaltet sein. In den ersten Tagen des Monats konnte durch Hereinnahme eines weiteren Verdichters die Mitteldruckanlage wieder voll belastet werden. Hingegen fiel eine Kohlensäurewäsche infolge Generalüberholung in der ersten Monatshälfte noch ganz aus. In der Normaldruckanlage musste eine Reihe mechanisch schlecht beschaffener Öfen hintereinander entleert werden. Die hierbei aufgetretenen Entleerungsschwierigkeiten brachten einen Anstieg des Ofenalters mit sich. Insgesamt gesehen führten die Vorgänge zu einer Einbuße an spez. Ausbeute. Die unzureichenden Kühlwasserverhältnisse während der heissen Tage Ende des Monats führten überdiés in der Aktivkohleanlage zu einem stärkeren Rückgang des Gasolausbringens.

In der Paraffinanlage wurden 55 t mit einem Schmelzpunkt unter 65° und 635 t über 65° aus eigener Produktion sowie 431 t aus Hoeschware hergestellt, insgesamt 1121 t. Der weitaus größte Teil unserer Hartwachsproduktion wurde unraffiniert an Pöhlitz-geliefert.

In der Schmierölanlage wurden 1824 t Primäröl erzeugt, 1390 t Fertigöl hergestellt und 1033 t zum Versand gebracht. Grössere Mengen versandbereiter Ware konnte besonderer Umstände halber, die ausserhalb unseres Werkes eingetreten waren, nicht abgeschickt werden. Dementsprechend haben sich die Bestände an Fertigöl beträchtlich erhöht.

000911

Handwritten signature

Oberhausen-Holten, den 8. Juni 1944
Kg/Se.

Herren Professor Dr. M a r t i n
Direktor Dr. H a g e m a n n

Betrifft: Monatsbericht Mai 1944.

1) Versuche in der LT-Anlage (Aromatisierung).

In der LT-Anlage laufen normale Alterungsversuche mit dem Kontakt der "5. Füllung". Neue Gesichtspunkte ergaben sich bisher nicht. Wegen Schwierigkeiten in der Anlieferung von Wasser und Energie mußten die Versuche verschiedene Male unterbrochen werden.

2) Versuche im Laboratorium (katalytische Spaltung).

Die Versuchsreihe der Spaltversuche ohne Wasserdampfsusatz wurde abgeschlossen. Ebenso wurden die Versuche mit eisenoxydhaltigen und alkalihaltigen Kontakten beendet. Damit ist die gesamte Versuchsgruppe der synthetischen Aluminiumhydroxylsilikatkontakte mit verschiedenem $Al_2O_3-SiO_2$ -Verhältnis im wesentlichen geklärt. Zur Zeit laufen noch einige Versuche, in denen einmal die Verhältnisse statt bei 500° bei 520° Reaktionsmitteltemperatur und außerdem die Abhängigkeit der Kohlenstoffbildung von der Länge der Reaktionszeit studiert werden sollen. In einer zusammenfassenden Abhandlung wird demnächst über die Ergebnisse berichtet werden. Mit dem Beginn des neuen Monats übernimmt dann Herr Dr. Rottig die Leitung der Laboratoriumsversuche zur katalytischen Spaltung.

Hilling

000912

Herrn Prof. Dr. Martin:

000913

Betr.: Monatsbericht Mai 1944

I. Betriebsuntersuchungen

Die Betriebsuntersuchungen wurden in der üblichen Weise durchgeführt. Besondere Schwierigkeiten traten nicht auf. Auf Veranlassung des ZB wurde im Grundbenzin der Dampfdruck auf die Winterqualität, d.h. auf 0,75 kg, erhöht.

II. Sonderuntersuchungen

1. Gas- und Gasoluntersuchungen

Das Interferometer wurde wieder für Betriebsarbeiten eingesetzt. Zur Kontrolle des Gasoldurchschlags wurde täglich im Restgas interferometrisch der Gasolgehalt bestimmt. Zur Zeit wird überprüft, ob die stark schwankenden Werte mit anderen Größen in Übereinstimmung zu bringen sind; beispielsweise dem Wassergehalt der Aktivkohle oder der Temperatur des Kühlwassers, die mit der mittleren Tagestemperatur konform geht.

Die theoretischen Ausbeuten auf Grund der Dekaden ergaben für Mai folgende Werte:

Drucksynthese: 144,4 g flüssige Produkte + 17,1 g Gasol/m³ Nutzgas
Normalsynthese: 120,5 g " " + 24,6 g " " "

2. Reinigung von Gasen

Da bei den Wasserbestimmungen im Synthese- und Wassergas häufig stark schwankende Werte auftreten, wurden nochmals einige vergleichende Untersuchungen über die Wasserbestimmung durchgeführt. Dabei wurde neben der bisher bei uns üblichen Mischung Kalziumchlorid und Phosphorpentoxyd, Silikagel, Magnesiumnitrid und Magnesiumperchlorat eingesetzt. Die Untersuchungen ergaben, daß innerhalb der für uns notwendigen Fehlergrenzen alle Bestimmungsmethoden die gleichen Ergebnisse hatten. Die im Betrieb zu beobachtenden Schwankungen müssen demnach auf Probenahme-Schwierigkeiten zurückzuführen sein oder sind durch betriebliche Ursachen bedingt. Die Untersuchungen werden noch fortgesetzt.

Über die Möglichkeit der Gewinnung reiner Kohlensäure durch Druckwasserwäsche des Konvertgases ist auf Grund der bisherigen experimentellen Untersuchungen ein Bericht in Vorbereitung. In Zusammenhang damit wurde auch geprüft, wo der im Konvertgas vorhandene Schwefelwasserstoff verbleibt. Dabei wurde gefunden, daß das gewaschene Konvertgas nur noch etwa 10 % der ursprünglichen Schwefelwasserstoffmenge enthält. Im teilweise entspannten Gas hinter der Turbine wurde Schwefelwasserstoff in der Größenordnung des ursprünglichen Konvertgases gefunden. Die Untersuchungen des unter Druck stehenden Wassers auf Schwefel bleiben bisher negativ, ebenso waren die Untersuchungen des völlig entspannten Gases erfolglos infolge Probenahmeschwierigkeiten; sie werden aber erneut versucht.

Gleichzeitig mit diesen Untersuchungen wurde auch der Schwefelgehalt im Restgas vor der Alkaldanlage und in der Kohlensäure bestimmt. Während die Kohlensäure Schwefelwasserstoff etwa in der Größenordnung des Synthesegases enthält, liegt er im Restgas eine Zehnerpotenz niedriger.

3. Benzin- und Dieselöluntersuchungen

Für die Druckversuchsanlage wurden von den 3 Ofen 9, 10 und 11 zusammen 12 Proben untersucht.

Die Dekadenproben für die Benziningewinnung wurden laufend untersucht und sollen vierteljährlich ausgewertet werden.

Zur Verringerung der Explosionsgefahr in unseren Tanks war geplant, Dieselöl mit Kohlensäure oder Rauchgas zu überschichten. Die Versuche über die Veränderung des Dieselöls durch Überschichten mit Rauchgas ergeben jedoch, daß eine sehr starke Erhöhung der NZ eintritt, die zu unangenehmer Korrosion führen kann. Weitere Untersuchungen hierüber sind geplant.

4. Paraffinuntersuchungen

In der Paraffinabteilung wurden außer den üblichen Paraffinuntersuchungen und den Untersuchungen von Fremdprodukten aus der Ceresinindustrie nur die Versuchsreihe über den Vergleich von Ofenparaffin, Toprückstand und Rückstand der Vakuumdestillation weitergeführt. Auf Grund dieser Untersuchungen ist es wahrscheinlich, daß im Zuge der Verarbeitung des Ofenparaffins in der Topanlage und der Vakuumdestillation eine Veränderung der höchstschmelzenden Anteile eintritt. Exakte Angaben lassen sich jedoch noch nicht machen, da die erste Untersuchung nicht ganz übereinstimmende Ergebnisse gebracht hat. Insbesondere fällt der Rückstand der Topanlage völlig aus dem Rahmen heraus. Für eine zweite Versuchsreihe ist das Material bereits gesammelt und wird zur Zeit untersucht.

5. Öluntersuchungen

Im Öllabor wurden neben den Untersuchungen für den Ölbetrieb, die Ölversuchsanlage und den Prüfstand einige Mischungen mit Brabagöl und Syntheseöl auf Grund eines Auftrages des Heereswaffenamtes hergestellt. Es sollte versucht werden, aus dem Brabagöl durch Zumischung von möglichst wenig Syntheseöl ein Getriebeöl herzustellen, Infolge des außerordentlich schlechten Stockpunktes des Brabagöl (-8°) ist es jedoch nicht möglich mit einigermaßen wirtschaftlichen Syntheseölmengen zu Getriebeölen zu kommen, die noch bei -40° pumppfähig sind.

6. Verschiedene Untersuchungen

Einige Sonderuntersuchungen wurden noch von dem allgemein und anorganischen Labor durchgeführt. Insbesondere Sauerstoffuntersuchungen im Speisewasser, Chlorbestimmung im Rückkühlwasser, Schwebestoffbestimmungen im Wassergas, Untersuchungen verschiedener Wässer auf Schwefelwasserstoff usw.

Für die Chlorbestimmung in Schmierölen und oberer Schicht waren noch einige Vergleichsuntersuchungen notwendig, die noch nicht beendet sind.

Zur Streckung unserer Vorräte an Oxidmetallen wurde auch die Regenerierung von gebrauchtem Kupferoxyd und gebrauchter Silberschwefelsäure

mit gutem Erfolg durchgeführt.

7. Überprüfung der Betriebsanalysen

Bei einer genauen Kontrolle der betriebsnotwendigen Analysen, wurden an verschiedenen Stellen Einsparungen vorgenommen. An anderer Stelle stellte es sich jedoch heraus, daß die Zahl der mindestens erforderlichen Analysen erhöht werden mußte. Dazu ist grundsätzlich zu bemerken, daß wir die Zahl unserer Analysen schon soweit reduziert haben, daß die geringsten Schwierigkeiten im Betrieb eine Erhöhung der Analysenzahl zwangsläufig zur Folge hatten, sodaß im Endeffekt kaum noch eingespart werden kann.

III. Versuchsarbeiten

1. Herstellung von Schmieröl aus Weichparaffin

Eine schon vor längerer Zeit begonnene Versuchsreihe über die Abhängigkeit der Jodzahl des über SiO_2 entchlorten Produktes von dem bei der Fällung eingehaltenen p_{H} -Wert wurde beendet und ergab, daß sich bei stark saurer Fällung mit einem p_{H} -Wert von deutlich niedrigere Jodzahlen einstellten, als bei der Fällung mit einem p_{H} -Wert 6 oder 8. In Übereinstimmung mit früheren Ergebnissen wurde auch wieder gefunden, daß die Vorerhitzung auf 1000° notwendig war, um Jodzahlen in der Größenordnung von 100 zu erzielen.

Die im vorigen Monat erwähnten Polymerisationen der auf verschiedenen Chlorgehalt entchlorten Produkte ergab eindeutig, daß der Chlorgehalt nicht für die Farbe und das Aussehen des Polymerisats verantwortlich ist. Es müssen noch andere Einflüsse maßgebend sein. Da die dunkle Farbe der Öle offenbar mit dem schlechten Absitzen des Kontaktöles zusammenhängt, sollen einige Maßnahmen geprüft werden, die ein besseres Absitzen ermöglichen sollen. Insbesondere wird geprüft, bessere Trocknung des Aluminiumchloride und höhere Temperaturen bei der Polymerisation.

2. Sulfonierung olefinischer Produkte

~~Bei der Fortführung der Sulfonierungsversuche zur Herstellung von Bohrölen wurden recht erfreuliche Ergebnisse erzielt. Bei der Neutralisierung der Sulfosäuren mit Kaliumhydroxyd konnten unter ganz bestimmten Bedingungen recht gut wasserlösliche Sulfonate erhalten werden, die auch öllöslich waren und im Verhältnis 1:4 mit Öl vermischt fast unbegrenzt mit Wasser mischbar waren, ohne eine allzu starke Aufrahmung zu ergeben. Bei den Versuche zeigte sich ferner, daß die richtige Durchführung der Neutralisierung von ganz wesentlicher Bedeutung ist, da anscheinend bei zu starker Einwirkung von Alkali ein Teil der Sulfosäuren unter Bildung des entsprechenden Alkohole abgespalten wird. Die Untersuchungen werden fortgesetzt und zur Zeit geprüft, wie weit diese Arbeitshypothese zutrifft.~~

3. Reinigung von reinem Kohlenoxyd über Feinreinigermasse

Auf Wunsch der Firma Koppers wurde untersucht, ob reines Kohlenoxyd bei hohen Temperaturen an Feinreinigermasse zerfällt. Die ersten Versuche ergaben bereits, daß schon bei 140° , merklich bei 160° , deutlich CO_2 nachzuweisen ist. Durch Wasserdampfzusatz konnte die CO_2 -Bildung nicht verhindert werden. Einige weitere Versuche mit veränderten Feinreinigermassen sind noch im Gange.

Bestimmung des Molekulargewichts von Paraffin

Nach dem festgestellt war, daß mit der vorhandenen Apparatur gut reproduzierbare Werte zu erhalten waren, wurden die Molekulargewichte einiger Paraffine bestimmt. Dabei stellte sich jedoch heraus, daß die gefundenen Werte nicht mit denen aus der Siedeanalyse sich ergebenden Daten übereinstimmen; sie liegen im Durchschnitt sehr viel niedriger. Auf Grund dieses Befundes werden nochmals einige Produkte mit bekanntem Molekulargewicht untersucht, um die Eichwerte zu kontrollieren.

5. Paraffinoxydation

a) P.O.-Versuchsanlage

Die Produktions der P.O.-Versuchsanlage betrug im Mai 1944 1255 kg OP 3 aus 1350 kg Paraffin, entsprechend einer Ausbeute von 93 %. Außerdem wurden 200 kg OP 4 hergestellt und insgesamt 600 kg verschmutztes OP 3 und OP 4 aus verschiedenen Versuchen nachoxydiert und damit gereinigt. Die Anlage hatte insgesamt 17 1/2 Betriebstage. 10 Tage war Stillstand infolge einer größeren Reparatur am Reaktor, die notwendig wurde, um die Reaktorwelle neu zu lagern. Es ist schon mehrfach erwähnt worden, daß die im Versuchsreaktor vorhandene Kraftübertragung mit Kegelrädern von einer horizontalen Motorwelle auf die vertikale Rührwelle äußerst ungünstig ist und schon häufig Anlaß zu Beanstandungen gewesen ist. (vg. Monatsbericht April 1944) Die sonstigen Reparaturen waren nur belanglos, Undichtigkeiten in der Gasleitung, Auswechslung der Kegelräder, Verstopfung an der Nitroseleitung und ähnliche kleine Arbeiten. Die Endgasreinigung war störungsfrei in Betrieb und zwar hat die Charge 1 bis Ende Mai 1266 Betriebsstunden und Charge 3 1000 Betriebsstunden. Beide Chargen waren im vorigen Monat abgeseiht worden und haben jetzt wieder störungsfrei gearbeitet.

Nach Beendigung der Temperaturversuche wurden die anderen Versuche, die das Einleitungsrohr betreffen, wieder weitergeführt und dazu der bisherige Nitroseinleitungsring, der 88 Stück 88 4 mm Löcher seitlich trug, ausgewechselt gegen einen anderen mit 88 Stück 5,3 mm Löcher unten. Der gesamte freie Querschnitt ist damit genau so groß wie im Einleitungsrohr. ~~Diese Veränderung brachte aber eine deutliche Verschlechterung des Oxydationsgrades, sodaß vorgesehen ist, das Nitroseinleitungsrohr wieder auszuwechseln gegen ein anderes das 88 Löcher von 5,3 mm Bohrung trägt, die aber nicht unten, sondern seitlich angebracht sind.~~

Am Ablauf des Reaktors befand sich bisher ein Porzellanventil, das sich nach anfänglichen Schwierigkeiten gut bewährt hat. Da aber Porzellanventile immer eine Quelle von Schwierigkeiten sein können, wurde ~~es ausgewechselt gegen ein normales eisernes Ventil, das bis zum Monatsende keinen Anlaß zu Beanstandungen gegeben hat.~~

b) Laborversuche

Da die Reaktoren für die Versuche im 6 kg Maßstab für andere Zwecke benötigt werden, wurden einige Versuche in Glasgefäßen angesetzt. Hierbei sollen Oxydationen einiger Spezialprodukte durchgeführt werden, insbesondere von destillativ oder selektiv aufgeteilten Paraffinen. Bei den ersten Versuchen, die vor allem zu dem Zweck durchgeführt wurden, um die optimalen Versuchsbedingungen festzustellen, zeigte sich erneut, von welcher außerordentlichen Wichtigkeit die

wichtige Einstellung des Einleitungsrohres ist. Unter sonst gleichen Bedingungen mit gleicher Reaktionsdauer, gleichen Nitrosegasmengen und gleicher Temperatur gelang es lediglich, durch Veränderung der Art der Einleitung die NZ von 30 auf ~60 zu steigern. Man kann diese Versuche als geradezu beispielhaft für die Wichtigkeit einer guten Einleitung bezeichnen.

Die Herstellung von OP 3 durch Extraktion der Emulgatoren läuft nunmehr wieder reibungslos und ergibt eine Wachssäure mit einer NZ zwischen 145 und 150. Die Ausbeute, bezogen auf OP 3, liegt zwischen 45 - 50 %. Es gelang auch, das bei der Zerkleinerung der Emulgatoren anfallende feinkörnige Material (< 0,6 mm) neu zu verwenden, da sich dieses Material bei Behandlung bei 150 - 170° zu größeren Stücken leicht zusammenschmelzen ließ. Die Untersuchung des zerkleinerten Materials ergab aber jedenfalls, daß es die gleiche Zusammensetzung hatte wie die größeren Stücke.

Von sonstigen Untersuchungen sind noch folgende wichtig:

a) Untersuchung über die Unterschiede der Einsatzmaterialien

Es hatte sich herausgestellt, daß sich Hoeschparaffin und RB-Hartwachs nicht mit völlig gleichen Ergebnissen oxydieren lassen. Eine sehr sorgfältige Untersuchung ist sowohl auf selektivem als auch auf destillativem Wege durchgeführt worden, die allerdings kein völlig klares Bild über die Ursachen der Verschiedenheiten der Oxydation erkennen ließen. Anscheinend enthält das Hoeschparaffin etwas mehr besonders hochschmelzende Anteile. Diese Frage wird noch einmal überprüft, wenn die Untersuchung der bei verschiedenen Temperaturen hergestellten Oxydationsprodukte beendet ist.

b) Untersuchung der Zusätze von Sublimat und Kondensatöl

Unter Sublimat ist das in den Kühlvorlagen anfallende Produkt zu verstehen und unter Kondensatöl die bei der Endgasreinigung anfallenden flüssigen Säuren. Eine genaue Untersuchung des Sublimats ergab bei einem Anfall in der Größenordnung von 1/2 %, bezogen auf OP 3 einen Gehalt von 87 % Säure und 13 % Unverseifbares. Die Säuren haben eine NZ von etwa 320, entsprechend einer durchschnittlichen C-Zahl von 10. Der E.P. beträgt 64°. Das Unverseifbare hat einen E.P. von etwa 68°. Anscheinend handelt es sich in beiden Fällen, sowohl beim Unverseifbaren, wie auch beim Paraffin um niedrigsiedende Anteile, die entsprechend dem höheren Partialdruck übergegangen sind. 13 % Unverseifbares entsprechend bezogen auf das Gesamtprodukt, nur etwa 0,2 %. Das Kondensatöl enthält nach den sorgfältigen Untersuchungen etwa 5 % Unverseifbares das flüssig ist und ein spez. Gew. von 0,78 hat. Die Säuren haben eine NZ von 430, entsprechend einer mittleren C-Zahl von 7. Auch hier handelt es sich offenbar um niedriger siedende Anteile als das normale OP 3, die entsprechend dem höheren Partialdruck im Endgas mitgeführt wurden. Das Unverseifbare entspricht auf OP 3 bezogen weniger als 0,1 %.

c) Untersuchungen des Waschwassers auf Säuregehalt

Für eine sorgfältige Bilanzierung wurde auch das Waschwasser auf seinen Gehalt an organischen Säuren untersucht. Dazu wurde eine größere Probe aus jeder Waschung entnommen, alkalisch gemacht und eingedampft. Nach dem Ansäuern wurde die saure Lösung mit Ather und Pentan extrahiert und dabei auf eine Charge OP 3 umgerechnet 316 g Säuren mit einer VZ von ca. 350 (entsprechend C₉) erhalten. Die

Menge beträgt etwa 0,5 % bezogen auf OP 3.

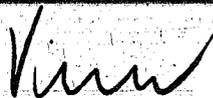
d) Untersuchungen von I.G.-Wachs L im Vergleich mit OP 32 und I.G.-Wachs PH

Das uns übermittelte I.G.-Wachs L, das aus Lieferungen des Jahres 1944 stammte, hat im wesentlichen die gleiche Zusammensetzung wie I.G.-Wachs L, das wir noch aus dem Jahr 1939 besitzen. Es sind also offenbar keine Unterschiede in der Herstellung aufgetreten.

Bei der Untersuchung von I.G.-Wachs L wurde festgestellt, daß es etwa 10 % Unverseifbares enthält. Bei einer genauen Aufteilung ist festzustellen, daß etwa 6 % alkohollösliche Säuren vorhanden sind mit NZ/VZ in der Größenordnung von 200, denen die Hauptmenge folgt mit einer NZ von 120 und einer VZ von etwa 140 - 160. Außerdem enthält das Produkt noch ungefähr 7 % Rückstand ohne bestimmbar E.P. von schwarzer Farbe, der wahrscheinlich von ungebleichten Harzen und Asphaltenen herrührt, die noch aus dem Rohmontanwachs entstammen. Bei einem ersten Vergleich zwischen OP 32 und I.G.-Wachs L fällt auf, daß die Unterschiede zwischen ~~OP 32~~ NZ und VZ bei OP 32 im allgemeinen geringer sind als bei den Säuren aus dem I.G.-Wachs L. Andererseits enthält OP 32 wesentlich größere Mengen an niedrig molekularen Säuren, andererseits aber auch eine größere Anzahl Säuren mit einer VZ von 100, die im I.G.-Wachs L überhaupt nicht enthalten sind. Die guten Eigenschaften von OP 32 dürften wohl mit dieser anscheinend besonders wirksamen Mischung von niedermolekularen und ganz hochmolekularen Säuren zusammenhängen. Weitere Untersuchungen auf diesem Gebiet sind in Vorbereitung.

c) Bearbeitet wird zur Zeit die Frage, wie stark der Abbau der C-Zahlen des eingesetzten Hartparaffins ist bei Untersuchung des im OP 3 enthaltenen Unverseifbaren und der Säuren.

Ddr. H. Dir. Dr. Hagemann



000918

Herrn Prof. Dr. Martin! ✓

(dlfd. Herrn Dir. Dr. Biederbeck)

000919

Betr.: Monatsbericht Katorfabrik/Feinreinigung Mai 1944.

Katorfabrik:

Im Monat Mai wurde bis zum 12.5. (Kenn-Nr. 1551) Buscherhof-Gur und von da ab bis Ende des Monats Oberoh-Gur verarbeitet und daraus 87 Ofenfüllungen hergestellt und damit den Lieferanforderungen restlos genügt.

| <u>Kontaktbezieher</u> | <u>1-3 mm</u> |
|------------------------|---------------|
| Victor | 8 |
| Rheinpreussen | 20 |
| KW-Betrieb | 20 |
| Krupp | 13 |
| Essener Steinkohle | 12 |
| Hoesch-Benzin | 9 |
| Schaffgotsch | 5 |
| <u>S u m m e</u> | <u>87</u> |

Anmischung:

Es gingen 96 Ofenfüllungen an ausgebrauchter Masse ein, die sich wie folgt verteilen:

| <u>Synthesewerk:</u> | <u>Ofenfüllungen</u> |
|----------------------|----------------------|
| Victor | 10 |
| Rheinpreussen | 22 |
| KW-Betrieb | 18 |
| Krupp | 18 |
| Essener Steinkohle | 16 |
| Hoesch-Benzin | 8 |
| Schaffgotsch | 4 |
| <u>Summe</u> | <u>96</u> |

Von den rückgelieferten Kontakten hatten an Paraffingehalt über 9% 3 KW-Betrieb, 1 Essener Steinkohle und 4 Ofenfüllungen Hoesch-Benzin.

Regenerierung:

Im Berichtsmonat wurden durchgesetzt
87,1t Kobalt
4,2t Thoriumoxyd
6,5t Magnesiumoxyd

Die Umlaufmenge betrug 6,4 t Kobalt.

b.w.

Fällung, Formgebung:

Es wurden 93,1 t Kobalt durchgesetzt entsprechend 70 % der vollen Kapazität.

Reduktion:

Die Fällung der Methanisierungströge wurde gelegentlich des Stillstandes am 1. d.M. erneuert.

Thoriumregenerierung:

Es wurden 6,6 t Thoriumoxyd hergestellt.

Feinreinigung:

Erzeugung 1.145 t
Versand 1.127 t

Wie folgt auf die einzelnen Kontaktbezieher verteilt:

| | |
|--------------------|----------------------|
| Victor | 47.540 kg |
| Rheinpreussen | 96.380 " |
| KW-Betrieb | 296.460 " |
| Krupp | 141.360 " |
| Essener Steinkohle | 199.470 " |
| Hoesch-Benzin | 77.850 " |
| Schaffgotsch | 268.620 " |
| Summe | 1.127.590 kg Versand |

Abgaben an Merseburg:

An das Ammoniakwerk Merseburg wurden 517 kg Grünkornstaub abgegeben mit 120 kg Co, 6 kg ThO₂, 9 kg MgO und 254 kg Kieselgur.

Störungen und ^{große} Reparaturen:

Empfindlicher Dampf- und Wassermangel. Kühlwasserrohrbruch neben neuer Lösung. Borsigkompressor Kurbellager defekt, Spellecken Drehkolbengebläse ebenfalls zur gleichen Zeit defekt, sodass Rücklieferung von Gas durch Trockengasleitung vorgenommen werden musste. Elevator I Band gerissen.

Ddr.:

Bd.

Gr.

Schmt.

Akte.

000920

Handwritten signature

Herren Professor Dr. M a r t i n /
Direktor Dr. H a g e m a n n

000921

Betrifft: Monatsbericht Mai 1944.

Aromatisierung

Die Dauerversuche laufen unter praktisch unveränderten Bedingungen weiter. - Die Versuche zur Aromatisierung eines Ungarnbenzins (Fraktion 98 - 102°) wurden abgeschlossen. Nach Herausnahme einer geringen Menge Vorlauf sowie Rückstand verlief die Aromatisierung befriedigend. Die Kohlenstoffverluste betrugen 1,6 - 1,8 Gew.%. Gleichfalls beendet wurden die Versuche mit Kobaltkontakt-Kreislaufbenzin. Es zeigte sich, daß bei Herausnahme gewisser, stark zur Kohlenstoffbildung neigender Fraktionen die Aromatisierung auch als Reforming-Prozess ohne weiteres anwendbar ist. Allerdings bedürfte diese Frage noch einer eingehenderen Bearbeitung, vor allem bezüglich des einzusetzenden Benzins, um ganz exakte Zahlenangaben machen zu können.

Schließlich wurden noch Aktivitätsprüfungen im Rahmen der Toka-Produktion durchgeführt.

Nitroparaffine

Bei der katalytischen Nitrierung von Nonan mit 63 %iger Salpetersäure wurde gefunden, daß gewisse Kontakte, zum Beispiel Aluminiumoxyd und Quarz, besonders hohe Ausbeuten an Nitroparaffinen bei einmaligem Durchgang ergaben. Die Kontaktuntersuchung wird fortgesetzt.

Die Kondensation von Formaldehyd mit C₉-Nitroparaffinen zeigte, daß es nicht unbedingt notwendig ist, die Nitroparaffine rein darzustellen; die Kondensation ist ohne weiteres mit dem Rohprodukt aus der Nitrierung, das noch erhebliche Mengen an unverändertem Nonan enthält, möglich.

Neu begonnen wurde die Nitrierung von Oktan unter Verwendung der bei Nonan angewandten Katalysatoren. Versuche liegen bisher nur in geringem Maße vor. Es scheint aber diese Nitrierung ebenso glatt zu gehen wie diejenige von Nonan.

Herstellung von Propylaminnitrat

Nachdem grundsätzlich die Herstellung von Propylamin durch katalytische Umsetzung von Propylalkohol mit Ammoniak bei Temperaturen um 400° gelungen war, wurde eine größere Menge Propylaminnitrat hergestellt. Leider konnte dieser Körper bisher nur als zähflüssiger Sirup erhalten werden, der aus Lösungsmitteln trotz Anwendung von Temperaturen bis zu -70° nicht kristallisierte. Ohne Lösungsmittel blieben analoge Versuche ebenfalls erfolglos. In dem Rohprodukt wurden geringe Mengen Propylnitrat (vermutlich entstanden aus überschüssigem Propylalkohol und Salpetersäure) sowie Dipropylaminnitrat - letzteres allerdings kristallisiert - aufgefunden. Das Rohpropylaminnitrat ist ebenso wie das

Butylaminnitrat hygroskopisch und nimmt bei längerem Stehen an der Luft; ebenso wie das Butylaminnitrat, bis zu 8 % Wasser auf. Vom Butylaminnitrat wurde übrigens eine feste kristallisierte und eine flüssige Modifikation erhalten.

Eine direkte Synthese von Propylamin aus Propylen und Ammoniak mit und ohne Wasserzusatz brachte bisher nur minimale Ausbeuten. Nach dem Bau einer geeigneten Apparatur sollen die Versuche in Kürze wieder aufgenommen werden.

Acetylenversuche für Ungarn.

Die Methanspaltversuche im Rahmen des Acetylenprojektes für Ungarn wurden abgeschlossen. Das für dort vorgesehene Material zeigte in seinen Eigenschaften keine Unterschiede gegenüber dem von uns angewandten reinen Al_2O_3 . Die Ausbeute an Acetylen sowie die Kohlenstoffverluste wichen innerhalb der Analysenfehler kaum voneinander ab. Eine Feststellung der Porenvolumina ergab auch hier weitgehende Übereinstimmung. Sie wurde zu 0,2 - 0,3 % gefunden.

Polymerisation

Hier wurden die Aktivitätsprüfungen von in der Toka-Anlage hergestellten Polykontakten fortgesetzt.

Katalytische Spaltung

Die ersten Versuche mit eigenen Kontakten wurden begonnen, wobei die Belastung mit und ohne Wasserzusatz variiert wurde. Das vorliegende Zahlenmaterial läßt noch keine genauen Schlüsse zu.

Dehydrierung

Durch den Übergang von Tagschicht auf 2 x 12 Stunden Wechselschicht ist nun auch die Herstellung größerer Mengen an dehydriertem Produkt möglich geworden. Die bisher vorliegenden Ergebnisse zeigen, daß wahrscheinlich in Zukunft von dem hohen Vakuum (100 mm Hg absolut) abgegangen werden kann. Die besten Zahlen werden zur Zeit bei einem Druck von 0,5 ata erhalten. Es soll geprüft werden, nach Möglichkeit die Dehydrierung bei Normaldruck durchzuführen. Entsprechende Versuche sind vorgesehen.

Es wird sich als notwendig erweisen, das anfallende Flüssigprodukt im einzelnen auf seine Brauchbarkeit bezüglich Schmierölsynthese und Oxosynthese zu untersuchen. Zunächst soll die Eignung zur Schmierölsynthese überprüft werden. Falls die Ölversuchsanlage die in größerem Umfange erforderlichen Versuche nicht bewältigen kann, ist beabsichtigt, dieselben im eigenen Betrieb durchführen zu lassen.

Dehydrierung Dr. Hohrieber.

Versuche zur Führung der Dehydrierung im Kreislauf ergaben Gesamtflüssigolefine im Betrage von ungefähr 38 %, hiervon im Bereich der Ausgangsiedelage 20 % bzw. 53 %, bezogen auf Gesamtölefine. Der mehrfache Einsatz des Flüssigproduktes erhöht ebenfalls den Anteil der Nebenreaktionen nicht unerheblich.

Der Einsatz von Cetan in Mischung mit größeren Mengen niedrigsiedender Kohlenwasserstoffe bzw. Gasole ergab bei Anwendung von Heptan zunächst 27 % Olefine in der Ausgangsliedlage. Spätere Untersuchungen zeigten jedoch, daß durch eine nicht zu vermeidende Cyclisierung des Heptans der ursprüngliche Effekt einer erhöhten Olefinbildung wieder zurückgedrängt wurde, vermutlich durch die bei der Cyclisierung entstehende große Wassermenge. Die Versuche wurden daher abgebrochen. Zur Zeit laufen Dauerversuche mit Ba-ThO₂-Cr₂O₃-Kontakten. Bei dreimaligem Durchsatz werden 26 % Olefine erhalten.

Dehydratisierung

Die Versuche zur Abspaltung von Wasser aus den Alkoholen des Primärproduktes aus der Kobaltkontakt-Kreislaufsynthese ergaben, daß die schon früher festgestellte Verkokung des Kontaktes überwiegend in der Vorheizzone stattfindet, wodurch außerordentlich leicht Rohrverstopfungen eintreten. Eine geeignete Vorbehandlung des einzusetzenden Produktes, evtl. unter Anwendung von Vorverdampfern, würde diese Schwierigkeit wahrscheinlich weitgehend beheben. Die Kontaktbelastung bei Anwendung von kalziniertem aktiviertem Aluminiumoxyd, das in geformtem Zustande aus der Toka-Anlage erhalten wurde, konnte bis auf 200 Vol.% Flüssigeinsatz pro Stunde gesteigert werden, wobei die OH-Zahlen des Reaktionsproduktes unter 1 lagen. Die Reaktionstemperatur belief sich auf 340°. Interessant war die Tatsache, daß nach dem Ausbau eines solchen Kontaktes auf dem Quarz des Vorverdampfers nur 3 % Kohlenstoff abgelagert waren, obwohl hier eine vollständige Verbackung eingetreten war. Dagegen wies der eigentliche Katalysator, das Aluminiumoxyd, einen Kohlenstoffgehalt von über 15 Gew.% auf, trotzdem war dieses Material noch völlig locker und ohne irgendwelche Anzeichen von Zusammenbackung. Überraschenderweise beeinträchtigte dieser hohe Kohlenstoffgehalt die Dehydratation nicht im geringsten, da die OH-Zahlen bis zuletzt unter 1 lagen. Zur Zeit bildet die Herstellung von kalziniertem Aluminiumoxyd für die Heißraffination durch die Toka-Anlage einen Engpaß. Kontakte auf neuer Basis ohne Verwendung von kalziniertem Aluminiumoxyd sind in Arbeit.

Herstellung von Nitrotoluol

Eine kleinere Versuchsreihe befaßte sich mit der Herstellung von Nitrotoluol unter Anwendung von 47 %iger Salpetersäure und Roh-toluol, d.h. Toluol mit einem Restgehalt an Isoparaffinen von ca. 3 - 4 %. Ein solches Toluol konnte bisher zur Nitrierung nicht eingesetzt werden, da die entsprechenden Vorschriften eine 100 %ige Reinheit verlangen. Als Ergebnis wurde gefunden, daß man bei ca. 100 - 110° in einem Rührgefäß bis zu 50 % an Mononitrotoluol erhalten kann. Die eingesetzte Salpetersäuremenge betrug 200 % der Theorie. Die Rührdauer betrug 4 - 6 Std. Das erhaltene Nitrotoluol konnte ohne Schwierigkeit von dem nicht umgesetzten Toluol durch Destillation befreit werden, eine Weiter-nitrierung verlief ohne Schwierigkeit. Zur Sicherheit wurde während des Versuches ein ganz schwacher Stickstoffstrom durch die Flüssigkeit geleitet, um zu verhindern, daß eine innerhin mögliche Bildung von Tetrannitromethan zu Schwierigkeiten führen würde. Tetrannitromethan siedet bei 124°. In einer nachgeschalteten Tiefkondensatfalle konnte Tetrannitromethan nur in ganz geringen Spuren

nachgewiesen werden. Es scheint also festzustehen, daß unter den angegebenen Bedingungen nur außerordentlich kleine Mengen dieser Verbindung entstehen.

Handwritten signature

000924

Monatsbericht der KW-Betriebe für April 1944.

Aus den Betrieben ist zu berichten:

Im April waren Stillstände verursacht in 4 Fällen durch vorsorgliches Absetzen der Anlage infolge Luftgefahr, in 4 weiteren Fällen durch innerbetriebliche Störungen.

In der Wassergasanlage trat durch vermehrten Koksgrus bei der Beschickung bei einigen Generatoren vorübergehend Verschlackung auf, an einem Generator durch Materialfehler ein Bruch der Beschickungsglocke ein und schliesslich ein mehrstündiger Ausfall gelegentlich einer Reparatur im Pumpenhaus für das Umlaufwasser. Am Mantelkessel von Generator 4 wurde bei der Ausserbetriebnahme eine Deformation festgestellt, die auf Wassermangel und damit auf Nachlässigkeit der Bedienung zurückzuführen ist.

In der Syntheseanlage betrug die Produktion einschl. Gasol 4746 t, die spez. Ausbeute 143,9 gr/Nm³ Nutzgas. Die Ergebnisse des Synthesebetriebs waren beeinträchtigt durch Ausfälle der Gasgebläse, Verdichter und Kohlensäurewäschen. Bis zur Fertigstellung des in Überholung befindlichen grossen Gasgebläses stand im Zusammenhang mit der Peindeinwirkung Ende März nur ein kleines Gasgebläse während der ersten Aprilwoche zur Verfügung. Die Normaldruckanlage stand während dieses Zeitraumes still. In der 2. Aprilwoche waren beide Syntheseanlagen mit der vollen Gasmenge wieder in Betrieb. Infolge eines dann eintretenden Schadens am Turboverdichter standen für die 2. Monatshälfte nur 2 Verdichter zur Verfügung, womit eine Gasmengendrosselung und eine ungünstigere Fahrweise für die Mitteldruckanlage verbunden war. Überdies stand während des ganzen Monats nur eine Kohlensäurewäsche zur Verfügung (Generalüberholung). In der Aktivkohleanlage Ausbau II wurden 2 Adsorber mit neuer Kohle gefüllt.

In der Paraffinanlage wurden 84 t mit einem Schmelzpunkt unter 65° und 526 t über 65° aus eigener Produktion sowie 524 t aus Hoeschware hergestellt, insgesamt 1128 t. Grössere Mengen Rohhartwachs wurden an Pöhlitz geliefert.

In der Schmierölanlage wurden 1362 t Primärol erzeugt, 1498 t Fertigöl hergestellt und 1379 t zum Versand gebracht.

Infolge Absatzschwierigkeiten wurden gewisse Mengen Treibgas bez. treibgashaltige Abgase der Stabilisationsanlage an einigen Tagen in das Restgas der CH-Betriebe entsennt.

000925

Herrn

Herrn Prof. Dr. Martini
(dlfd. Herrn Dir. Dr. Biederbeck)

000926

Bezr.: Monatsbericht Katorfabrik/Feinreinigung April 1944

Katorfabrik

Im Berichtsmonat wurde in 97 Ofenfüllungen Buscherhof-Gur verarbeitet.

Den Lieferanforderungen konnte restlos genügt werden; wegen langsamen Einganges von ausgebrauchter Kontaktmasse mußte gegen Ende des Monats eingeschränkt gearbeitet werden.

| <u>Kontaktbezieher:</u> | <u>1-3 mm</u> |
|-------------------------|---------------|
| V i c t o r | 10 |
| Rheinpreussen | 22 |
| KW-Betrieb | 16 |
| K r u p p | 19 |
| Essener Steinkohle | 18 |
| H o e s c h | 12 |
| ----- | |
| <u>Summe:</u> | <u>97</u> |

Armsichtung

Es gingen 83 Ofenfüllungen an ausgebrauchte Masse ein, die sich wie folgt verteilen.

| <u>Synthesewerk:</u> | <u>Ofenfüllungen</u> |
|----------------------|----------------------|
| V i c t o r | 10 |
| Rheinpreussen | 20 |
| KW-Betrieb | 13 |
| K r u p p | 16 |
| Essener Steinkohle | 12 |
| H o e s c h | 12 |
| ----- | |
| <u>Summe:</u> | <u>83</u> |

Von den rückgelieferten Kontakten hatten an Paraffingehalt über 9 % 5 KW - Betrieb - Ofenfüllungen und 2 Hoesch. Bei den KW-Kontakten betrug der Paraffingehalt bis zu 38 %. Derartige Kontakte verschmieren die Pressetücher und ergeben zusätzliche Kobaltverluste. Ein Ausschmelzen des Paraffins ist in der Katorfabrik nicht möglich.

Regenerierung

Im Berichtsmonat wurden durchgesetzt

93,2 t Kobalt,
5,5 t Thoriumoxyd, davon
1,8 t für Lützkendorf,
7,0 t Magnesiumoxyd.

Die Umlaufmenge betrug 9,4 t Kobalt.

Fällung, Formgebung

Es wurden 104,8 t Kobalt durchgesetzt entsprechend 79 % der vollen Kapazität.

Reduktion

Die Füllung der Methanisierungströge wurde gelegentlich des Stillstandes am 1. d. M. erneuert. Es wurde den ganzen Monat über mit nur 1 Gebläse gearbeitet, was als sehr günstig bezeichnet werden muss.

Thorium-Regenerierung

Es wurden 5,7 t Thoriumoxyd hergestellt.

Reinreinigung

| | |
|-----------|-------|
| Erzeugung | 990 t |
| Versand | 986 t |

Wie folgt verteilt:

| | |
|--------------------|------------|
| Rheinpreussen | 177.800 kg |
| KW-Betrieb | 108.150 kg |
| Wintershall | 46.450 kg |
| K r u p p | 139.980 kg |
| Essener Steinkohle | 292.110 kg |
| Schaffgotsch | 206.480 kg |
| Union Merseburg | 49.580 kg |

1.020.550 kg

ab Staub Victor 18.970 kg

ab Staub Schaffgotsch 15.500 kg

986.080 kg Versand

Störungen und grössere Reparaturen.

Mehrfacher Dampfangel. Druck- und Wassermangel im Ruhrwassernetz. Am Schmitt-Aufzug in Feinreinigung mehrmals Ausfälle. Aufstellung eines neuen Holzbottichs in der „Neuen Lösung“. Weitere Reinigung der Klärgruben durch Abspülen nach Presse 6 in II/6. Demagaaufzug für Sodaförderung überholt. Ausmauerung der Glühtrommel für Gurtrocknung am Brennerkopf. Turbinenlager Trockner 2 Feinreinigung gewechselt. Getriebe von Behälter 29 in Thorium-Station ausgewechselt. Neue Presse aus Extraktion in der Thorium-Station für Thoriumhydrokarbonat aufgestellt, da die bisherige zu lange Waschenzeiten ergibt.

Buscherhof-Gur

Gegenüber der Oberhohe-Gur ergaben sich bemerkenswerte Vorteile.

1. Stärkere Kuchenbildung am Wolffilter und geringeres Verschleimen von Filtertüchern.
2. Um 20 - 30 % geringere Wasserstoffbeaufschlagung der Reduziertröge, wodurch
3. nur 1 Turbogebälse zur Gasförderung den ganzen Monat über notwendig, wodurch geringere Gasverluste und geringerer Kraftbedarf.
4. Staubgehalt und Abrieb durchaus normal.

Där.: D/Bd.
Gr.
Schmt.
Akte

Der Betriebsleiter:

000927

Herrn Prof. Dr. Martin!

Betr.: Monatsbericht April 1944

000928

I. Betriebsuntersuchungen

Die Betriebsuntersuchungen wurden in der üblichen Weise durchgeführt und brachten im allgemeinen die gewohnten Werte. Auch bei den Versandprodukten traten keine Schwierigkeiten auf.

II. Sonderuntersuchungen

1. Gas- und Gasoluntersuchungen

Die interferometrischen Arbeiten an Aktiv-Kohle wurden weitergeführt und die Kontrolle der neu gefüllten Adsorber begonnen. Da nunmehr sämtliche zu Verfügung stehenden Frischkohlen untersucht sind, sind jetzt weitere Untersuchungen beabsichtigt mit reinen Gasen zur Überprüfung der Interferometerwerte.

Die theoretischen Ausbeuten auf Grund der Dekaden ergaben für April folgenden Werte:

Drucksynthese : 145,0 g flüss. Produkte + 16,1 g Gasol/m³ Nutzgas
Normalsynthese: 123,5 g flüss. Produkte + 22,0 g Gasol/m³ Nutzgas

2. Reinigung von Gasen

Die Untersuchungen an der Alkazidanlage wurden weitergeführt. Über die Ergebnisse wird besonders berichtet.

3. Benzin- und Dieselöluntersuchungen

Für die Druckversuchsanlage wurden von den drei Öfen 9, 10, und 11 insgesamt 6 Proben untersucht und die Ergebnisse weitergeleitet.

Auf Grund der bereits im vorigen Monat erwähnten Dekadenproben der flüssigen-Produkte aus der Drucksynthese ergaben sich doch recht erhebliche Differenzen im Siedeverhalten. Der Benzingehalt bis 200° schwankt zwischen 35 - 40 %, die Dieselölmenge 200/320° zwischen 17 - 25 %, die Gesamtparaffin-Menge oberhalb 320° beträgt 35 - 45 % und die Hartparaffin-Menge 13 - 17 %, wobei der Anteil im Gesamtparaffin zwischen 33 - 39 % liegt.

Die Untersuchungen der Fettsäuren, über die im vorigen Monatsbericht bereits gesprochen wurde, ist eingeleitet. Nach der Fertigstellung wird geschlossen darüber berichtet.

4. Paraffin-Untersuchungen

In der Paraffin-Abteilung wurden außer den Betriebsuntersuchungen über Siedeverhalten, und Erstarrungspunkt von RB-Hartwachs und Kontaktparaffin verschiedene Versuchsreihen weitergeführt.

a) Untersuchungen von Ceresinprodukten

Bei den Untersuchungen weiterer uns aus Belgien übersandter Ceresinprodukte ergab sich in einem Falle, daß es sich offenbar entweder um einen abgeseibten Anteil des RB-Hartwachs handelt oder um Original-RB-Hartwachs, welches nach einem Schmelzprozess neu in Schuppenform übergeföhnt worden ist. Weitere Untersuchungen sind in dieser Richtung mit neuen Proben zur Zeit in Gange.

b) Veränderung der Eigenschaften von Paraffin durch Destillation.

Wie bereits erwähnt, waren täglich die Proben von Ofenparaffin,

Rückstand der Toppanlage und Rückstand der Vakuumdestillation der Paraffin-Anlage gesammelt worden zur Untersuchung und Aufteilung in Fraktionen, wobei zu prüfen war, ob die höchst siedenden Anteile umgerechnet über den mengenmäßigen Anfall der drei Fraktionen etwa in der Reihenfolge: Offenparaffin, Topprückstand Rückstand der Vakuumdestillation abnehmen. Leider ließen sich aus den bisherigen Untersuchungen einwandfreie Ergebnisse nicht ableiten, da die Zahlen zu sehr streuten. Eine enögültige Auswertung ist aber noch nicht erfolgt. Außerdem soll sowohl die Aufteilung wiederholt werden, als auch nochmals neues Produkt gesammelt werden um durch eine Aufteilung einer 2. Serie größere Sicherheit in den Ergebnissen zu bekommen.

c) Vergleich von RB-Hartwachs mit Kontakt-Paraffin

Zur Ermöglichung eines wertmäßigen Vergleichs von Kontaktparaffin und RB-Hartwachs, wurden beide Produkte in Fraktionen aufgeteilt; dabei ergab sich zunächst, daß unser Kontakt-Paraffin die gleiche Menge an höchstschmelzenden Anteilen enthält, wie RB-Hartwachs; enögültig abgeschlossen sind die Untersuchungen noch nicht. Es ist vorgesehen, auch Kontaktparaffin der Niederdrucksynthese heranzuziehen, das wahrscheinlich nicht einen so hohen Prozentsatz von hochschmelzenden Anteilen enthält.

5. Öluntersuchungen

In der Öl-Abteilung wurden außer den Öluntersuchungen für die Ölversuchsanlage und den Prüfstand keine besonderen Arbeiten ausgeführt.

6. Verschiedene Untersuchungen

Verschiedene kleinere Untersuchungen waren erforderlich für den Betrieb und zwar vor allem verschiedene Wasseruntersuchungen, u. a. Schlammbestimmungen im Umlaufwasser, Bestimmung des Abdampfückstandes im Kondensat, Untersuchungen der Abschlämwwässer der Generatorenanlagen und des Ofenhauses, Untersuchungen des Staubes im Wassergas, Abscheidungen aus dem Rückkühlwasser. Über die Ergebnisse wird jeweils nach dem Abschluß besonders berichtet.

III. Versuchsarbeiten

1. Herstellung von Schmieröl aus Weichparaffin über Entchlörung und Chlorierung

Wie im vorigen Monatsbericht bereits erwähnt wurde, ist eine größere Probe chloriertes Paraffin stufenweise entchlort worden, um den Einfluß des Chlorgehaltes und die Eigenschaft des Polymerisates zu überprüfen. Bei der stufenweisen Entchlörung wurde so vorgegangen, daß dasselbe Material unter den gleichen Bedingungen mehrfach über Stuttgartart Masse geleitet wurde; die Jodzahlen blieben unabhängig vom Restchlorgehalt praktisch konstant. Der Chlorgehalt fiel von 1,56 % nach dem ersten Durchsatz bis auf 0,4 nach dem vierten Durchsatz und blieb dann konstant. Bei der Siedeanalyse des entchlorten Produktes fiel auf, daß der Anteil der unter 300° siedenden Produkte von unter 1 % bis auf 6 % anstieg. Der Rückstand oberhalb 320° blieb praktisch konstant bei etwa 3-4 %. Die Polymerisationen sind noch nicht restlos beendet. Es scheint aber doch so zu sein, daß noch andere Einflüsse außer dem Chlorgehalt für das Aussehen des Polymerisates verantwortlich sind. Die Untersuchungen werden nach dieser Richtung fortgesetzt.

In Zusammenhang mit diesen Fragen interessierte auch, welche Zusammensetzung die Produkte haben die niedrige Jodzahlen besitzen. Dazu wurde dasselbe chlorierte Paraffin über auf 300° erhitzte Kieselsäure geleitet. Dabei wurde bei einer Flüssigkeitsausbeute von 82 % 0,7 % Gas erhalten. Das entchlorierte Produkt hat eine Jodzahl von 25, einen Chlorgehalt von 1,3 %; der Geruch war petroleumartig. Die Analyse des Gases ergab, daß es zu etwa 90 % aus Kohlenwasserstoffen besteht, die zu 30 % ungesättigt sind. Der Rest ist CO_2 , CO und wenig Wasserstoff. Es handelt sich um typische Spaltgase, die vorwiegend aus C_2 und C_3 bestehen. In Übereinstimmung damit enthält auch das entchlorierte Produkte 20 % unter 300° siedende Anteile, d.h. es ist sehr stark gespalten worden. Auch die Polymerisation ist mit 11,5 % oberhalb 400° recht hoch.

2. Sulfonierung olefinischer Produkte

In einigen Handversuchen wurde geprüft, wie die Sulfonierung^{100°} in üblicher Weise hergestellten Entchlorungsproduktes aus Paraffin mit hoher Jodzahl verläuft. In sehr glatter Reaktion wurden dabei mit konzentrierter Schwefelsäure bei 0 bis 10° Sulfo Säuren erhalten, deren Natriumsalze sowohl wasserlöslich wie öllöslich waren. Ihre Emulgierwirkung war leider noch nicht so, daß sich beständige Öl-emulsionen herstellen lassen. Da die gute Löslichkeit der Sulfonate aber darauf hindeutet, daß die Voraussetzungen für einen Emulgator gegeben sind, sollen noch einige weitere Versuche nach dieser Richtung gemacht werden, da es für uns doch von recht großem Interesse sein könnte, wenn es gelänge einen guten Bohrölemulgator herzustellen.

3. Bestimmung des Molekulargewichts von Paraffin

Die bereits mehrfach erwähnten Untersuchungen über die Bestimmung des Molekulargewichts von Paraffin wurden nunmehr intensiv aufgenommen. Es scheint nach der Siedepunktmethode möglich zu sein, übereinstimmende Werte zu erhalten, sodaß zu erwarten steht, daß in absehbarer Zeit die für unsere weiteren Paraffinarbeiten unumgänglich notwendigen Molegewichte exakt bestimmt werden können.

4. Paraffinoxidation

a) P.O.-Versuchsanlage

Die Produktion der P.O.-Versuchsanlage betrug im April 1944 3392 kg OP 3 aus 3475 kg Hartparaffin, entsprechend einer Durchschnittsausbeute von ca. 95 %. Die Produktion wurde in insgesamt 24 Betriebstagen erzielt. An größeren Störungen traten nur einige Reparaturen an Getriebe und Stopfbüchse auf. Es zeigt sich immer wieder, daß die durch die Kriegsverhältnisse verursachte Konstruktion mit horizontal liegendem Motor, und Übertragung auf die vertikale Welle, sehr ungünstig ist. Für die Großanlage müssen deshalb unter allen Umständen vertikal gelagerte Motoren vorgesehen werden, die nur mit einer Kuppelung an die eigentliche Rührwelle angeschlossen werden müssen.

Die Endgasreinigung war wegen Schwierigkeiten am Luftherhitzer nicht während des ganzen Monats in Betrieb. Auch hier sind die Schwierigkeiten kriegsbedingt, da die von der Firma Hermann gelieferte Konstruktion des elektrisch beheizten Luftherhitzers etwas unglücklich ist. Das Silikagel mußte außerdem erneut nach etwa 1200 Betriebsstunden abgeseibt werden, da zu viel feinkörniges Material aufgetreten ist. Es trat hierbei ein Verlust von etwa 6 % ein. Nach der Abseibung konnte es wieder normal in Betrieb genommen werden. Es zeigte sich, daß sich diese Zerstörung des Silikagels nicht ganz verhindern läßt, sodaß man, wie bereits schon früher erwähnt, bei der Konstruktion der Endgasreinigung herkömmlichen muß, daß man zu einer evtl. Absetzung des Silikagels schnell entleeren kann.

b) Laborversuche

Die Versuche im 6 kg Maßstab konnten vorläufig noch nicht weitergeführt werden, da andere dringliche Arbeiten vorlagen. Es ist aber vorgesehen, sie zu gegebener Zeit nochmals aufzunehmen, um zu überprüfen, weshalb die Oxydationsausbeute gegenüber dem Großreaktor so schlecht war.

Zur Herstellung von OP 32 wurden insgesamt 13 Emulgatoren hergestellt, die, wie bereits kurz erwähnt, aus den Oxydationsprodukten bei verschiedenen Temperaturstufen ausgewählt worden waren. Die Herstellung der Emulgatoren erfolgte ganz glatt im Werner-Pfleiderer Kneter und machte keine Schwierigkeiten. Zur Extraktion wurden die Emulgatoren zerkleinert und dann in üblicher Weise mit Heptan extrahiert. Es wurde wieder gefunden, daß die Trocknung vor der Extraktion besonders wichtig ist, da sonst die Seifen derart quellen, daß das Unverseifbare nicht mehr restlos herausextrahiert werden kann. Da bei den ersten Extraktionen diese Möglichkeit nicht genau berücksichtigt wurde, wurden zunächst Produkte erhalten, deren NZ- und VZ in der Größenordnung von 125 - 133 lag. Erst nach restloser Trocknung und Berücksichtigung der Korngröße, wobei das feinkörnige Material nicht mit eingesetzt wurde, konnten Wachssäuren erhalten werden in der Größenordnung der früheren erhaltenen Produkte, etwa bei 145 bis 150. Weitere Untersuchungen sind im Gange.

Die Arbeiten über die Untersuchung der bei den verschiedenen Oxydationstemperaturen anfallenden reinen Säuren wurden weitergeführt. Sie sind immer noch nicht abgeschlossen, sodaß noch kein endgültiges Ergebnis vorliegt. Es wurden aber die früheren Zahlen bestätigt, wonach mit abfallender Oxydationstemperatur die NZ der Wachssäuren abfällt. Auch die durchschnittlichen Molzahlen der gebildeten niedrig molekularen Säuren im Seifenfettsäurenbereich scheinen mit abfallender Reaktionstemperatur anzusteigen.

Bei einem Vergleich der Wachssäuren, die einerseits aus Hoesch-Hartparaffin, andererseits aus ROH-Hartparaffin unter den gleichen Temperaturbedingungen hergestellt waren, ergab sich, daß aus dem Hoeschprodukt mehr höher molekulare Säuren resultierten. In Übereinstimmung damit wurde auch gefunden, daß in dem Hoeschparaffin mehr höchstschmelzende Anteile enthalten waren, als in dem Ruhrchemieprodukt.

Schon früher war in der P.O.-Anlage beobachtet worden, daß die NZ der Trockenprobe, d.h. der Proben, die im Betrieb selbst ausgewaschen worden waren, höher lag als die NZ einer aus dem Reaktor nach Beendigung der Reaktion entnommenen Kleinprobe die im Labor ausgewaschen wurde. Bei einer systematischen Untersuchung zeigte sich nun, daß diese Unterschiede offenbar dadurch herrühren, daß niedrig molekulare Säuren bei einer intensiven Waschung herausgewaschen wurden. Da diese niedrig molekularen Säuren hohe Neutralisationszahlen besitzen, können schon wenige Prozente die Gesamtneutralisationszahl wesentlich beeinflussen. Bei einer sorgfältigen Überprüfung wurde auch gefunden, daß man durch intensives Waschen eines an sich fertigen Produktes die Säuresahl herunterdrücken kann, da die an sich unlöslichen Fettsäuren bei Anwendung sehr großer Wassermengen doch in Lösung gehen, evtl. sogar durch eine gewisse Emulgierwirkung. Auf Grund dieser Beobachtung sind nunmehr Untersuchungen darüber im Gange, wie groß die Anteile an Fettsäuren sind, die bei der normalen Betriebswaschung im Waschwasser verloren gehen.

In Zusammenhang mit den Untersuchungen über OP 32 wurde auch OP 4

Ruhrlöcher-Aktiengesellschaft
Eberhausen-Köthen

aufgeteilt, um die entsprechende paraffinfreie Säure zu untersuchen. Nach den bisherigen Untersuchungen besitzt es eine mittlere NZ von ca. 200. Die Untersuchungen sind aber noch nicht soweit vorgeschritten, daß etwas Endgültiges darüber gesagt werden kann.

Ddr. H. Dir. Dr. Hagemann

Klein

000932

000933

Oberhausen-Holteln, den 22. 5. 1944
Abtg. F^L Roe/Fu.Herrn Prof. M a r t i n .Betr.: Tätigkeitsbericht des Forschungslaboratoriums für den
Monat April 1944.1. Katalysatorherstellung (Heckel).

Im Laufe der systematischen Untersuchung der einzelnen Arbeitsgänge bei der Katalysatorfällung wurden neue Zusammenhänge zwischen dem Umfang der notwendigen Auswaschung des Katalysatorkuchen und der späteren Imprägnierung erkannt.

Für die Mitteldruckversuche wurden siebzehn Ofenfüllungen hergestellt. Für die Methanisierung wurden 510 Liter Nickelkatalysator erzeugt.

2. Mitteldruck-Synthese (Lemke).

Als wichtigstes Ergebnis der Arbeiten in der Berichtszeit wurde gefunden, dass als die seit langem gesuchte Massnahme zur Herabsetzung der Methanbildung der Übergang von der Wasserstoffreduktion zur Vorbehandlung der Eisenkontakte mit Wassergas bei gewöhnlichem Druck dienen kann. Gleichzeitig zeigte sich, dass auf diese Weise das Verbrauchsverhältnis nach der wasserstoffverbrauchenden Seite hin verschoben werden kann.

Beispielsweise lieferte ein und derselbe Katalysator nach der Reduktion mit Wasserstoff über 20% Methanbildung (Mv) und $X = 0,93$, dagegen nach Wassergasvorbehandlung Mv unter 10 und $X = 1,15$.

Der Kreislaufversuch mit dem Kontakt F 222 wurde nach 2330 Betriebsstunden abgestellt. Er lieferte zum Schluss nach bei 223^o folgende Ergebnisse: U = 70%, Mv = 11%, X = 1,06, also Ergebnisse welche als durchaus zufriedenstellend bezeichnet werden können.

~~Die beiden Lurgi-Vergleichsversuche wurden abgestellt, da die vorgenommene Temperatursteigerung keine Besserung mehr brachte.~~

3. Herstellung konsistenter Fette (Büchner).

Aus unseren synthetischen Seifen einerseits und Schmierölen andererseits wurden konsistente Fette verschiedener Art hergestellt. Einstweilen wurden Tropfpunkte bis 91^o erzielt.

4. Alkalischmelze (Büchner).

~~Es wurde gefunden, dass bei der Alkalischmelze von Rohaldehyden die Dicköle als solche erhalten bleiben und nicht aufgespalten werden, wenn die zugegebene Alkalimenge der CO-Zahl entsprechend bemessen wird.~~

5. Herstellung von Seifen (Büchner).

In der Berichtszeit wurden 4500 Stück Seife und 106 kg Pulverseife hergestellt, mit einem Verbrauch von 4 kg Lauge mitz je 1 kg Seife.

Ddr.: Hg.

den 12. Mai 1944
VL-CH Rg/Se.

Herren Professor Dr. Martin
Direktor Dr. Hagemann

000934

Betrifft: Monatsbericht April 1944.

Aromatisierung

Die Dauerversuche zeigten auch im vergangenen Monat ein ganz allmähliches Nachlassen der Kontaktaktivität, sodaß die Temperatur weiter gesteigert werden mußte, um einen Aromatengehalt von 45 Vol.% sicherzustellen. Die Flüssigausbeute bewegt sich zur Zeit um 83 Gew.%. Die Kohlenstoffverluste sind praktisch konstant geblieben. - Weitere Versuche betrafen die Aromatisierung eines früher schon untersuchten ungarischen Erdöldestillates, das, wie bereits im vorigen Bericht erwähnt, bei erneuten Aromatisierungsversuchen ein, vor allem in der Kohlenstoffbilanz, gegenüber früher abweichendes Verhalten gezeigt hatte. Die Kohlenstoffverluste bei den jüngsten Versuchen lagen bedeutend höher als früher. Es wurde so verfahren, daß 10 Vol.% des gesamten Einsatzproduktes abgetoppt wurden und 10 - 90 % als neues Einsatzprodukt herausgeschritten wurden, der Rückstand wurde gleichfalls fortgelassen. Die mit diesem neuen Produkt durchgeführten Versuche bestätigten im großen ganzen die damaligen Werte. Zur Zeit werden noch einige weitere Versuche durchgeführt, um das anscheinend durch längeres Lagern bedingte veränderte Verhalten des Benzins in der Aromatisierung aufzuklären. - Einige Versuche mit den Fraktionen 60 - 170^o und 170 - 205^o aus der Schmierölsynthese im Rahmen des Péchiney-Projektes zeigten, daß solche Fraktionen zur Aromatisierung gänzlich ungeeignet sind. Bei schlechtem Aromatengehalt der Flüssigprodukte lagen die Kohlenstoffverluste außerordentlich hoch, sie wurden bei 6 - 7 Gew. % gefunden gegenüber normal 1,5 - 2,5 Gew.%. Es dürfte dies vor allem auf das Vorhandensein von verzweigten Kohlenwasserstoffen zurückzuführen sein, eine Möglichkeit, die bei der Aluminiumchloridsynthese auszuschließen ist. - Zuletzt wurden Versuche begonnen, die auf die Möglichkeit, die Aromatisierung als Reformingverfahren einzusetzen, abzielten. Verwendet wurde die über Aluminiumoxyd bei 350^o vorbehandelte 60-200^o-Fraktion eines Kreislaufbenzins aus der Druckversuchsanlage. ~~Die bisherigen Versuche verliefen negativ.~~ Einige abschließende Versuche zeigen dagegen schon ganz befriedigende Resultate. Vor allem ist es gelungen, die bisher viel zu hohen Kohlenstoffverluste von 5 - 6 % auf z.Zt. 2,5 % bei guten Aromatengehalten herabzusetzen.

Herstellung von Sulfonaten

Neue Versuche wurden nicht mehr durchgeführt. Über die bisherigen Ergebnisse und Erfahrungen soll demnächst eingehend berichtet werden.

Nitroparaffine

Die Herstellung von C₉-Nitroparaffinen bei Temperaturen zwischen 160 und 220° im Kreislauf wurde abgeschlossen. Unter Verwendung von konzentrierter (63 %iger) Salpetersäure wurde ein Umsatz zu maximal 25 % Nitroparaffinen erhalten bei einer Flüssigausbeute von über 95 Vol.-%. Die Isolierung der Nitroparaffine aus den Rohprodukten erfolgte nach Entfernung der stets vorhandenen organischen Karbonsäure mittels gasförmigem Ammoniak. Danach wurde das nur noch aus Nitroparaffinen und Nonan bestehende Produkt mit Methanol extrahiert. Auf diese Weise gelingt eine sehr glatte und einfache Trennung, da Nonan in Methanol praktisch unlöslich ist, hingegen die Nitroparaffine sich in Methanol sehr leicht lösen.

Vor allem wurde aber die Umwandlung von Nonan in Nitrononan auf katalytischem Wege untersucht. Von den bisher angewendeten Katalysatoren zeigt Bimsstein den größten Effekt; bei 350° gelingt bei einmaligem Durchsatz die Umwandlung bis zu 40 % bei einer Ausbeute von 85 Gew.%. Weitere Kontaktprüfversuche sowie die Feststellung der optimalen Reaktionsbedingungen sind vorgesehen. Als Salpetersäure wird konzentrierte, d.h. 63 %ige Salpetersäure eingesetzt. Ebenfalls sind Versuche vorgesehen, die Salpetersäure durch nitrose Gase zu ersetzen.

Inzwischen wurden auch die ersten Versuche zur Umwandlung der Nitroparaffine in Nitroalkohol durchgeführt. Unsere Produkte bestehen vorwiegend aus sekundären Nitroparaffinen, infolgedessen kann auch nur ein Mol Formaldehyd angelagert werden. Es ist dies sowohl bei C₉-sowie bei C₁₆-Nitroparaffinen gelungen. Die entstandenen Nitroalkohole konnten als solche analytisch identifiziert werden. Versuche zur Veresterung der Alkohole, Reduktion der Nitrogruppe zur Aminogruppe, Herstellung von Nitro- und Amino-karbonsäuren und dergl. sind vorgesehen. Die Abwicklung dieses sehr umfangreichen Programms dürfte aber noch längere Zeit in Anspruch nehmen.

Herstellung von Propylaminnitrat.

Nach Überprüfung sämtlicher in der Literatur bekannten Verfahren zur Herstellung von Propylamin wurde als einzig mögliche Arbeitsweise die katalytische Umwandlung von Propylalkohol in Propylamin in Gegenwart von überschüssigem Ammoniak über Katalysatoren erkannt. Die Arbeitstemperaturen lagen oberhalb 300°. Die Isolierung des reinen Propylamins machte in Folge des bei der Umwandlung entstehenden Wassers durch das Vorhandensein von anscheinend binären und ternären Gemischen, wie beispielsweise Propylalkohol - Propylamin - Wasser, nicht unerhebliche Schwierigkeiten. Ohne auf weitere Einzelheiten einzugehen, kann gesagt werden, daß die Herstellung auch größerer Mengen von Propylamin vorausgesetzt, daß Propylalkohol ausreichend zur Verfügung steht, kein Problem mehr darstellt. - Die Herstellung von Propylaminnitrat, die ursprünglich über das gut kristallisierende Chlorhydrat erfolgte, geschieht z.Zt. durch Eindampfen von Propylamin-Wasser-Gemisch und mit verdünnter, beispielsweise 30 - 40 %iger Salpetersäure. Hierbei sind gewisse Vorsichtsmaßregeln zu beachten, da bei erhöhten Temperaturen das Propylaminnitrat leicht zersetzlich ist. Eine Schwierigkeit liegt noch darin, daß bei der

Zum Briefe an

katalytischen Herstellung von Propylamin anscheinend normales und sekundäres Propylamin nebeneinander entstehen, wodurch die Herstellung von kristallisierten bzw. festen Produkten stark erschwert wird. An der Lösung dieses Problems wird z.Zt. gearbeitet, doch wäre auch zu prüfen, ob die Anwendung des "flüssigen" Propylaminnitrates nicht angängig ist. Die Haltbarkeit dieses Produktes scheint verhältnismäßig gut zu sein.

Da die Herstellung von Propylamin aus Propylalkohol noch keine befriedigende Lösung darstellt, wurde mit der Aufnahme von Versuchen begonnen, die unter Umgehung des Propylalkohols eine direkte Synthese aus Propylen und Ammoniak zum Ziele hatten. Das bisher nur in geringem Maße vorliegende Versuchsmaterial läßt noch keine endgültigen Schlüsse zu, es scheint aber so, als wäre auch dieser Weg durchaus gangbar. Eine Anzahl von Versuchen ist vorgesehen.

Acetylenversuche für Ungarn

Für die notwendig gewordenen neuen Versuche zur Methanspaltung mußte ein neuer Ofen für hohe Temperaturen gebaut werden. Dieser ist inzwischen fertig geworden. Mit der Aufnahme der Versuche soll sofort begonnen werden.

Polymerisation

Es wurde weiter eine Anzahl von Poly-Kontakten aus der Toka-Anlage auf ihre Aktivität und Lebensdauer untersucht. Ein Vergleichsversuch mit Original-Ipatieffkontakt zeigte die Überlegenheit mehrerer von uns hergestellter Katalysatoren. Die Prüfversuche werden fortgesetzt. - Ebenfalls sind weitere Versuche zur C₅-Polymerisation vorgesehen. Das Einsatzprodukt hierzu stammt aus früheren KS-Versuchen, die in der LT-Anlage durchgeführt wurden.

Katalytische Spaltung

Nachdem die letzten Versuche von Dr. Kolling nunmehr abgeschlossen sind, konnte mit eigenen Versuchen begonnen werden. Ergebnisse liegen im Moment noch nicht vor. Außerdem wurden an einigen Öfen Versuche zur Heißraffination von Kreislaufbenzin durchgeführt.

Analytisches

Infolge Vorliegens dringender betrieblicher Arbeiten konnten neue Untersuchungen auch im April nicht durchgeführt werden.

Dehydrierung

Nach Überwindung einiger kleiner technischer Schwierigkeiten wurde die bereits im vorigen Bericht erwähnte neue vollautomatische Apparatur für die Ausführung von Reaktionen im Vakuum in Betrieb genommen. Hierbei wird die Zuführung automatisch und völlig gleichmäßig gesteuert, die Gasmengenmessung und Gasprobenahme erfolgen ebenfalls automatisch. Somit sind die üblichen Versuchsfehler, die bei der Bedienung von Hand niemals auszuschließen sind, praktisch beseitigt. Eine Anzahl von Parallelversuchen zeigte sehr schöne, untereinander übereinstimmende Werte. Bei 535° werden z.Zt. bis zu 80 % Olefine

in den Spaltprodukten erhalten, die wiederum ca. 35 % vom Einsatz betragen. Der Olefingehalt in der Ausgangssiedelage beträgt 18 - 20 %, sodaß bei einmaligem Durchgang momentan 40 - 50 % Gesamtolefine erhalten werden. Die Herstellung größerer Mengen an dehydrierten Produkten ist vorgesehen, um die Olefine auf ihre Eignung bezüglich Oxo- und Ölsynthese untersuchen zu lassen.

Dehydrierung (Dr. Schrieber)

Infolge Erkrankung von Herrn Dr. Schrieber werden die Ergebnisse des Monats April 1944 betreffend katalytische Dehydrierung von Kohlenwasserstoffen im nächsten Monatsbericht mitgeteilt.

Horn

000937

Oberhausen-Holten, den 6. Mai 1944
VL-CH Kg/Se.

Herren Professor Dr. Martin
Direktor Dr. Hagemann

000938

Betrifft: Monatsbericht April 1944.

1) Versuche in der LT-Anlage.

Im vergangenen Monat mußten die Alterungsversuche mit der "5. Kontaktfüllung" für einige Wochen unterbrochen werden, da größere Versandaufträge an Normalhexan zu erledigen waren. Außerdem wurden während dieser Zeit im Auftrage des OKH Destillationsversuche mit Rumänienbenzin (Abtrennung von C₄ und Zumischung von C₃) durchgeführt.

2) Versuche im Laboratorium (katalytische Spaltung).

Die Spaltversuche ohne Wasserdampfzusatz mit einer Kontaktbelastung von 100 % wurden fortgesetzt. Neue Gesichtspunkte ergaben sich nicht.

Durch den Zusatz von bestimmten Eisenoxydmengen zu dem synthetischen Kontakt gelingt es, die Kohlenstoffbildung so weit zu erhöhen, wie es zur Durchführung unseres Spaltprozesses erforderlich ist. Sonstige nachteilige Wirkungen treten durch den Eisenzusatz nicht auf.

Für eine Patentanmeldung wurden noch einige Vergleichsversuche über den Unterschied der Spalteigenschaften von Fischeröl und Erdöl durchgeführt.

1/11/44

Hg 24/14

Monatsbericht der KW-Betriebe für März 1944

Aus den Betrieben ist zu berichten:

Im März waren zwei Gesamtstromstillstände und ein Spannungsausbruch im Stromnetz zu verzeichnen. Der erstgenannte Stromausfall ergab sich mit Rücksicht auf vorzeitige Abstellung bei Fliegeralarm; der zweite Stromausfall war ebenfalls bedingt durch Feindeinwirkung. Letztere Feindeinwirkung hatte Schäden in der Niederdruck- und Druckkondensation zur Folge und verursachten einen Gesamtstillstand der Anlage vom 26.3.-31.1. Ab letzteren Termin wurde die Anlage mit 75% der Leistung wieder angefahren. Die Dampfbelieferung war in diesem Monat zufriedenstellend.

Die Wassergasanlage konnte die Gasanforderung der Syntheseanlage befriedigen. Jedoch konnte die erhöhte angestrebte Gaserzeugung von 65 000 m³ nicht erhalten werden, bedingt durch die Qualität des Kokes und den unregelmässigen Dampfdruck im 2,5 atü Dampfnetz. Ferner ist noch zu erwähnen, dass der neue Generator 14 in Betrieb genommen wurde, und damit ist der Ausbau der Wassergasanlage beendet.

Syntheseanlage. Bedingt durch obengenannten Schaden durch Feindeinwirkung wurden nur 4 686 t flüssige Kohlenwasserstoffe und 407 t Gasol bei einer spez. Ausbeute von 136,2 bezogen auf flüssige und 148,2 bezogen auf die Gesamtproduktion erzeugt. Ausfälle waren bedingt wie oben gesagt durch Stromausfälle, geringfügige Gasausfälle seitens der Wassergasanlage, Ausfall eines Gasfördergebläses und durch Ausfall eines Verdichters. Ferner wurde die Produktion noch beeinträchtigt durch den Ausfall einer Kohlensäurewäsche.

Aus der Paraffinanlage ist zu berichten: Produktion 128 t unter 65° Schmelzpunkt und 209 t über 65 aus eigener Produktion sowie 538 t aus Hoesch-Produktion.

Schmierölanlage. Die Produktion betrug 1278 t Schmieröl. An die Verladung wurden 1 101 t gegeben.

000939

Handung

000940

Herrn Prof. M a r t i n .

1 kg 24/IV

Betr.: Tätigkeitsbericht des Forschungslaboratoriums für den
Monat März 1944.

Theorie der Gasaufarbeitung (Roelen, Jacob).

Die bisherigen Berechnungen waren für den vereinfachten Fall ausgeführt worden, wobei das Kohlenstoff-Wasserstoff-Verhältnis in den flüssigen Produkten mit $n = 2,0$ angenommen wurde. Da aber die Ausbeute stark von n abhängig ist, wurden 1. die richtigen Werte für n ermittelt, welche bei etwa 2,1 - 2,3 liegen, und 2. allgemeine Ableitungen errechnet, welche den Einsatz dieser n -Werte ermöglichen.

Weiterhin waren die bisherigen Berechnungen auf die Bildung reiner Kohlenwasserstoffe abgestellt. Daher wurde nun begonnen, auch die Bildung der sauerstoffhaltigen Produkte in die Ausbeuteberechnungen einzu beziehen.

Es konnte rechnerisch nachgewiesen werden, dass die zur Zeit bei der Brabag für die Reichsamtversuche durchgeführte Rechnungsart nur beschränkt gültig und in vielen Fällen falsch ist.

2. Katalysatorherstellung (Heckel).

Versuche über die Verbesserung der Kornfestigkeit trägerloser Katalysatoren gaben bis jetzt günstige Ergebnisse nur bei Zusatz von Wasserglas.

Es wurden dreizehn Ofenfüllungen verschiedener Eisenkontakte hergestellt. Ferner wurden 800 l Nickelkontakt für die Methanisierung hergestellt.

3. Synthesversuche (Lemke)

~~Das~~ bereits ~~beschriebene~~ ~~Überlegenheit~~ unseres Eisenkatalysators im Vergleich zu zwei ähnlichen, welche von der Lurgi zur Verfügung gestellt wurden, bestätigten sich wieder, wie aus der nachfolgenden Zahlentabelle ersichtlich ist:

| | ROH | Lurgi (KOH) | Lurgi (Soda) |
|----------------------|-------------------|-------------------|-------------------|
| Betriebsstunden | 1500 ₀ | 1400 ₀ | 1360 ₀ |
| Temp. | 223 ₀ | 223 ₀ | 223 ₀ |
| Umsatz | 69% | 57% | 55% |
| Methanbildung | 11% | 14% | 8% |
| Verbrauchsverhältnis | 0,99 | 1,07 | 0,95 |

In Anlehnung an die Herstellungsweise der Lurgi wurden Eisenkatalysatoren von uns mit Kaliwasserglas imprägniert. Das Verhalten war günstig, insbesondere das Aufarbeitungsverhältnis, jedoch war die Methanbildung noch erheblich.

4. Vorbehandlung von Eisenkatalysatoren (Roelen).

Es ist bereits bekannt, die anfängliche Karbiabildung bei Eisen-

kontakten durch Behandeln mit reinem Kohlenoxyd im Vakuum und bei hohen Temperaturen zur Steigerung der Aktivität durchzuführen (KWI). Da aber diese Arbeitsweise technisch auf erhebliche Schwierigkeiten stößt, so wurde versucht, diese Karbidbildung unterhalb derjenigen Temperaturen einzuleiten, bei welchen Kohlenwasserstoffbildung eintritt. Diese Vorbehandlung kann dann auf die Verwendung von reinem Kohlenoxyd verzichten und mit normalem Wassergas durchgeführt werden.

a) Gemeinsam mit Hanisch:

In Laborversuchen wurde gefunden, dass unsere frisch reduzierten Eisenkontakte schon bei 100° mit Wassergas reagieren unter Bildung geringer Mengen von Kohlensäure. Diese Umsetzungen verlaufen schneller bei Temperaturen bis etwa 150° ohne dass nennenswerte Kohlenwasserstoffbildung eintritt.

b) Gemeinsam mit Lemke:

In halbtechnischen Öfen wurden reduzierte Eisenkatalysatoren bei Temperaturen unterhalb von 170° längere Zeit hindurch mit kohlendioxydfreiem Wassergas behandelt, und zwar teils bei normalem, teils bei erhöhtem Druck. Es zeigte sich, dass diese Vorbehandlung eine Steigerung der Aktivität besonders zu Anfang bewirkt. Eine Vorbehandlung von vier Tagen ergab eine bedeutende Aktivitätsverbesserung, wobei Methanbildung und Aufarbeitungsverhältnis unverändert blieben.

5. Methanisierung (Hanisch).

Sowohl bei der Altenessener Methanisierungsanlage als auch bei der für Opel errichteten wurde beobachtet, dass die mit Nickelkontakt beschickten Zersetzer schon mehr oder weniger weitgehend Methan bilden. Die hiermit verbundenen Temperatursteigerungen bewirken Sinterung des Katalysators und damit Druckverlust.

Als Gegenmassnahmen wurden die Vergrößerung des Kornes, sowie eine vorherige Schwefelung angewendet. In Laborversuchen wurde festgestellt, dass diese Schwefelung auf einfache Weise dadurch bewirkt werden kann, dass man durch den reduzierten Nickelkontakt unser rohes noch nicht von Schwefelwasserstoff befreites Wassergas bei gewöhnlicher Temperatur hindurchschickt. Den Einfluss auf die Methanisierung zeigt folgende Übersicht:

| | | | |
|--------------------------------------|--------------------|-------------------|-------------------|
| Roh-Wassergasmenge je Liter Kontakt: | 5,6 m ³ | 12 m ³ | 18 m ³ |
| Dauer der Methanbildung: | 24 St. | 5 St. | keine. |

6. Kieselguruntersuchungen (Büchner).

Es wurde gefunden, dass das Nass-Schleudervolumen der Kieselgur in charakteristischer Weise abhängig ist von der Temperaturvorbehandlung: mit steigender Temperatur und oder längerer Erhitzungsdauer wird das Nass-Schleudervolumen geringer. Dabei sind die erhaltenen Zahlenwerte charakteristisch für die Herkunft der Guren aus verschiedenen Gruben.

7. Herstellung von tiefstockenden Estern (Büchner).

Aus dem Kühlbenzin der Spaltanlage (Olefine C₅ - C₁₀) wurden durch Oxo-Synthese die Mischalkohole C₆ - C₁₁ einerseits und die Mischaldehyde C₆ - C₁₁ andererseits hergestellt. Letztere wurden

mittels Alkalischmelze in die entsprechenden Karbonsäuren übergeführt und dann mit den zuerst erwähnten Alkoholen verestert. Es wurden drei Esterfraktionen mit sehr tiefen Siedepunkten erhalten:

| Siedelage | Siedepunkt |
|------------|------------|
| 225 - 275° | - 68° |
| 275 - 320° | - 51° |
| 320 - 345° | - 50° |

8. Seifenerzeugung (Büchner).

In der Berichtszeit wurden 4514 Stück Seife und 50 kg Pulverseife hergestellt (15 Arbeitstage, 2 Russen und 1 deutscher Aufseher).

Ddr: Hg



W. 23/IV

Herrn Prof. Dr. M a r t i n !

000943

Betr.: Monatsbericht März 1944

I. Betriebsuntersuchungen

Die Betriebsuntersuchungen wurden in der üblichen Weise durchgeführt. Besondere Schwierigkeiten traten nicht auf. Die Versandprodukte hatten, abgesehen von einigen Ausreißern bei Dieselkraftstoff, bei denen der Ausflockungspunkt bei einigen Proben nicht besonders gut war, die normalen Werte. Bei Grundbenzin wurde im Laufe des Monats März von Winterqualität auf Sommerqualität umgestellt, wozu der Dampfdruck von 0,7 auf 0,6 erniedrigt wurde.

II. Sonderuntersuchungen

1. Gas- und Gasoluntersuchungen

Die interferometrischen Arbeiten an Aktivkohle wurden laufend fortgesetzt und weitere Kohlen auf ihre Beladefähigkeit untersucht. Es wurde auch versucht die interferometrische Methode zur Charakteristik anderer Adsorptionsmaterialien zu benutzen.

Die theoretischen Ausbeuten auf Grund der Dakdenproben ergaben für März folgende Werte:

Drucksynthese : 144,2 g flüss. Produkte + 17,1 g Gasol/m³ Nutzgas
Normalsynthese: 132,7 g " " + 21,3 g " "

Bei der Normalsynthese sind die theoretischen Werte nur für 2 Dekaden ausgerechnet worden, weil die NS während der dritten Dekade nur 2 Tage in Betrieb war.

2. Reinigung von Gasen

Die Schwefelbestimmungen im feingereinigten Wassergas wurden vorläufig abgebrochen nachdem sich herausgestellt hatte, daß die bisherigen Ergebnisse bestätigt wurden. Es ist jetzt vorgesehen, die ursprünglich beabsichtigten Versuche über die Aufnahme typischer Schwefelverbindungen z.B. Thiophen in Feinreinigungsmasse zu beginnen.

Die ersten Untersuchungen der angereicherten Alkaidlauge vor der Pumpe scheinen zu ergeben, daß an dieser Stelle kein Sauerstoff in der Kohlensäure enthalten ist, sodaß die Ursache für den Sauerstoffgehalt der Kohlensäure an der Laugenpumpe zu suchen wäre.

3. Benzin- und Dieselöluntersuchungen

Für die Druckversuchsanlage wurden von 3 Öfen insgesamt 8 Proben auf ihr Siedeverhalten untersucht. Die Ergebnisse wurden planmäßig weitergeleitet. Aus den flüssigen Produkten der Drucksynthese wurden Dekadenproben gemischt und ebenfalls in der gleichen Weise wie die Produkte in der DVA an der Widmerkolonne und durch Vakuumdestillation in Benzin, Dieselöl und Paraffin zerlegt.

~~Im Rahmen der Überwachung der Laugenwäsche verschiedener Produkte wurden auch reine Fettsäuren hergestellt. Da beabsichtigt ist diese Fettsäuren industriell zu verwerten, soll zunächst noch einmal die Zusammensetzung geprüft werden unter Berücksichtigung der Siedelage~~

des gelaugten Primärproduktes.

In Zusammenhang mit den Untersuchungen über die Peroxybildung und den dadurch bedingten Abfall der Oktanzahl, wurden aus Spaltbenzinen scharf geschnittene Fraktionen hergestellt die infolge ihres hocholefinischen Charakters als Vergleichsmaterial zu unseren Primärprodukten herangezogen werden sollen.

Paraffinuntersuchungen

In der Paraffinabteilung wurden außer den üblichen Untersuchungen für den Betrieb verschiedene Versuchsreihen weitergeführt.

a) Veränderung der Eigenschaften von Paraffin durch Destillation

Bei der Aufteilung eines Hartparaffins im Original wurden 48 % Weichwachsanteile mit einem E.P. unter 65°, 33 % Mittelfraktion mit einem E.P. von 80° und 19 % Superanteile mit einem E.P. von 102° gefunden. Nach mehrfacher Destillation bis 500° war der Weichwachsanteil auf 49 % gestiegen und die Mittelfraktion auf 34 %, während die Superanteile auf 15 % abgefallen waren. Eine Destillation bis 580° ergab eine weitere Erhöhung der Weichwachsanteile auf 52 %, die Mittelfraktion blieb konstant bei 34 %, während die Superanteile bis auf 14 % abfielen. Die Untersuchung der Betriebsparaffine wird nunmehr, nachdem über 4 Wochen hinweg Proben gesammelt worden sind, durchgeführt.

b) Untersuchungen von Ceresinprodukten

Wir erhalten laufend, vor allem von unseren Geschäftsfreunden aus Belgien, Ceresinprodukte, die in Belgien importiert worden sind. Es interessiert hier, ob in diesen Ceresinprodukten Syntheseparaffine, also Kontaktparaffin oder RB-Hartwachs enthalten ist und wenn ja in welchen Mengen. Diese Untersuchungen lassen sich durchführen, da nur in unseren Paraffinen Anteile mit Schmelzpunkten über 100° vorkommen. Stellt man also in einem Ceresin Antefle mit Schmelzpunkten über 100° fest, so kann man mit Hilfe der bekannten Zusammensetzung der synthetischen Paraffine auf den Gehalt an Hartparaffin schließen. Bisher sind 3 Produkte zu diesen Untersuchungen herangezogen worden, von denen die Probe FK 8 einen E.P. von 77,5 und einen Schmelzpunkt von 92° hatte. In diesem Falle wurden 3,7 Gew. % mit einem E.P. von 105° gefunden, was bei einem Gehalt von Superanteilen von 18 % etwa einem Zusatz von 15 - 20 % von RB-Hartwachs entspricht. In einem anderen Fall wurden 14 % Anteile mit einem E.P. von 104° gefunden, was darauf schließen läßt, daß das Produkt vermutlich vollständig in diesem Fall aus Kontaktparaffin besteht. Daß es sich hierbei um Kontaktparaffin handelt, läßt sich aus der verhältnismäßig hohen Penetrometernzahl und dem niedrigen Schmelzbeginn schließen. Diese Untersuchungen sollen gelegentlich weitergeführt werden, um evtl. daraus eine allgemein gültige Methode zur Bestimmung synthetischer Hartparaffine aufzubauen.

5. Öluntersuchungen

Im Laufe des Monats wurde die Ölabeilung des früheren Hauptlabors übernommen, damit auch sämtliche dort durchgeführten Arbeiten für den Prüfstand und die Ölversuchsanlage. Die eigenen Untersuchungen über Hartasphaltbestimmungen wurden ebenfalls weitergeführt.

6. Verschiedene Untersuchungen

~~Sonstige Untersuchungen betreffen Dampfcondensate des 9 und 18-ati Dampfes, die die bekannten Korrosionen an den Gaserhitzern verursacht haben, Schlammbestimmungen im Umlaufwasser und Untersuchungen der Schlammablagerung im Kühlturm 1 und 2. Bei den Untersuchungen der~~

Dampfkondensate bestätigte sich, daß diese vorwiegend saure Reaktionen zeigen, die wahrscheinlich durch den Kohlensäuregehalt verursacht wird. Vergleichende Untersuchungen mit dem Wasserlaboratorium sind im Gange, ebenso Korrosionsprüfungen im Betrieb.

III. Versuchsarbeiten

1. Herstellung von Schmieröl aus Weichparaffin über Entchlorung und Chlorierung

Die Raffination der bei der Polymerisation im allgemeinen dunkel anfallenden Öle wurde auf verschiedenen Wegen versucht. Schon die ersten Untersuchungen zeigten, daß eine nachträgliche Raffination der fertigen Öle praktisch unmöglich ist. Man muß dafür sorgen, daß bei der Polymerisation überhaupt keine dunklen Öle entstehen. Die einfachste Form der Bleichung des olefinischen Ausgangsmaterials ist die Destillation. Überraschenderweise zeigte sich aber, daß auch die Polymerisation destillierter Materialien trotz ganz heller Farbe zu dunklen Ölen führte, d.h. eine Destillation ohne zusätzliche Maßnahmen ist auch erfolglos. Eine genaue Überprüfung der Ergebnisse zeigte nun, daß anscheinend ein Zusammenhang mit dem Chlorgehalt des entchlornten Materials besteht. Es soll daher systematisch geprüft werden, ob und wie sich die Eigenschaften der Öle ändern, wenn der Chlorgehalt eines sonst einheitlichen Materials stufenweise verringert wird.

2. Paraffinoxidation

a) P.O.-Versuchsanlage

Die Produktion der P.O.-Versuchsanlage betrug im März 1944 3344 kg OP 3 aus 3600 kg Hartparaffin, entsprechend einer Durchschnittsausbeute von 93 %. Außerdem wurden 145 kg OP 3 aus Kleinversuchen nachoxydiert. Die Produktion wurde insgesamt in 27 Betriebetagen erzielt. 3 Tage war Stillstand infolge Ausfalls im Säurebetrieb (Gesamtstillstand infolge Liegerschäden) und ein Tag fiel aus für Betriebsreparaturen. Hierbei handelt es sich im wesentlichen um kleinere Reparaturarbeiten: Ausblasen der Nitroseleitung mit Dampf, Löten bzw. Schweißen der Nitroseleitung und Dampfleitung, das Auswechseln von Kegel und Schwinde am Getriebe des Rührers im Reaktor, ferner Montage eines neuen Schmelztopfes für den Reaktor. Die Endgasreinigung ist normal in Betrieb gewesen. Charge 1, die inzwischen wieder eingefüllt worden ist, hat nunmehr 1175 Betriebsstunden hinter sich.

Besondere Störungen sind nicht aufgetreten.

b) Laborversuche

Bei Weiterführung der Versuche im 6 kg Maßstab wurde gefunden, daß der Oxydationsgrad von der Behälterform unabhängig ist. Allerdings zeigte sich wieder, daß er bei weitem nicht so gut ist, wie in dem großen Reaktionsgefäß, da man bei 12 Stunden Reaktionszeit nur auf eine Säurezahl von etwa 45 kommt gegenüber 70-75 im großen Reaktor. Zur Zeit wird noch geprüft wodurch dieser etwas große Unterschied hervorgerufen sein kann.

Zur Herstellung von OP 32 wurden neue Emulgatoren hergestellt, wobei diesmal auf die verschiedenen Betriebsbedingungen hinsichtlich Temperatur und Einsatzmaterial geachtet wurde, um gleich bei den Untersuchungen des OP 32 diese Verhältnisse berücksichtigen zu können.

Die bisherige Untersuchung der Säuren, die unter verschiedenen

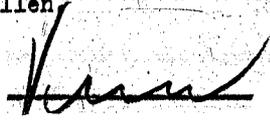
Temperaturbedingungen durchgeführt wurden, brachten schon recht interessante Ergebnisse. Ein abschließendes Bild läßt sich allerdings noch nicht gewinnen. Es scheint jedenfalls so zu sein, daß mit niedrigen Reaktionstemperaturen auch ein geringerer Abbau der Säuren eintritt. Dies ist z.B. kenntlich daran, daß die Säurezahl der niedrigstschmelzenden Säuren abnimmt bei abnehmender Temperatur. Anscheinend steigt auch die Gesamtmenge der gebildeten Säuren mit fallender Temperatur an. Das Verhältnis von Seifenfettsäuren zu Wachssäuren ist wegen der Veränderung der mittleren Säurezahl der Seifenfettsäuren nicht einwandfrei anzugeben. Jedenfalls scheint es aber so zu sein, als ob die Menge an Montansäure, d.h. der Säure mit einem E.P. von 60/70 nicht sehr stark variierte, während große Unterschiede bei den höchstschmelzenden und bei den niedrigschmelzenden auftreten. Die Verhältnisse sind recht kompliziert und noch nicht genügend erforscht, um einwandfreie Schlüsse zuzulassen. Insbesondere waren bei den bisherigen Untersuchungen die reinen Säuren noch nicht genügend paraffinrei, sodaß sowohl die Untersuchungen des Unverseifbaren als auch die der Säuren nicht genügend vergleichbar sind.

Von der niedrigstschmelzenden Fraktion aus OP 3 mit einer NZ von etwa 200 wurden Methylester hergestellt und diese dann destilliert. Dabei ergab sich, daß in den Säuren auch noch gewisse Anteile sogar von C₈ und C₉ enthalten sind. Dies ist an sich nicht weiter verwunderlich, da wir ja aus den Untersuchungen des Kondensats und des Sublimats wissen, daß derartige Säuren gebildet werden, sodaß es lediglich eine Frage der Reaktionstemperatur und der Gasmenge ist, welche Anteile dieser niedrigstschmelzenden Säuren noch im Hauptprodukt vorhanden sind.

Auffällig schien uns bei den Untersuchungen der Säuren zu sein, daß die Erstarrungspunkte einzelner Fraktionen nicht mit der Neutralisationszahl übereinstimmen, d.h. daß die Schmelzpunkte niedriger liegen als für gradkettige Säuren zu erwarten ist. In diesem Zusammenhang ist es sehr interessant, daß wir aus einer Untersuchung der synthetischen Fettsäuren der Fettsäurewerke Witten festgestellt haben, daß auch deren Säuren wesentlich niedrigere Erstarrungspunkte haben als sie haben dürften und ungefähr mit unseren entsprechenden Fraktionen zusammenfallen, wobei allerdings unsere Säuren eher höhere Erstarrungspunkte aufweisen. Z.B. hat die Nachlauftettsäure eine NZ/66 und VZ/80 und einen E.P. von 40,5°, während die aus OP 32 durch selektive Aufteilung hergestellten Säuren mit einer VZ von 185 bis 186, E.P. in der Größenordnung von 50-55° haben.

Die Untersuchung des Sublimats und des aus der Endgasreinigung anfallenden Kondensats ergab für das Sublimat eine mittlere C-Zahl von 10 und für das Kondensat eine mittlere C-Zahl von 7. Es sind jetzt größere Mengen paraffinfreier Säuren dieser Art hergestellt worden, die verestert und destilliert werden sollen, um den genauen Siedebereich zu bestimmen.

Die verschiedenen Seiten aus besonderen Gründen gesuchten Ester mehrwertiger Alkohole sind hergestellt worden und zwar Ester mit Sorbit und mit Pentaerythrit. Ein aus OP 32 hergestellter Ester aus Pentaerythrit hat einen E.P. von 85° bei einer NZ von 8 und VZ 150. Diese Untersuchungen zeigen, daß es grundsätzlich möglich ist, beliebige Ester aus unseren Wachssäuren herzustellen.



Oberhausen-Holten, den 12. April 1944

VLACH Kg/Be.

Fritz Wundt
Herren Professor Dr. Martin
Direktor Dr. Hagemann

VERWALTUNG I.

12 APR 1944 7431

Berichtswesen

Betrifft: Monatsbericht März 1944.

Versuche in der LT-Anlage (Aromatisierung).

Bei dem Versuch, nach Abklingen der anfänglichen hohen Wasserstoffreduktionswärmen des frischen Kontaktes der 5. Füllung die Reaktionsperioden auf die normalen kurzen Zeiten zu verringern, zeigte sich, daß dies nicht möglich war. Die in der Nähe der Reaktorachse befindlichen Temperaturmeßstellen fielen bei der Reaktion sehr viel weniger rasch ab als die in der Nähe der Reaktorwand angebrachten Meßstellen. Da aber die Reaktionsperiode so lange ausgedehnt werden muß, bis alle Meßstellen einen bestimmten Temperaturabfall aufweisen, weil sonst die Regenerierwärmen keinen Ausgleich finden, ergeben sich auch weiterhin sehr lange Reaktionszeiten. Die äußeren Meßstellen sinken dabei aber zu tief in der Temperatur ab, sodaß der gesamte Aromatengehalt des Flüssigproduktes zu niedrig bleibt. Der Grund wurde in einer schlechten Gasverteilung gefunden, die hervorgerufen wurde durch die sehr ungleichmäßige Körnung des Kontaktes der 5. Füllung. Während sonst der Kontakt eine Korngröße von 3 - 6 mm besaß, hatte er jetzt Körner von 3 - etwa 12 mm. Nach Ausbau der Füllung, sorgfältiger Brechung und Auslebung (3 - 6 mm) in der Toka-Anlage und Wiedereinbau waren die oben geschilderten Schwierigkeiten restlos beseitigt. Seitdem laufen normale Alterungsversuche des Kontaktes. Das Kontaktalter beträgt zur Zeit etwa 450 Reaktionen.

Im Verlauf dieser Versuche wurden Untersuchungen angestellt über die Steuerungsmöglichkeiten der Wärmebewegungen durch Verändern der Reaktionszeit bei gleicher Kontaktbelastung bzw. der Kontaktbelastung bei gleicher Reaktionszeit. Die Versuche sind noch nicht vollständig abgeschlossen, zeigen aber jetzt schon, daß es möglich ist, in sehr einfacher und zuverlässiger Weise die Wärmebewegungen zu steuern und durch Einstellen verschiedener Temperaturlagen die Stärke der Umsetzung zu beeinflussen.

Versuche im Laboratorium (katalytische Spaltung).

Bei den Spaltversuchen ohne Wasserdampfzusatz wurde die Kontaktbelastung von 50 % auf 100 % erhöht. Dadurch passen sich die Höhe der Umwandlung und damit die sonstigen Ausbeutezahlen besser den ~~Wasserdampfversuchen an. Unter anderem wurde auch ein Versuch mit~~ Granosil durchgeführt. Hier zeigte sich deutlich der bei diesem Kontakt doch erhebliche Einfluß des Wasserdampfes, der Olefingehalt liegt beim Versuch ohne Wasserdampfzusatz statt wie sonst bei 90 % nur bei 70 %.

Als Abschluß der normalen Versuchsserie der Wasserdampfversuche mit Kontakten verschiedenen SiO_2 - Al_2O_3 - Verhältnisses wurde der Einfluß des Alkaligehaltes der Kontakte geprüft. Weiter laufen noch Versuche mit Zusatz von Eisenverbindungen zur Erhöhung der Kohlenstoffbildung.

000947

11/11/44

Oberhausen-Holten, den 11. April 1944
VL-GH Rg/Se.

VERWALTUNG I.

13 APR 1944 7438

Herren Professor Dr. Martin
Direktor Dr. Hagemann

000948

Betrifft: Monatsbericht März 1944.

Aromatisierung

Der Verlauf der Dauerversuche nach nunmehr eineinhalbjähriger Betriebszeit zeigt ein langsames Nachlassen der Kontaktaktivität, vor allen Dingen in den letzten Monaten. Dieser Aktivitätsabfall kann zur Zeit noch durch leichte Temperatursteigerungen ausgeglichen werden, um den Soll-Aromatengehalt von ca. 45 Vol.% zu halten. Auf die Kohlenstoffverluste hat die Temperatursteigerung keinen Einfluß, sie bewegen sich nach wie vor in der Größenordnung zwischen 1,1 und 1,5 Gew. %. Dagegen sind die Crackgasverluste wahrscheinlich infolge der ansteigenden Temperaturen nicht unerheblich heraufgegangen, von ca. 3 - 4 Gew.% zu Beginn des Versuchs auf ca. 8 - 9 % nach der letzten Bilanz. Dementsprechend ist die Flüssigausbeute abgefallen. Sie liegt im Mittel bei rund 85 Gew. %. Die Versuche werden fortgesetzt.

Ferner wurden laufend Kontaktprüfversuche für die Toka-Anlage durchgeführt. Weitere Untersuchungen befaßten sich mit zwei Fraktionen - der Heptan- sowie der Methylcyclohexan-Fraktion des Ungarnbenzins - die schon früher untersucht worden waren. Die damaligen Ergebnisse, speziell bezüglich der Kohlenstoffverluste, konnten neuerdings nicht mehr reproduziert werden, sie sind gegenüber früher um 50 % erhöht. Laufende Versuche befassen sich mit der Aufklärung und Beseitigung dieser neuer Schwierigkeit. - Ein 3-Rohr-Ofen war auch im März für die Heißraffination von Benzin abgestellt.

Herstellung von Sulfonaten.

Hier wurden nur wenige Versuche durchgeführt, da die Belegschaft von zwei Leuten fast im ganzen März krank war. Neue Ergebnisse liegen praktisch nicht vor.

Nitroparaffine

Die im vorigen Bericht erwähnte Apparatur zur Herstellung von Nitroparaffinen auf katalytischem Wege wurde inzwischen in Betrieb genommen. Nach Überwindung einiger Anfängerschwierigkeiten wurden mit einer hydrierten C_9 -Fraktion des A.K.-Benzins die ersten Versuche bei Normaldruck, Temperaturen zwischen 300 und 400° sowie konzentrierter Salpetersäure durchgeführt. Bisher konnten an maximalem Umsatz 40 % Nitroparaffine im Flüssigprodukt erhalten werden, allerdings war die Flüssigausbeute noch nicht sehr hoch. Weitere Versuche sind in Vorbereitung.

Die Herstellung von Nitroparaffinen bei Temperaturen zwischen 160° und 220° im Kreislauf wurde mit Zusatz von Katalysatoren, die in der Salpetersäure suspendiert waren - vor allem Nitrate und Sulfate - fortgesetzt. Sämtliche angewandten Katalysatoren

zeigten keine nennenswerte Erhöhung des Umsatzes zu Nitroparaffinen. Einige apparative und verfahrensmäßige Änderungen dienen dem Zwecke einer Umsatzsteigerung, doch liegen Versuche bisher noch nicht vor. - Eine Methode zur Aufarbeitung der Nitroparaffine wurde ausgearbeitet, vor allen Dingen müssen die stets als Begleitverbindungen anwesenden organischen Säuren abgetrennt werden, dies gelang in sehr glatter Weise durch Behandlung des Rohproduktes mit Ammoniak. - Einige Versuche befaßten sich mit der Oxydation bezw. Nitrierung von Cetan.

Dehydrierung

Eine neuartige Apparatur zur Förderung von Flüssigkeiten bei Unterdrücken wurde in Betrieb genommen. Sie ist weitgehend automatisiert und garantiert gegenüber früher eine vollständig gleichmäßige Förderung bezw. Zuführung des Einsatzproduktes für die Dehydrierung über einen längeren Zeitraum. Die Entwicklung einer solchen Apparatur hatte sich als unumgänglich herausgestellt. Umfangreiche Versuchsreihen hatten ergeben, daß die bisherige Entnahme des Einsatzproduktes lediglich aus einer Vorratsbürette, zumal bei dem ungeschulten Personal, zu größeren Versuchsfehlern infolge ungleichmäßigen Durchsatzes Veranlassung gab. Diese Möglichkeit ist nunmehr ausgeschaltet und schon die ersten Ergebnisse lassen erkennen, daß gegenüber früher sehr konstante und übereinstimmende Resultate erhalten werden, die vor allen Dingen auch bezüglich des Umsatzes zu Olefinen besser sind als die Ergebnisse früherer Versuche unter sonst gleichen Bedingungen. Es wird zur Zeit darauf hingearbeitet neben der eigentlichen Dehydrierung auch eine dehydrierende Spaltung zu erreichen, die einen möglichst hohen Olefingehalt in den Spaltprodukten zum Ziele hat. Die ersten Ergebnisse liegen bei rund 70 - 80 % Olefinen in der Siedelage von ca. 120 - 280°, wobei 280° den Siedebeginn des eigentlichen Einsatzproduktes darstellt. Ein größeres Versuchsprogramm ist hier noch in der Abwicklung begriffen.

Dehydrierung Dr. Schrieber.

Die Versuche mit Bariumchromit auf Karborund ergaben zwar geringen Umsatz bei verhältnismäßig hohen Temperaturen, doch zeigte sich, daß durch mehrfachen Einsatz des Produktes im Kreislauf ansteigende Olefinausbeuten erhalten werden können. Die jüngsten Resultate liegen bei 8 % Olefinen in der Siedelage von 100 - 272° und 18 % Olefinen der Siedelage von 272 - 320°, allerdings ist hierzu ein dreimaliger Einsatz des Produktes notwendig.*

Polymerisation

~~Die Prüfung von verschiedenen hergestellten Poly-Kontakten aus der Toka-Anlage wurde fortgesetzt. Einige Verfahrensweisen bezüglich der Kontaktherstellung scheinen sich als besonders günstig herauszustellen. Ein Bericht über die Versuche wird nach ihrer Beendigung herausgegeben. - Die seinerzeit bereits begonnene Polymerisation von C₅-Olefinen aus der katalytischen Spaltung der LT-Anlage wurde erneut aufgenommen, da frühere Versuche, vor allen Dingen in der Überladefähigkeit und Motoroktanzahl sowie Bleiempfindlichkeit, stark unterschiedliche Resultate ergeben hatten.~~

Katalytische Spaltung

Die noch von Herrn Dr. Kolling im März durchgeführten Versuche sind fast abgeschlossen. Eigene Versuche sind in Vorbereitung.

Ein Laboraggregat aus der katalytischen Spaltung war ebenfalls im März für die Heißraffination von Benzin abgestellt.

Destillation

Eine neuartige automatische Laboratoriumskolonne, die kontinuierlich arbeitet, wurde in Betrieb genommen. Sie eröffnet auch für die Destillation im Laboratoriumsmaßstab ganz neuartige Möglichkeiten und dürfte nach Überwindung einiger kleiner Schwächen und Mängel sehr vielseitig anwendbar sein. Über die mir ihr erhaltenen Ergebnisse bezüglich Trennschärfe, Rücklaufverhältnis, Leistung pro Stunde und dergl. soll zu gegebener Zeit berichtet werden.

Analytisches.

Infolge betrieblicher Überwachungsarbeiten mußten geplante neue Versuchsreihen vorübergehend zurückgestellt werden.

Betriebliches Vorschlagswesen

Von dem Chemotechniker Aloys Schmitz wurden im März zwei Vorschläge hereingerichtet, der eine befaßte sich mit der Förderung kleiner Flüssigkeitsmengen bei Unterdruck, der andere behandelte die Konstruktion einer automatisch arbeitenden Vakuumprobenahme.



- X Bezüglich der Kontaktherstellung hat sich ein Verfahren: auf Karborund zunächst Bariumnitrat und erst dann beispielsweise Chrom- oder Thoriumnitrat aufzuspritzen, bewährt. Der Zusatz von Nickel soll die Abspaltung von Methan und damit die Bildung endständiger Olefine fördern.

Oberhausen-Höfthen, den 19. April 1944
Abt. Kt. Schmt/The. - 73

Herrn Prof. Dr. Martin!
(dlfd. Herrn Dir. Dr. Biederbeck)

000951

Betr.: Monatsbericht Katorfabrik/Feläreinigung März 1944.

Katorfabrik

Im Berichtsmonat wurde in 85 Ofenfüllungen Oberohe-Gur und danach vom 28.3. ab in 6 Ofenfüllungen Buscherhof-Gur verarbeitet.

Die Herstellung von Kontakten, die gemäss der Sitzung der Synthesewerke am 12. Januar 1944 in Essen einen um 10% verminderten Kobaltgehalt aufwiesen (gegenüber den vor dem 1. Mai 1943 gelieferten) wurde mit der Kennnummer 1343 am 6. März abgeschlossen, (am 7. Februar mit 1262 begonnen). Die darauf mit der Kennnummer 1344 beginnenden hatten wieder den normalen Kobaltgehalt, der nur um 5% gegenüber denen vor den 1. Mai 1943 gesenkt war. Wiederholte Störungen in der Energieversorgung, vor allem im Dampf hatten Unterbrechungen in der gleichmässigen Fabrikation zur Folge, sodass je 2 Ofenfüllungen für Rheinpreussen, Krupp und Essener Steinkohle in das Aprilprogramm aufgenommen werden mussten. Die Verteilung ist aus nachfolgender Aufstellung ersichtlich.

| <u>Kontaktbezieher:</u> | <u>1-3 mm</u> |
|-------------------------|---------------|
| Victor | 12 |
| Rheinpreussen | 20 |
| KW-Betrieb | 16 |
| Krupp | 21 |
| Essener Steinkohle | 10 |
| Hoesch | 12 |
| Summe: | 91 |

Anmischung

Im Berichtsmonat gingen an ausgebrauchter Masse 107 Ofenfüllungen ein, die sich auf die einzelnen Werke wie folgt verteilen.

| <u>Synthesewerk:</u> | <u>Ofenfüllungen</u> |
|----------------------|----------------------|
| Victor | 12 |
| Rheinpreussen | 20 |
| KW-Betrieb | 23 |
| Krupp | 25 |
| Essener Steinkohle | 15 |
| Hoesch | 12 |
| Summe: | 107 |

Von den rückgelieferten Kontakten hatten an Paraffingehalte über 9 % 1 KW-Betrieb und 2 Hoesch.

Regenerierung

Im Berichtsmonat wurden in der Kontaktauflösung durchgesetzt

88,6 t Kobalt,
5,0 t Thoriumoxyd, davon
0,8 t Aufarbeitung für Lützkendorf,
6,7 t Magnesiumoxyd.

Die Umlaufmenge betrug 9,4 t Kobalt (dabei ein Teil aus dem Schlamm der Klärgruben enthalten). Die neue Schwimmerstandsmessung durch B.K. im Massbehälter fertiggestellt und übergeben.

Fällung, Formgebung

Es wurden 98,2 t Kobalt durchgesetzt entsprechend 74 % der vollen Kapazität.

Reduktion

Die Füllung der Methanisierungströge wurde gelegentlich des Stillstandes am 1. d.M. erneuert (225 kg pro Trog = 900 kg insgesamt).

Thorium-Regenerierung

Es wurden 5,1 t Thoriumoxyd hergestellt.

Feinreinigung

Erzeugung 1049 t
Versand 1040 t

die sich wie folgt auf die einzelnen Synthesewerke verteilen:

Synthesewerk:

| | |
|--------------------|---------|
| V i c t o r | 64,2 t |
| Rheinpreussen | 62,2 t |
| KW-Betrieb | 249,2 t |
| Wintershall | 46,9 t |
| K r u p p | 129,4 t |
| Essener Steinkohle | 332,2 t |
| H o e s c h | 76,9 t |
| Schaffgotsch | 78,8 t |

Summe: 1.039,8 t

Störungen und grössere Reparaturen.

~~Mehrfache Ausfälle an Ruhwasser- und Dampf-Böttich 5/1 in II/6~~
defekt. Band 4 in Formgebung erneuert. Strangpresse von Trockner 3 ausgewechselt. Schmitt-Aufzug in Feinreinigung dauernde Störungen. Lösebehälter 4 Ausmauerung beendet.

Reinigung der Klärgruben

Am 15. d.M. wurde mit der Säuberung der Klärgruben durch Abpumpen des Schlammes nach Presse 6 in II/6 begonnen, und diese Arbeit bis Monatsende fortgesetzt.

Abgaben an Merseburg

An die I.G. in Leuna wurden 740 kg Grünkorn abgegeben mit 173 kg Co₂, 9 kg ThO₂, 13 kg MgO, 361 kg Röstgur.

Der Betriebsleiter:

000952

Holten, den 7. April 1944

Monatsbericht der KW-Betriebe für Februar 1944

Aus den Betrieben ist zu berichten:

Im Februar verursachten zwei Teilstromausfälle durch Spannungseinbruch bedingt einen geringen Produktionsausfall. Ein weiterer Gesamtstromausfall - Dauer eine Stunde - wurde durch Schalterexplosion im KW-Schaltheus verursacht. Die Dampfbelieferung in diesem Monat war regelmäßig; lediglich zwei kleinere Druckeinbrüche waren zu verzeichnen, die jedoch keinen Produktionsausfall nach sich zogen.

Die Wassergasanlage konnte die Gasanforderung der Syntheseanlage voll befriedigen. Die im vorigen Monat erfreuliche Besserung des Koksens wurde von seiten der Lieferwerke nicht beibehalten, so dass auch hier wieder Schritte unternommen werden müssen.

Syntheseanlage. Erzeugt wurden 4 779 t flüssige Kohlenwasserstoffe und 384 t Gasol bei einer spez. Ausbeute von 134,4 t bezogen auf flüssige und 145,2 g/Nm³ bezogen auf die Gesamtproduktion. Produktionsausfälle traten dreimal auf, die durch Korrosionsschäden in der Drucksynthese bedingt waren. Der längste Stillstand dauerte 11 Stunden in bezug auf die Drucksynthese.

Paraffinanlage. Produktion 130 t unter 65° Schmelzpunkt und 364 t über 65° aus eigener Produktion sowie 372 t aus Hoechst-Produktion.

Schmierölanlage. Produktion 1020 t. An die Verladung wurden 1 169 t zum Versand gegeben.

000953

Wandberg

000954

Oberhausen-Holteln, den 22.3.1944.
Abtg. FL Roe/Tu.

Herrn Prof. M a r t i n .

Betr.: Tätigkeitsbericht des Forschungslaboratoriums für die Monate
Januar / Februar 1944.1. Bau neuer Syntheseföfen (Roelen).

Die Aufstellung weiterer Einrohröfen mit Mannesmann-Doppelrohren wurde so gefördert, dass gegen Ende der Berichtszeit insgesamt elf derartiger Öfen betriebsfertig waren.

2. Theorie der Gasaufarbeitung (Roelen).

Eine vorläufige Zusammenstellung der neuen Formeln über die Gas-aufarbeitung und den Syntheseverlauf wurde an die verschiedenen daran interessierten Stellen des Werkes ausgegeben.

3. Katorherstellung (Heckel).

Es wurde u. a. untersucht, welchen Einfluss der Umfang der Auswaschung auf den Syntheseverlauf bei Eisenkatalysatoren hat. Bei karbonatgefällten Katalysatoren lässt sich ein deutliches Optimum der Waschwirkung erkennen, während hydroxydgefällte Katalysatoren einen solchen Einfluss nicht klar erkennen lassen.

Für die Methanisierung wurden 1,55 cbm Nickelkatalysator hergestellt.

4. Syntheserversuche (Lemke).

Der Kreislaufversuch mit dem paraffinbildenden Kontakt 2093 der Katorfabrik wurde nach einer Laufzeit von über fünf Monaten abgebrochen, wobei zum Schluss Umsatz und Paraffinanteil beide noch über 60% lagen. Bemerkenswert war, dass zu mindesten in der zweiten Hälfte der Laufzeit der Olefingehalt in den flüssigen Produkten beträchtlich war:

| | | | | |
|----------|--------|--------|--------|--------|
| | - 200° | - 290° | - 320° | - 460° |
| Olefine: | 64% | 67% | 56% | 35%. |

~~In einem 50-l-Ofen wurde ein Eisenkatalysator bei gewöhnlichem Druck gefahren. Bei 230 - 235° wurde ein Umsatz von rund 50% erzielt. Die Methanbildung war relativ hoch.~~

Eisenkatalysatoren mit 5% Kieselgur wurden nach verschiedenartiger Reduktion geprüft, gaben aber keine befriedigenden Ergebnisse.

Als Vorversuche für den Grosseinsatz wurden Vergleichsversuche zwischen zwei Eisenkontakten der Lurgi und zwei von uns ausgeführt, wobei im Kreislauf gefahren wurde. Die gleichen Vergleichsversuche wurden auch in Frankfurt a.M. durchgeführt. Während die Versuche bei der Lurgi kein klares Ergebnis brachten (Luftangriffe), zeigte sich bei unseren Versuchen, dass einer der beiden RGH-Kontakte den beiden Lurgi-Katalysatoren mindestens gleichwertig, in einigen Beziehungen sogar überlegen war. Der Kieselgurärmere der beiden RGH-Kontakte musste an beiden Stellen nach relativ kurzer Betriebsdauer ausgetauscht werden.

5. Verschiedene Syntheserversuche (Roelen Hanisch).

Es wurde festgestellt, dass Natriumformiat bei den Betriebstemperaturen der Kohlenwasserstoff-Synthese (200 - 230°) in Gegenwart unserer Eisenkatalysatoren durch Wasserdampf zersetzt werden kann unter Bildung von Kohlendioxyd. Hierin ist eine weitere Stütze der Formiattheorie zu erblicken, wonach die Bildung von Kohlendioxyd bei der Synthese in Gegenwart alkalischer Katalysatoren auf dem Wege

über Formiate als Zwischenverbindungen erfolgt: Alkali bildet mit Kohlenoxyd Formiat. Dieses wird durch Wasserdampf verseift, worauf die frei gewordene Ameisensäure in Kohlendioxyd und Wasserstoff zerfällt.

~~Die Reduzierbarkeit zahlreicher Eisenkontakte wurde untersucht.~~

6. Herstellung von Fettsäuren (Büchner).

Es wurde gefunden, dass Rohaldehyd aus Oxo-Synthese sehr glatt in die entsprechenden Fettsäuren übergeführt werden können, dadurch dass man das rohe Gemisch aus Aldehyden, Kohlenwasserstoffen, Dickölen und Metallkarbonylen der Alkalischmelze unterwirft. Auf diese Weise wurden z.B. Fettsäuren C₆ - C₉ gewonnen. Bemerkenswert war, dass die so gewonnenen Säuren ausserordentlich tief stockend waren (Stockpunkt 50 - 80° tiefer als die geradkettigen und 20 - 30° ~~als~~ tiefer als die direkt bei der Kohlenwasserstoff-Synthese gewonnenen Säuren). +)

Im Jahre 1943 wurden insgesamt 28324 Stück Seife an das Hauptmagazin abgegeben. In der Berichtszeit wurden 17110 Stück Seife hergestellt. Hierbei wurden im Mittel 0,45 kg Emulsion je 100-g Seife verbraucht.

+ Aus den so gewonnenen Säuren wurden mit den entsprechenden Alkoholen von gleicher Molekülgrösse Ester erzeugt, deren wesentliche Merkmale ebenfalls wiederum ~~fast~~ tiefe Stockpunkte sind. Ihre Verwendung als Zusatz zur Schmierölverbesserung ist in Vorbereitung.

7. Kieselguruntersuchungen (Roelen Büchner).

In der Katorfabrik bereitet die Verarbeitung von Kieselgur ~~anso-~~ fern Schwierigkeiten, als wegen der grossen Schwankungen in der Kieselgurqualität die Kobaltdichte nicht gleichmässig und willkürlich eingestellt werden kann. Um dem abzuhelpen, wurde eine neue Analysenmethode zur Bestimmung des Verhaltens der Kieselgur im nassen Zustand ausgearbeitet. Es zeigte sich, dass das sogenannte Nass-Schleudervolumen eine charakteristische Eigenschaft der Guren ist und ihr Verhalten im nassen Zustand voraussichtlich besser wiedergibt als die bisherigen trockenen Methoden (Litergewicht und dergl.).

8. Methanisierung (Hanisch).

Die Anlage in Essen wurde frisch gefüllt und läuft im übrigen ohne Störung weiter. Lediglich am Zersetzer war eine kleine Reparatur nötig.

Am 16.2. wurde die bei Opel errichtete Methanisierungsanlage erneut angefahren, und zwar diesmal mit Erfolg. Es wurde ein Gas mit einem oberen Heizwert von über 7000 laufend erzeugt.

gez. Roelen

Ddr.: Hg.

000956

Oberhausen-Holteln, den 8. März 1944
Abt. HL Rg/Se.

Herren Professor Dr. Martin
Direktor Dr. Hagemann

VERWALTUNG
10. MÄRZ 1944 7.11.44
Büro

Betrifft: Tätigkeitsbericht Monat Februar 1944.

Aromatisierung

Die Dauerversuchsreihen laufen unter praktisch unveränderten Bedingungen weiter. - Eine Anzahl von Kontakten aus der laufenden Produktion der Toka-Anlage wurde auf ihre Aktivität untersucht, die im allgemeinen als normal angesprochen werden kann. Die Untersuchung mit der C₆-, C₈- sowie C₉-Fraktion des A.K.-Benzins bei verschiedenen Temperaturen mit dem Ziele hoher Aromatenausbeuten wurde abgeschlossen. Ein Bericht hierüber ist für die nächste Zeit vorgesehen. - Neben einigen Spezialversuchen für die LT-Anlage und einigen Materialprüfversuchen wurde noch ein rumänisches Erdöldestillat (Heptan-Methylcyclohexan-Gemisch) zur Aromatisierung eingesetzt. Diese Reihe ist noch nicht abgeschlossen. - Ein 3-Rohr-Ofen aus der Aromatisierungsanlage wurde für die Dehydratisierung von Benzinen (Heißraffination) umgebaut und arbeitet zur Zeit für die Ölversuchsanlage.

Herstellung von Sulfonaten

Die Produktion in der halbertechnischen Apparatur verlief auch im vergangenen Monat noch keineswegs befriedigend. Vor allen Dingen stellte sich heraus, daß in dem leider aus gewöhnlichem Eisen hergestellten Reaktionstopf, in dem die Olefine mit Schwefelsäure umgesetzt werden, durch Angriff der Schwefelsäure auf das Eisen, trotz der tiefen Temperatur, anscheinend Eisensulfonate gebildet werden. Diese stellen eine äußerst zähe, schmierige, braune Masse dar und erschweren außerordentlich die Aufarbeitung der Sulfonate, besonders nach dem von uns neu entwickelten Extraktionsverfahren, d.h. der Abtrennung des Restparaffins nach der Sulfonierung mittels Pentan oder Hexan. Versuche zur Behebung dieser Schwierigkeiten sind vorgesehen. Sollte diese sich aber nicht durchführen lassen, so ist beabsichtigt, die Herstellung von Sulfonaten demnächst abzuschließen. Es soll danach nur noch geprüft werden, ob sich die bisher immer zähe und halbste Konsistenz, auch der reinen Sulfonate, evtl. ändern läßt mit dem Ziel, feste Produkte herzustellen.

Nitroparaffine

Es ist eine Apparatur im Bau, mit der die Herstellung von Nitroparaffinen, vor allem der C₉-Fraktion, auf katalytischem Wege durchgeführt werden soll. Gleichzeitig kann dann die Reaktionstemperatur von 180° - 200°, die zur Zeit angewandt wird, auf 300° und darüber erhöht werden, womit wahrscheinlich der Umsatz erheblich zunehmen wird. - Eine Anzahl von Versuchen diente der Aufarbeitung der angefallenen Reaktionsprodukte im Hinblick auf die Trennung in Nitroparaffine, Suren und unumgesetztes Restbenzin.

Dehydrierung

Die bisherigen Ergebnisse wurden in einem Bericht vom 22.2.44 zusammengefaßt. Neue Versuchsreihen beabsichtigen, einmal eine erhöhte Olefinausbeute unter Zusatz von Wasser bzw. Wasserdampf zu erreichen, zum andern die Ausbeute an Olefinen durch eine sogenannte "spaltende Dehydrierung" erheblich zu steigern. Beide Versuchsreihen haben gerade begonnen, Ergebnisse liegen praktisch noch nicht vor.

Dehydrierung (Dr. Schrieber)

Eine Anzahl von Versuchen befaßte sich mit der Möglichkeit, durch geringe Mengen an aktiver Substanz eine Verringerung der Aromatenbildung zu erreichen. Es stellte sich jedoch heraus, daß hierbei auch vor allem die Olefinisierung wesentlich zurückging und die im allgemeinen bisher erreichte Ausbeute von 20 % nicht mehr gehalten werden kann.

Polymerisation

Eine Serie von sechs Poly-Kontakten, die in der Toka-Anlage von Herrn Dipl.-Ing. Spiake hergestellt wurden, diente dem Zwecke der Erreichung möglichst aktiver Kontakte. Da die Aktivitätsprüfung sich jeweils über einen längeren Zeitraum erstreckt, lassen sich genauere Angaben zur Zeit noch nicht machen.

Katalytische Spaltung

Zur Zeit werden von Herrn Dr. Kolling abschließende Versuche eines größeren Programms durchgeführt, die Ende März abgeschlossen sein dürften. Danach soll mit eigenen Versuchen begonnen werden.

Analytisches

Die analytische Abteilung war mit einer Ausnahme auch im Februar restlos für betriebliche Untersuchungen eingesetzt. Lediglich eine Versuchsreihe wurde begonnen, die eine analytische Basis für die Bilanzierung der Sulfonatversuche zum Ziele hatte. Diese Methode befindet sich noch in der Ausarbeitung.

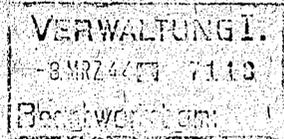
Betriebliches Vorschlagswesen

Es wurde ein Vorschlag eingereicht, der einen vermehrten Einsatz besonders talentierter Gefolgschaftsmitglieder im Hinblick auf den Mangel an Handwerkern sowie die Schwierigkeit bezüglich Glasbläserarbeiten vorsieht.

000957

Handwritten signature

Herren Professor Dr. Martin
Direktor Dr. Hagemann



Betrifft: Tätigkeitsbericht Monat Februar 1944.

1) Versuche in der LT-Anlage (Aromatisierung).

Die Aromatisierungsversuche mit der neuen 5. Kontaktfüllung verliefen bisher normal. Wie auch schon früher beobachtet, gab der frische Kontakt in den ersten Tagen höhere Wasserstoffwärmen als sonst. Durch entsprechende Verlängerung der Reaktionszeit konnten diese zusätzlichen Wärmemengen ausgeglichen werden.

Die Verteilung der Kohlenstoffbildung im Reaktor wurde erneut durchgemessen. Qualitativ wurde dasselbe Bild wie bei der 4. Füllung festgestellt, wenn auch quantitativ der Effekt nicht mehr so stark war.

Aus Gründen der Chromeinsparung wurde jetzt statt der Dampfkühlschlange aus Sicromal zum Schutze des Auflagesiebes eine Kühlschlange aus normalem Stahl eingebaut, die mit etwa 200° heißen Druckwasser betrieben wird. Bisher konnten keine nachteiligen Wirkungen festgestellt werden.

2) Versuche im Laboratorium (katalytische Spaltung)

Einige bei verschiedener Fällungstemperatur hergestellte Kontakte wurden streng reproduziert. Die Spaltergebnisse entsprechen genau den zuerst erhaltenen Zahlen.

Die Spaltversuche ohne Wasserdampfzusatz wurden mit einer Reihe von Kontakten verschiedenen $\text{SiO}_2\text{-Al}_2\text{O}_3$ -Verhältnisses fortgesetzt und geben jetzt ein verhältnismäßig klares Bild. Eine Schwierigkeit tritt insofern ein, als die Kontakte weniger Kohlenstoff bilden als bei der Durchführung des Spaltprozesses nach unserem Verfahren zur Aufrechterhaltung einer normalen Reaktionszeit erforderlich ist. Es muß daher versucht werden, Kontakte mit größerer Kohlenstoffbildung herzustellen.

000958

H. H. H. H.

BL V/Wk

Herrn Prof. Dr. Martin

000959

Betr.: Monatsbericht Februar 1944

I. Betriebsuntersuchungen

Die Betriebsuntersuchungen wurden in der üblichen Weise durchgeführt. Besondere Schwierigkeiten traten nicht auf. Die Versandprodukte hatten die verlangten Werte.

II. Sonderuntersuchungen

1. Gas- und Gasoluntersuchungen.

Das Interferometer wurde laufend zur Untersuchung der Beladefähigkeit von Aktivkohle eingesetzt. Dabei wurden einerseits C_2 und C_4 -Beladungen an Kohlen der Aktivkohle-Anlage II durchgeführt als auch Vergleiche zwischen einzelnen Kohlensorten gezogen. Die Arbeiten sind im wesentlichen abgeschlossen. Berichte hierüber sind in Vorbereitung.

Zur Überprüfung der Änderungen in der Zusammensetzung des Wassergases, die sich beim Durchgang durch die Feinreinigung ergeben, wurden Gasanalysen durchgeführt am Staurand G1A vor der Feinreinigung und am Staurand G1B nach der Feinreinigung. Durch Konvertierung und Verbrennung des Sauerstoffs tritt eine geringe Änderung in der Zusammensetzung auf und zwar fällt der Aktivengehalt um ca. 0,3 % ab und die Dichte ändert sich in der Größenordnung von unter 0,2 %. Trotz dieser sehr geringen Abweichung soll ab sofort für die Auswertung der Betriebskontrolle die Analyse am Staurand G1B zugrunde gelegt werden.

Die theoretischen Ausbeuten auf Grund der Dekadenproben ergaben für Februar folgende Werte:

Drucksynthese: 145,9 g flüss. Produkte + 16,6 g Gasol/m³ Nutzgas
~~Normalsynthese: 127,9 g " " " + 19,4 g " " "~~

2. Reinigung von Gasen

Bei weiteren Schwefeluntersuchungen im feingereinigten Wassergas wurde gefunden, daß in der Spaltapparatur etwa 20 - 30 % des organischen Schwefels nicht umgesetzt werden. Absolut genommen ist allerdings diese Menge gegenüber 5 % im grob gereinigten Wassergas wesentlich kleiner. Weitere Untersuchungen sind noch in Vorbereitung.

Im Wassergas hinter dem Gasometer wurden mehrfach Ammoniakbestimmungen durchgeführt bei denen bisher ein Ammoniakgehalt von 170 - 180 mg/m³ ermittelt wurde. Weitere Untersuchungen müssen allerdings diese Zahlen noch bestätigen.

Bei weiteren Untersuchungen der Alkaldilauge wurde gefunden, daß in der angereicherten Lauge soviel Luft enthalten ist, daß sie auf die absorbierte Kohlensäure bezogen in der Größenordnung von 0,1 % liegt. Da diese Lauge nach der Pumpe gezogen wurde, sind weitere Untersuchungen vorbereitet, um festzustellen, ob vielleicht die angereicherte Lauge in der Pumpe Luft ansaugt.

3. Benzin- und Dieselöluntersuchungen

Nach Abschluß der Ringversuche der Synthesewerke wurde noch ein

weiterer eigener Versuch angesetzt, um die Abhängigkeit der Oktanzahl von der Peroxybildung erneut zu bestimmen. Es zeigte sich wieder, daß in peroxydangereicherem Benzin die Oktanzahlen außerordentlich schwer zu bestimmen sind und die Streuungen offenbar wesentlich größer sind als in peroxydfreiem Benzin.

Da das Zentralbüro beabsichtigt, die von mir aufgestellte Kurve, welche die Abhängigkeit der Cetanzahl bei Synthese-Dieselmotoren wiedergibt, in seinen Untersuchungsmethoden zu veröffentlichen, wurden neue Versuche angesetzt, um diese Kurve möglichst exakt festzulegen. Dabei ergaben sich gewisse Differenzen gegenüber früher, die anscheinend nicht durch die Änderungen der Methode Aussetzer-Zündverzögerung erklärt werden können. Weitere Versuchsreihen mit olefinischem Dieselöl sind beabsichtigt, da evtl. der hohe Olefingehalt früherer Dieselmotoren die beobachteten Unterschiede erklären können.

Aus der DVA wurden insgesamt 7 Proben untersucht.

Zur Ermittlung des Fettsäuregehaltes im Gasöl wurde eine größere Menge im Laboratorium mit Natronlauge behandelt und in der Lauge die Fettsäuren bestimmt. Es wurde gefunden, daß man aus der NZ des Gasöls vor und nach der Laugung die gewinnbaren Fettsäuremengen gut berechnen kann. Größere Verluste durch wasserlösliche Seifen treten nicht auf.

Für die Betriebskontrolle wurden Viskositäten von rohem AK-Benzin und Kondensatöl bestimmt; außerdem wurde der Gasölgehalt im AK-Benzin ermittelt, wobei gefunden wurde, daß eine gewisse Gesetzmäßigkeit vorhanden ist, sodaß man aus der Kennziffer des rohen AK-Benzins etwa den Gasölgehalt vorausberechnen kann.

4. Paraffinuntersuchungen

In der Paraffinabteilung wurden außer den üblichen Untersuchungen der Produkte aus der Paraffinanlage verschiedene Versuchsreihen weitergeführt.

a) Veränderung der Eigenschaften von Paraffin durch Destillation

Bei der nochmaligen Kontrolle der bisherigen Ergebnisse, wobei die Destillation im Vakuum nur bis etwa 500° durchgeführt wurde, ergab sich wieder, daß bereits bis zu dieser Temperatur eine geringe Vermehrung der Weichwachsteile eingetreten ist. Weitere Untersuchungen nach dieser Richtung betreffen jetzt zunächst die Frage, ob durch die Betriebsdestillation bereits eine Veränderung ~~in den Eigenschaften des Hartparaffins eintritt.~~

b) Untersuchung der Eigenschaften von Extraktionsparaffin

Nachdem durch erweiterte Destillation alle Anteile von Primärparaffin, die aus dem Lösungsmittel stammen, entfernt waren, wurden die Anteile oberhalb 380°, die das reine Extraktionsparaffin darstellten, selektiv und destillativ aufgetrennt. Dabei wurde gefunden, daß die Anteile an Weichwachs offenbar wesentlich höher sind als entsprechend geschnittene Primärparaffine und vor allem die Superanteile sehr viel kleiner sind. Außerdem wurden erhebliche Differenzen in der Zusammensetzung zwischen den beiden Öfen 141 und 142 gefunden. Die Untersuchungen werden aber noch fortgesetzt.

c) Untersuchung über die Zusammensetzung von Tafelparaffin

Bei einer Aufteilung unseres normalen Tafelparaffins mit Essigester zeigte sich, daß es kein besonders einheitliches Produkt

darstellt, sondern neben 30 % Paraffin mit einem Schmelzpunkt von 41^o etwa 50 % Paraffin mit einem Schmelzpunkt von 57^o enthält. Normalerweise wird von Tafelparaffin ein sehr viel engeres Schmelzintervall verlangt.

5. Öluntersuchungen

Die Untersuchungen für den Prüfstand wurden fortgesetzt. Ebenso sind die vergleichenden Hartasphaltbestimmungen weitergeführt worden. Die Versuchsreihe ist noch nicht abgeschlossen, da noch weitere künstlich und motorisch gealterte Öle untersucht werden müssen.

6. Verschiedene Untersuchungen

Über die Untersuchungen der Korrosionen an den Gaserhitzern in der AK-Anlage ist ein erster Bericht über die Eigenschaften der verschiedenen Dampfkondensate herausgegangen. Im Prinzip wurde gefunden, daß die Dampfkondensate fast ausnahmslos sehr niedrige p_{H_2} -Werte bis 5,5 aufweisen, wahrscheinlich hervorgerufen durch gelöste Kohlensäure bzw. geringe Spuren von Fettsäuren aus der Synthese. Wie weit diese niedrigen p_{H_2} -Werte die Ursache von Korrosionen sein können, wird zur Zeit durch Korrosionsversuche im Betrieb geprüft.

Über die Entfernung der Verkrustungen an den Kühlerh der Gasverdichter ist inzwischen ein abschließender Bericht herausgegangen mit einigen Vorschlägen, wie zweckmäßigerweise diese Verkrustungen entfernt werden können.

III. Versuchsarbeiten

1. Herstellung von Schmieröl aus Weichparaffin über Chlorierung und Entchlorung

Die Untersuchungen gehen in der besprochenen Richtung weiter. Über die Ergebnisse wird erst im nächsten Monat wieder im einzelnen berichtet.

2. Herstellung von Getriebefetten mit hohem T_{op}fpunkt

Die Untersuchung der von der Firma Calypsol gelieferten Fette ergab ~~recht interessante Ergebnisse. Sie zeigte vor allem, daß bei der Wahl der Fettsäuren als auch in der Art des Öles prinzipielle Unterschiede zwischen der Friedensqualität und der jetzt gelieferten Qualität bestehen.~~ Während in der Friedensqualität etwa 15 % Fettsäuren mit einer NZ/VZ in der Größenordnung von 190 vorhanden sind mit Schmelzpunkten in der Größenordnung von 140 - 150, evtl. vermischt mit etwas Montansäure zeigen die Säuren bei der Kriegsqualität wesentlich niedrigere Schmelzpunkte. Anscheinend sind hierbei z.T. Harzsäuren benutzt worden. Weiterhin wurde gefunden, daß tatsächlich die sich im ~~betrieb schlecht bewährenden Fette vollständig benzinlöslich waren,~~ was natürlich die Betriebsergebnisse durchaus bestätigt. Weitere Untersuchungen hierüber sind noch in Vorbereitung und werden dann geschlossen in Berichtsform herausgegeben.

3. Paraffinoxydation

a) P.O.-Versuchsanlage

Die Produktion der Versuchsanlage betrug im Februar 1944 2680 kg OP 3 aus 2925 kg Hartparaffin, entsprechend einer Durchschnittsausbeute von 91,6 %, außerdem wurden 277 kg OP 3 und 180 kg OP 4 durch Nachoxydation auf etwas höhere Säurezahl gebracht. Die Anlage hatte 26 Betriebstage. Stillstand infolge eigener Reparaturen war nicht notwendig. ~~Dagegen traten 3 Tage Ausfall infolge Stillstand im Säurebetrieb ein. Die Ausbeute ist gegenüber dem Vormonat wieder etwas abgefallen, weil in Laufe einer Versuchsserie wieder mit etwas höheren Temperatur~~

ren gefahren worden war, die bekanntlich einen Abfall der Ausbeute verursachen.

Der Behälter 1 der Endgasreinigung ist entleert worden, da der Widerstand zu groß war. Das Silikagel wurde zunächst gestapelt und die frühere Charge 1, die nach 500 Betriebsstunden bereits einmal gesiebt worden war und in Trommeln zur Verfügung stand, in den Behälter 1 wieder eingefüllt. Bisher sind damit 840 Betriebsstunden erreicht worden. Im Behälter 2 ist eine Charge 3 eingefüllt, die bis Februar einschließlich 580 Betriebsstunden hat.

Größere Streuungen sind sonst nicht aufgetreten. Zweimal trat eine Übersäumen des Reaktors ein, was aber durch die etwas hohen Temperaturen und die noch nicht genügende Einarbeitung der Ostarbeiter erklärt werden kann. Bei einer entsprechenden automatischen Regelung der Großanlage dürften sich derartige Störungen vollständig beseitigen lassen.

b) Laborversuche

Nachdem die Versuchsreihe in dem Röhrenreaktor mit 14 Liter Inhalt und 4 - 6 kg Paraffineinsatz im wesentlichen abgeschlossen war, da die optimalen Versuchsbedingungen gefunden waren, wurde ein Kesselreaktor mit etwa gleichem Inhalt, in dem aber die Einfüllhöhe im Verhältnis zum Durchmesser wesentlich kleiner war, als in dem Röhrenreaktor, in Betrieb genommen. Bisher durchgeführte Versuche zeigen, daß der Oxydationsgrad offenbar von der Behälterform unabhängig ist, da unter ähnlichen Betriebsbedingungen die gleichen Säurezahlen in beiden Fällen erreicht werden.

Auf Anforderung des Patentamtes wurde für unsere Anmeldung über die Oxydation von Dieselölen, wobei zur Beschleunigung Peroxyde zugesetzt werden, nochmals einige Versuche mit C_{10} durchgeführt. Diese Versuche bestätigten im wesentlichen unsere früheren Erkenntnisse, da durch Zusatz von Peroxyden, z.B. Bleioxyd, die Ausbeute an Säure wesentlich gesteigert werden konnte und zwar um ca. 10 % gegenüber den katalysatorlosen Versuchen; außerdem liegen die Durchschnittssäurezahlen nach Zusatz von Peroxyden wesentlich höher.

Da jetzt Oxydationsprodukte mit etwa gleicher NZ vorliegen, die unter verschiedensten Temperaturbedingungen hergestellt sind, wurde eine Untersuchungsreihe eingeleitet, um festzustellen, wie sich diese Temperatureinflüsse auf die Zusammensetzung der Oxydationsprodukte auswirken. Ganz eindeutige Ergebnisse liegen aber noch nicht vor. Offenbar ist aber bei niedrigerer Temperatur ein höherer Oxydationsgrad erreicht worden, d.h. es ist eine größere Anzahl von reinen Säuren gebildet worden, was darauf hindeuten sollte, daß die mittlere Molzahl der gebildeten Säuren größer ist. Nach einer Aufteilung der Säuren scheinen aber die niedrigen Säuren in größerer Menge vorhanden zu sein. Hier können erst weitere Untersuchungen entsprechende Aufklärungen bringen.

Im Rahmen der Herstellung von Alkohol und Ester wurden mehrere Ester aus OP 3 und OP 32 mit 5 - 6-wertigem Alkohol hergestellt. Die Ester sind aber noch nicht ganz einwandfrei, da noch zu viel freie Säuren vorliegen. Weitere Arbeiten sind hier notwendig, um einwandfreie Ergebnisse zu erzielen; insbesondere müssen die Arbeitsbedingungen noch etwas variiert werden.



Herrn Prof. Dr. Martin!

(dlfd. Herrn Dir. Dr. Biederbeck)

000963

Betr.: Monatsbericht Katorfabrik/Feinreinigung Februar 1944.

Katorfabrik:

Erzeugung 89 Ofenfüllungen
Versand 89 "

Im Berichtsmonat wurde ausschliesslich Oberohr-Gur verarbeitet.

Ab 7. d.M. wurden, entsprechend dem Beschluss auf der Erfahrungsaustauschsitzung der Synthesewerke in Essen am 12. Januar, Kontakte hergestellt, deren Kobaltgehalt nochmals um 5 % gesenkt war, die also gegenüber den vor 1. Mai 1943 gelieferten Kontakte einen um 10 % verminderten Kobaltgehalt aufwiesen. Ausserdem wurde zu Beginn des Monats ein Versuchskontakt für die Druckversuchsanlage hergestellt, welcher einen um 30 % verminderten Kobaltgehalt hatte.

Der gleichmässige Betriebsablauf war im Berichtsmonat wiederholt durch Störungen in der Energieversorgung unterbrochen. Infolge Kontakt-Abbestellungen einzelner Synthesewerke konnte das Lieferprogramm trotzdem erfüllt werden. Die Verteilung ist aus nachfolgender Aufstellung ersichtlich.

| Kontaktbezieher: | Oberohr-Gur | | Gesamt |
|------------------|-------------|--------|--------|
| | 1-3 mm | 2-3 mm | |
| V i c t o r | 12 | - | 12 |
| Rheinpreussen | 14 | - | 14 |
| KW-Betrieb | 24 | - | 24 |
| K r u p p | 17 | - | 17 |
| Ess. Steinkohle | 8 | - | 8 |
| H o e s c h | 12 | - | 12 |
| S u m m e : | 87 | - | 87 |

Anmischung:

Im Berichtsmonat gingen an ausgebrauchter Masse ein

77 Grosskübel
32 Kleinbehälter,

welche 85 Ofenfüllungen entsprechen.

Die Rücklieferungen verteilen sich wie folgt auf die einzelnen Synthesewerke :

| Synthesewerk : | Ofenfüllungen |
|-----------------|---------------|
| V i c t o r | 8 |
| Rheinpreussen | 18 |
| KW-Betrieb | 21 |
| K r u p p | 16 |
| Ess. Steinkohle | 12 |
| H o e s c h | 10 |
| S u m m e : | 85 |

Von den rückgelieferten Kontakten haben sechs - 2 KW-Betrieb, 2 Krupp, 1 Rheinpreussen, 1 Hoesch - Paraffingehalte über 9 %.

Regenerierung:

In der Kontaktauflösung wurden im Berichtsmonat durchgesetzt:

- 80,8 t Kobalt,
- 4,7 t Thoriumoxyd, davon
- 0,8 t Aufarbeitung für Katorfabrik Lützkendorf,
- 6,1 t Magnesiumoxyd.

Die Umlaufmenge betrug 3,9 t Kobalt.

Die Inbetriebnahme der Schwimmerstandmessung im Einsatzbehälter für die Kontaktlösungen konnte infolge mehrfacher Störungen noch nicht erfolgen. Im übrigen arbeitete der Betriebsteil ohne wesentliche Störungen.

Fällung, Formgebung:

Es wurden 90,2 t Kobalt durchgesetzt, entsprechend 68 % der vollen Kapazität. Die Anlage arbeitete im wesentlichen ohne Störungen.

Die Bedienung der Büttnerwäschen und Ventilatoren mit Weichwasser von der Verdampferanlage wirkt sich günstig aus. Verstopfungen traten nicht mehr ein. Die ersten Staubbestimmungen in den abziehenden Brüden der Wäschen ergaben überraschend niedrige Werte. Die Bestimmungen werden laufend wiederholt, um sichere Durchschnittswerte zu erhalten.

Das Bethfilter wurde probeweise in Betrieb genommen.

Reduktion:

Die Füllung der beiden Adsorber der Gastrocknungsanlage wurde nach 1 1/2 jähriger Laufzeit ausgewechselt.

Im Zuge einer genauen Überprüfung der Fahrbedingungen wurden verschiedene Messinstrumente einer gründlichen Überholung seitens der Betriebskontrolle unterzogen.

Die Füllung der Methanisierungsströge wurde gelegentlich des Stillstandes am 1. d.M. erneuert. Versuche über die Verwendung von Nickelkontakt an dieser Stelle sind im Gange.

Thorium-Regenerierung:

Es wurden 5,2 t Thoriumoxyd erzeugt.

Feinreinigung:

| | |
|-----------|-------|
| Erzeugung | 933 t |
| Versand | 935 t |

die sich wie folgt auf die einzelnen Synthesewerke verteilen.

Synthesewerk:

| | |
|--------------------|--------------|
| V i c t o r | 62 t |
| Rheinpreussen | 63 t |
| KW-Betrieb | 93 t |
| Wintershall | 159 t |
| K r u p p | 109 t |
| Ess,Steinkohle | 213 t |
| Hoesch | 128 t |
| Schaffgotsch | 108 t |
| S u m m e : | 935 t |

Es gelang trotz mehrfacher Störungen täglich die Produktion im Laufe des Monats von 117 Chargen auf 126 Chargen zu steigern. Im Durchschnitt wurden 32,2 t Feinreinigungsmasse pro Tag erzeugt. Es steht zu erwarten, dass diese Leistungen durch die noch geplanten Änderungen an den Aufgabearrangementen nennenswert gesteigert wird.

gez. Dr. Gehrke

000965

Holten, den 28.2.44

Kauf

Monatsbericht der KW-Betriebe für Januar 1944

Aus den Betrieben ist zu berichten:

Im Januar sind zu verzeichnen ein Ausfall des RWE- Netzes, 2 kurzzeitige Ausfälle durch Spannungseinbrüche, ein Ausfall in der elektrischen Verteileranlage der Gaserzeugung sowie einige stärkere Dampfdruckeinbrüche. In einem Fall wurde die Anlage wegen Luftgefahr vorsorglich stillgesetzt.

~~In der Wassergasanlage waren verschiedentlich gewisse Gas-~~
~~mengenbeschränkungen erforderlich infolge Verschlackung~~
~~einiger Generatoren. Ursache hierfür war das Versagen der~~
~~Rostantriebe infolge Nachlässigkeit der Bedienungs- und Re-~~
~~paraturmannschaft, begünstigt durch Kleinkoks und Koksstaub~~
~~bei der Beschickung. Durch Verhandlung mit der Kokerei Schol-~~
~~ven ist hierin eine wesentliche Besserung eingetreten.~~

In der Syntheselanlage betrug die Produktion einschliesslich Gasol 5 460 t, die spezifische Ausbeute 142,0 g/Nm³ Nutzgas, praktisch gleichlautend mit dem vorigen Monatsergebnis. Drosselung bzw. Absetzen der Mitteldruckanlage für einige Stunden war erforderlich infolge Störung an einem Verdichterantriebsmotor und zu Behebung einer Flanschenundichtigkeit in einer Endgasleitung.

In der Paraffinanlage wurden 95 t mit einem Schmelzpunkt unter 65° und 587 t über 65° aus eigener Produktion sowie ~~584 t aus Hoeschware hergestellt, insgesamt 1 266 t.~~

In der Schmierölanlage wurden 1 411 t Primäröl erzeugt, 1 528 t Fertigöl hergestellt und 1 471 t zum Versand gebracht.

000966

hbruff

Oberhausen-Holten, den 8. Februar 1944
Abt. HL Cl/Se.

Streng vertraulich.

Herren Professor Dr. Martin
Direktor Dr. Hazemann

VERWALTUNG I.

10 FEB 1944 0828

BEZUGSNUMMER:

000967

Betrifft: Tätigkeitsbericht Monat Januar 1944.

Anfang des Monats wurde das Laboratorium in die neue Ölanlage verlegt. - 3689: Weitere 8 Proben Crackbenzin aus Ölbetrieb zeigten OH-Zahlen um 2,-, einmal sogar bis 4,1. - 3559: In einer 3. Reihe bestätigt sich die Beobachtung, daß die Zuzumischung eines dünnen Rückstandsöles $V_{50} = 4 - 6$ zu einem 60er Brightstock gleicher Polhöhe die VPH überraschenderweise verbessert. - 3579: Bei der Inhibitorierung eines 7°-Öles mit 0,5 % rohem Phentiazin genügt schon die 1-stündige Erhitzung mit 0,25 % $AlCl_3$ auf 100° C, um das im Glas aufbewahrte Öl für zweieinhalb Monate klar zu halten (36 Proben). - 3644: Als Beispiel für eine Patentanmeldung wird die entchlorierende Wirkung von Bleichmittel und Zink mit dem Metall allein in der Gas- und Flüssigphase verglichen. -

Synthesen mit Crackbenzin allein: 3637, 3682: Eine Reinigung des Benzins mit Natrium erhöht die Ausbeute von 57,3 auf 58,3 % und die V_{50} von 19,9° auf 21,6°; sonstige analytische Werte wurden nicht beeinflusst. - 3615: Das n-Öl von 22,7° E enthält nur ca. 49 % 50er Brightstock; der gleiche Gehalt wurde in einem Öl $V_{50} = 17,5$ ° E gefunden. Eine strenge kurvenmäßige Beziehung zwischen V_{50} des n-Öles und dem Brightstockgehalt besteht nicht. - 3642, 3643: Eine längere Synthesereihe, die den Einfluß der Benzinreinigung von alkoholischen Bestandteilen mittels $ZnCl_2$ feststellen soll, ist angesetzt. - 3650: Nach früheren Beobachtungen ist Eisen-haltiges $AlCl_3$ dem chemisch reinen gleichwertig; es bestätigt sich jedoch nicht, daß bei 6 $AlCl_3/100$ Benzin 75 % dieser Menge durch $FeCl_3$ ersetzt werden können. - 3640, 3688: Eine Reinigung des Benzins mit kleinen Mengen $AlCl_3$ bzw. $FeCl_3$ durch "1. Stoß" zeigt keine Überlegenheit des $FeCl_3$ bezüglich dieses Raffinationseffektes. In beiden Fällen werden Öle mit VPH = 2,6 - 4 (Vorteil) und $V_{50} = 55 - 140$ ° E (Nachteil für die Hauptsynthese) abgeschieden.

Synthesen mit Kreislaufbenzin: 3641: Vier Synthesen, bei denen die obere Siedegrenze des Ausgangsbenzins zwischen 200° und 320° variiert wurde, sollen klären, ob der Stockpunkt durch die langen Ketten wirklich ungünstig beeinflusst wird. Je höher dieser Endpunkt liegt, umso schlechter lassen sich die Benzine mit $ZnCl_2$ von Alkoholen befreien. - 3572: Das aus C_6 gewonnene Öl wird in verschiedenen Viscositätsstufen analysiert. 3647: Aus C_7 , nach Engler 5 % bis 88°, 95 % 125° siedend, SKZ = 100,3 fiel in 10 Synthesen ein n-Öl an mit VPH = 1,78 $V_{50} = 11,1$, Stockpunkt = -49°. Die analytischen Daten entsprechen einem analogen Crackbenzinprodukt.

Synthesen aus Planungsgemisch: 3645: In der Kaltsynthese 20°, bei Vorlagge von 70 % Kontaktöl wurden erhalten mit 4 % $AlCl_3$ $V_{50} = 15,7$, mit 5 % 16,9°, mit 6 % 21,2° E.

Versandproben für französ. Gesellschaft Alais, Froges et Camarque: Im halbtechnischen Maßstab wurden aus Eisenkontakt-

Zum Briefe an

benzin hergestellt 1) Motorenrückstandsöl $V_{50} = 11,2^{\circ}$;
2) Cylinderöl $V_{50} = 35,2^{\circ}$ 3) Spindelöl $V_{50} = 1,87^{\circ}$.

klar

000968

000969

Oberhausen-Holteln, den 9. Februar 1944
Abt. HL Kg/Se.

Streng vertraulich.

Herren Professor Dr. Martin

Direktor Dr. Hagemann

VERWALTUNG I.

10 FEB 1944 6827

Broschur

Betrifft: Tätigkeitsbericht Monat Januar 1944.Versuche in der LT-Anlage (Aromatisierung).

Wie schon mehrfach erwähnt, verläuft die Kohlenstoffbildung bei den jetzigen Aromatisierungskontakten wesentlich anders als bei den früheren Kontakten. Neben einer absoluten Herabsetzung der Kohlenstoffwerte auf fast die Hälfte besteht auch nicht mehr die früher beobachtete quadratische Abhängigkeit zwischen Kohlenstoffbildung und Aromatenkonzentration, sondern heute liegen die Kohlenstoffwerte fast in gleicher Höhe bei hoher und niedriger Toluolbildung. Das ermöglicht einerseits eine erhebliche Vereinfachung des Verfahrens, das heute ähnlich wie das der katalytischen Spaltung so geführt werden kann, daß weder Wärme zu- noch abzuführen ist, also kleine Luftmengen und kurze Regenerierzeiten erfordert und die Steuerung der Wärmebewegungen durch die Beaufschlagung bzw. die Länge der Reaktionszeit erfolgt, andererseits aber entsteht durch die Tatsache, daß auch bei ganz niedriger Toluolbildung schon fast gleich hohe Kohlenstoffbildung wie bei höherer Toluolkonzentration einsetzt, die Schwierigkeit, daß die oberen Abschnitte der Kontaktfüllung im Reaktor trotz niedriger Toluolbildung große Temperaturanstiege bei der Regenerierung ergeben. Außerdem wurde festgestellt, daß die Kohlenstoffbildung auf den obersten Schichten bei Verlängerung der Reaktion stärker ansteigt als auf den anderen Kontaktabschnitten. Zur exakten Überprüfung dieser Fragen wurde durch CO_2 -Messungen an den verschiedensten Stellen im Reaktor ein Bild der Verteilung der Kohlenstoffbildung im Reaktor, ähnlich wie es für die Verteilung der Temperatur und Aromatenbildung aufgenommen worden ist, konstruiert. Es ergab sich, daß die Kohlenstoffbildung, von oben nach unten gesehen, trotz der Erhöhung der Aromatenkonzentration abnimmt, daß also ganz oben bei niedrigstem Toluolgehalt die größte Kohlenstoffbildung entsteht. Zur Zeit kann noch keine Erklärung für diese überraschende Beobachtung gegeben werden.

Eine weitere wichtige Beobachtung wurde gemacht, als bei wieder vollständiger Isolierung des Reaktors, d.h. Sterchamolstein- und Schlackenwolleisolierung, die Temperatur- und Aromatenverteilung im Reaktor ausgemessen wurde. In den oberen Abschnitten ergab sich zwar eine Wandtemperatur, die der Rechnung genau entspricht (statt 85° Abkühlung von der Reaktormitte zur Reaktorwand bei Weglassen der Schlackenwolleisolierung jetzt nur 35° Abkühlung), in den unteren Abschnitten dagegen lagen die Wandtemperaturen nicht höher als ohne die Schlackenwolleisolierung. Die Ursache konnte bei der Abisolierung des Reaktors gefunden werden. Zwischen Reaktorwand und Isoliersteinschicht war ein teilweise bis zu 20 mm breiter Spalt entstanden, durch den von unten her in einer Art Kaminzug

kalte Luft eindringen konnte. Bei der Isolierung der Reaktoren der Großanlage muß daher auf diese Gefahrenquelle, die gerade bei dem "adiabatischen" Prozeß eine große Rolle spielt, besonders geachtet werden. Bei der Neuisolierung des Reaktors der Versuchsanlage wurden entsprechende Änderungen getroffen.

Die Zeit während des Aufbaus der neuen Isolierung wurde dazu ausgenutzt, eine neue (5.) Kontaktfüllung einzubauen. Beim Ausbau der alten (4.) Füllung wurde beobachtet, daß etwa 30 - 40 % der Kontaktkörner nicht mehr ihre alte grüne Farbe besaßen, sondern grau verfärbt waren. Bei der Aktivitätsprüfung im Laboratorium ergab sich, daß diese grauen Anteile eine geringere Aktivität besaßen, aber keine erhöhten Kohlenstoffwerte gaben, während die restlichen grünen Körner dieselbe Aktivität wie der ungebrauchte Kontakt hatten. Wodurch diese Schädigung eines Teiles des Kontaktes eingetreten ist, ist noch unklar. Möglicherweise sind vielleicht die in der 4. Füllung vorhandenen Anteile der damals durch hohe Temperatur zum Teil geschädigten 3. Füllung identisch mit den verfärbten Partikeln. Bisher waren solche Verfärbungen in der Versuchsanlage noch nicht beobachtet worden, im Laboratorium einmal bei einem durch den Einsatz einer unsauberen C_{10} -Fraktion geschädigten Kontakt. Die Versuche mit der neuen Reaktorfüllung werden in einigen Tagen anlaufen.

Versuche im Laboratorium (katalytische Spaltung)

Im Einverständnis mit Dr. Rottig bleiben diese Versuche bis zum Abschluß der laufenden Versuchsreihe, voraussichtlich bis Ende Februar, noch unter meiner Leitung.

Es liegen jetzt genaue Versuchsergebnisse vor, die einen Vergleich der mit Ammonnitrat bzw. Ammonchromat behandelten und der bei verschiedener Fällungstemperatur hergestellten unbehandelten Kontakte des günstigsten Mol-Verhältnisses von $SiO_2 : Al_2O_3$ bis zu einem Kontaktalter von etwa 1.200 Std. gestatten. Danach bestehen bei den unbehandelten, bei verschiedener Fällungstemperatur hergestellten Kontakten verhältnismäßig große Unterschiede in der Aktivität. Die besten unbehandelten Kontakte erreichen dabei teilweise noch höhere Umwandlungen als die bei der früher üblichen Fällungstemperatur hergestellten, mit Ammonchromat bzw. Ammonnitrat behandelten Kontakte. Unterschiede in der Aufteilung der Spaltprodukte bestehen dagegen nicht. Auch durch den Chromzusatz ist eine Erhöhung der Olefinwerte, wie zuerst vermutet, nicht eingetreten.

Während sämtliche Laboratoriumsversuche, über die in den letzten Monaten berichtet wurde, mit der auch für den Großbetrieb vorgesehenen Wasserdampfzugabe durchgeführt wurden, laufen seit einigen Wochen Versuche ohne Wasserdampfbeimischung. Nach den bisher vorliegenden Resultaten ergibt sich hier überraschenderweise eine völlig andere Abhängigkeit der Umwandlung und der Aufteilung der Spaltprodukte vom $SiO_2 : Al_2O_3$ -Verhältnis der verwendeten Kontakte. Außerdem erreichen mit dem sonst üblichen Mol-Verhältnis die Olefingehalte der C_3 - und C_4 -Kohlenwasserstoffe bei weitem nicht die Höhe der Wasserdampfversuche. Es scheint aber möglich zu sein, bei ganz

000971

- 3 -

bestimmten anderen Verhältnissen auch ohne Wasserdampfzugabe dieselben hohen Olefinwerte zu erhalten. Dadurch würde neben dem Fortfall der Wasserdampfblasung auch eine ganz erhebliche Steigerung der Kontaktbeaufschlagung erzielt werden können.

Holling

Oberhausen-Holten, den 9. Februar 1944
Abt. HL Tr/Se.

000972

Streng vertraulich.

VERWALTUNG I.

Herren Professor Dr. Martin
Direktor Dr. Hagemann

10 FEB 1944 10 823

W.C.

Betrifft: Tätigkeitsbericht des Hauptlaboratoriums
Monat November/Dezember 1943.

Versuche in der LT-Anlage

Nach erfolgtem Ausbau des Kontaktes und des verzunderten Auf-
lagesiebes und Erneuern des Rostes und Sandabstrahlung der
im unteren Drittel angegriffenen Reaktorwandfläche wurde der
Reaktor neu gefüllt. Etwa 30 % des alten Kontaktes (Toka 19)
mußte wegen starken Eisenoxydbelages - dieser Kontakt stammte
aus dem unteren Drittel der alten Füllung - durch neuen Kon-
takt (Toka 46) ersetzt werden. Zum Schutze des Auflagesiebes
vor zu hoher Temperatur wurde etwa 10 cm über dem Rost eine
mit Dampf betriebene Kühlschlange aus zölligem Sikromal-8-
Rohr von 3,5 qm in eine Raschigringschicht eingebettet. Auf
diese Weise gelang es, die Temperatur der durch den Reaktor
strömenden Gase von 560° an der untersten Stelle der Kontakt-
füllung auf ca. 400° abzukühlen. Zur Kühlung der Reaktorwände
wurde die Isolierung des Reaktors verringert. Bisher bestand
die Isolierung aus einer 25 cm dicken Sterchamol-Steinschicht,
die mit einer 15 cm starken Schlackenwollschicht unkleidet
war. Bei 560° Reaktorinnentemperatur und 10° Außentemperatur
war die gemessene Temperatur der Reaktorwand 525°, also zu
hoch. Es wurde berechnet, daß sich beim Weglassen der Schlack-
~~wollschicht eine Wandtemperatur von etwa 470° ergeben~~
mußte. Die mit der neuen Reaktorfüllung durchgeführten Ver-
suche, bei denen wiederum Innentemperaturen von 560° einge-
stellt wurden, zeigten, daß die gemessenen Werte sogar noch
etwas tiefer, auf ca. 450°, lagen. Die Gefahr einer Aktivie-
rung der Sikromalwände besteht also nicht mehr. Einen inter-
essanten Aufschluß über die Temperatur- und Umsetzungsver-
teilung im Reaktor ergaben Messungen, die während der Reak-
tionsperiode an zweiundvierzig verschiedenen Stellen der
Kontaktfüllung durchgeführt wurden. ~~Als Ergebnis dieser~~
Messungen lassen sich Linien gleicher Temperatur und gleicher
Aromatenkonzentration zeichnen. Die Temperaturverteilung von
oben nach unten gesehen ist so, daß in fast gradliniger Ab-
hängigkeit die Temperatur von 420° auf 560° ansteigt. Diese
Beziehung gilt aber nur für die Achse des Reaktors. Hier
steigt auch die Aromatenkonzentration ebenfalls in fast grad-
liniger Beziehung von 0 % bis auf 95 % an. Nach der Wand des
Reaktors zu ergibt sich dann ein Temperatur- und Aromatenab-
fall, wobei die Isothermen und Linien gleicher Aromatenkonzen-
tration in der Form des Strömungsbildes gebogen sind. Wie
schon oben erwähnt, beträgt im untersten Drittel des Reaktors

die Wandtemperatur etwa 450° , die Mitteltemperatur der 5 cm tiefen Randzone etwa 460° . Die Aromatenkonzentration ist dort entsprechend nur etwa 20 %. Da nun bei dem Versuchsreaktor von 1 m Durchmesser diese 5 cm tiefe Zone und in absteigender Weise die nächsten Zonen flächenmäßig einen sehr großen Betrag ausmachen - die 5 cm-Zone entspricht etwa 20 % der Fläche - so ergibt sich hier das Bild, daß trotz der 95 % Aromatenkonzentration im Reaktorinnern das gesamte ausgebrachte Produkt nur etwa 40 % Aromatenkonzentration hat. Es ist anzunehmen, daß die Form der Temperaturkurve von der Mitte des Reaktors zur Wand hin bei den Großreaktoren von 3,1 m Durchmesser dieselbe Form hat, d.h. also, der starke Temperaturabfall auch erst in der letzten "5 cm-Zone" liegt. Bei den großen Reaktoren nimmt aber diese Zone statt 20 % nur 6 % der Fläche ein, sodaß der Abfall der Aromatenkonzentration in dieser Zone, auf das Gesamtprodukt bezogen, kaum in Erscheinung tritt. Es ist daher abschließend zu sagen, daß der Schutz der Reaktorwand vor zu hohen Temperaturen bei dem Reaktor der Großanlage am besten so erfolgen kann, daß die Isolierung entsprechend schwächer gewählt und die Randzonen des Kontaktes selbst einen Teil der Isolierung mit übernehmen.

Bei der Herstellung der C₇-Fraktion in der Avenarius-Destillationskolonne wurden 15 - 20 Proben aus verschiedenen Böden der Kolonne gezogen, um daraus den Verlauf der Trennwirkung für die einzelnen C-Komponenten zu verfolgen. Die Meßergebnisse stehen im Einklang mit den theoretisch für die Trennung von Mehrstoffgemischen abgeleiteten Gesetzmäßigkeiten.

Katalytische Spaltung - Versuche im Laboratorium

Als Ergebnis der Laborspaltversuche mit dem Kontakt mit dem günstigsten SiO₂ - Al₂O₃-Verhältnis können jetzt bis zu einem Kontaktalter von 400 Std. etwa folgende Mittelwerte angegeben werden:

Umwandlung 44 %

Die Spaltprodukte teilen sich wie folgt auf:

| | |
|-------------------------------|-------|
| Benzin | 23 % |
| C ₅ | 15 % |
| C ₄ | 28 % |
| C ₃ | 28 % |
| C ₂ C ₁ | 4,5 % |
| Kohlenstoff | 1,5 % |

Der Olefingehalt der C₃- und C₄-Kohlenwasserstoffe beträgt ca. 80 %. Zum Vergleich seien die bei gleichem Kontaktalter und gleicher Temperatur mit Granosil erhaltenen Werte mitgeteilt:

Umwandlung 25 %

Die Spaltprodukte teilen sich wie folgt auf:

| | |
|-------------------------------|-------|
| Benzin | 29 % |
| C ₅ | 16 % |
| C ₄ | 24 % |
| C ₃ | 20 % |
| C ₂ C ₁ | 4,5 % |
| Kohlenstoff | 6,5 % |

Der Olefingehalt der C_3 - und C_4 -Kohlenwasserstoffe beträgt 85 - 90 %. Neben einer wesentlichen Steigerung der Umwandlung fällt die Erhöhung der C_4 -Anteile - allerdings leider gekuppelt mit einer Erhöhung der C_3 -Anteile - und die erhebliche Verminderung des Kohlenstoffanteiles bei dem synthetischen Kontakt auf. Bei den Kohlenstoffwerten ist allerdings zum Teil die verschiedene Höhe der Umwandlung von Einfluß, die Kohlenstoffwerte, bezogen auf den Einsatz, sind 0,6 % gegen 1,6 %. Die Olefinwerte dagegen sind bei dem natürlichen Kontakt hauptsächlich wohl infolge der geringeren Umwandlung etwas besser, doch dürften durch Steigerung der Reaktionstemperatur auch mit dem synthetischen Kontakt ähnliche Werte erhalten werden können.

Toka-Anlage

Im November und Dezember wurden 37 Lösungen und Fällungen von Rohtonerde durchgeführt. Bei einer durchschnittlichen Ausbeute von 88,8 % wurden 9 906 kg kalziniertes Al_2O_3 hergestellt. Außerdem wurden 253 Kontaktchargen angesetzt und 9 099 kg Fertigungskontakt erzeugt. Auf die Versuche, die eine bedeutende Vereinfachung der ganzen Kontaktherstellung bewirken sollen, wird erst nach Abschluß der Aktivitätsprüfungen näher eingegangen.

Aktivitätsprüfungen verschiedener Poly-Kontakte in den Laborversuchsöfen. Da es sich gezeigt hat, daß die hochaktiven Poly-Kontakte beim Einsatz im Großen wegen ihrer Weichheit sehr leicht zu Verstopfungen führten, wurde eine Versuchsserie durchgeführt, die Kontakte liefern sollte, welche in ihrer Aktivität, Härte und Porosität zwischen den hochaktiven und den sehr harten von geringerer Aktivität liegen. Dies ist erreicht worden durch einen eingeschalteten mechanischen Prozeß zwischen der Vortrocknung und Formung. Die Aktivitätsprüfungsserie dieser Kontakte ist auch noch nicht abgeschlossen und wird nach Abschluß zusammenfassend geschildert werden.

Aromatisierung

Die Dauerversuche laufen bei praktisch konstanter Aktivität unverändert weiter. Neuere Versuchsreihen betreffen die Aromatisierung von C_6C_7 , C_7C_8 , C_8C_9 und C_9C_{10} -Zwischenfraktionen, d.h. den Fraktionen, die in der Siedelage des AK-Benzins zwischen den Normalparaffinen und Olefinen sieden. Die Versuchsreihen hatten zum Ziel, vor allen Dingen die Kohlenstoffbildung und Crackgasbildung näher zu studieren, da wir seit einiger Zeit wissen, daß vor allem Iso-Kohlenwasserstoffe, mit denen hier in größerer Menge gerechnet werden muß, zu erhöhter Kohlenstoff- und Crackgasbildung neigen. Da die Versuche noch nicht völlig abgeschlossen sind, soll in nächster Zeit noch ein Bericht herausgegeben werden. Außerdem wurden laufend Kontakte der Toka-Anlage auf Ihre Aktivität untersucht und einige Metallprüfversuche durchgeführt.

Sulfonierung

Die Herstellung von Sulfonaten im Labormaßstab wurde abgeschlossen. Nachdem vor einiger Zeit vor allen Dingen Einzelfraktionen zur Sulfonierung eingesetzt worden waren, konnte zuletzt auch das Problem einer Sulfonierung größerer Siedestreifen, beispielsweise $C_{14}C_{18}$ sowie $C_{12}C_{18}$, befriedigend gelöst werden. Zur Zeit

sind Versuche in einer etwas größeren halbertechnischen Apparatur im Gange, die Untersuchungen in größerem Maßstab zum Ziele haben. Ergebnisse liegen nur in geringem Maße vor, sodaß man Näheres noch nicht sagen kann

Dehydrierung

Die Dehydrierung von Cetan wurde mit neuen Kontakten weiter untersucht und hierbei wurde festgestellt, daß auch unter Anwendung dieser Kontakte ein Umsatz über 20 % Olefine hinaus nur schwierig zu erreichen war. Es wurde eine neuartige Vorrichtung entwickelt, die die Reaktion unter gleichzeitiger Zuführung von Luft durchzuführen gestattet. Über die Ergebnisse soll demnächst berichtet werden.

Herstellung von Nitroparaffinen:

Die Herstellung von Nitroparaffinen wurde zunächst lediglich auf die Nonan-Fraktion beschränkt. Die Reaktionsbedingungen wurden etwas näher studiert. Die Anwendung von Katalysatoren hatte zunächst noch keinen Erfolg.

Analytisches:

Da sämtliche Analytiker und analytischen Apparaturen zur Zeit für den Betrieb eingesetzt sind, mußten die Untersuchungen auf diesem Gebiet vorübergehend unterbrochen werden

Schmierölversuche

Der Umfang der Arbeiten litt im Dezember durch Vorbereitungen zum Umzug sowie durch Erkrankung und Urlaub verschiedener Gefm. 6 Proben Crackbenzin aus Ölanlage zeigten OH-Zahlen 0,85 bis 2,35. Weitere Untersuchungen verfolgten den Einfluß von Dieselölzusatz zum Öl in Bezug auf die verschiedenen Analysenwerte. Der Gehalt an 50er Brightstock in Crackbenzinölen ist nunmehr in einer Kurve 10 - 45°E festgelegt. Als Zusatz zum normalen, fertigen Betriebsöl bewährten sich, selbst bei Zugabe von $AlCl_3$, unter zahlreichen Inhibitoren nur Phenthiazin, Nitroso- β -Naphthol u. Trithioformaldehyd; zuverlässiger wirkt der Zusatz zum Benzin vor der Synthese. In 20 Synthesereihen wurde der Nachweis erbracht, daß sich aus Crackbenzin bei 25° sicher Öle mit $V_{50} = 20^{\circ}E$ darstellen lassen; die Temperatur kann auch 30° betragen. Bei verharzten Benzinien wirken sich frische Destillation oder Na-Reinigung viscositätssteigernd aus; schädlich ist bei der Synthese aktiv. Al. Bisher gelang es nicht, ein brauchbares, hochviscoses Öl aus einer gechlorten oberen Schicht durch Kondensation zu gewinnen. Es bedeutet keinen Vorteil bezgl. Polhöhe oder Ausbeute, das Crackbenzin im "1. Stoß" mit $FeCl_3$ statt mit $AlCl_3$ vorzureinigen. Nur die Neubildung von Kontaktöl wird durch $FeCl_3$ überraschend begünstigt. Aus Co-Kreislaufbenzin herausgeschnittenes C_6 gibt eine VPH von 1,96. Unter den optimalen Bedingungen der Kaltsynthese ergab Crackbenzin ein n-Öl $V_{50} = 38^{\circ}$; ein Fe-Kreislaufbenzin gleicher Siedelage dagegen nur $V_{50} = 10,7^{\circ}$. Aus der DVA wurden neun Benzine Fr. 60 - 200 aus Co- und Fe-Öfen zu Öl polymerisiert. Einige Synthesereihen mit dem Planungsgemisch (2 Crackbenzintypen und Co-Kreislaufbenzin) ergänzen das bisherige Bild; Junges Kreislaufbenzin allein, C_6 bis C_{10} gibt durchschnittlich bei 15°C

51 % Ausbeute, $V_{50} = 16,7$. Bei 70 % Kontaktoivoriage und dem Planungsgemisch muß eine Temperatur von 20° exakt eingehalten werden. Ein leicht auftretender erster Temperaturstoß bis nur 30° schadet bereits der Ausbildung der Viscosität. Steigerung des $AlCl_3$ -Einsatzes von 4 auf 5 oder gar 6 $AlCl_3/100$ Benzin erhöht die V_{50} des n-Öles.

Versuchsöle wurden hergestellt bezw. verschickt für:

- 1) Märkische Seifenindustrie ($V_{50} = 19,6^{\circ}$, VPH = 1,54, inhibitiert),
- 2) Pfeiffer Wetzlar ($V_{50} = 5,7$ und $8,8^{\circ}$, inhibitiert),
- 3) Sauerstoffabfüllung ($V_{50} = 16^{\circ}$, inhibitiert). Der gleiche Typ hatte sich im Betrieb (Kompressor 5) glänzend bewährt; er hielt statt 200 Std. über 1 000 Std. aus.

~~Unser Polymerbenzin eignet sich auch dann nicht zur Ölherstellung, wenn es mit kleinen Mengen $AlCl_3$ oder $FeCl_3$ bei 65° vorgereinigt wird: VPH = über 4.~~

Dehydrierung

~~Neue Kontakte auf Karborundbasis, die gegenüber früher geringere Mengen an Promotoren enthielten, wurden eingesetzt. Eine Dauerversuchsreihe wurde hiermit begonnen. Nach den bisher vorliegenden Ergebnissen erscheint es ausgeschlossen, wesentlich über einen Olefingehalt von 22 % hinauszugehen, da sonst Kohlenstoff- und Crackgasbildung erheblich ansteigen. Ferner wurden Versuche durchgeführt, eine vollständige Aufarbeitung des Cetans im Recycle zu erreichen. Ergebnisse liegen noch nicht vor. Durch Feindestillation wurde festgestellt, daß ein Maximum an Olefinen einerseits in dem Spaltanteil, andererseits in den höchst siedenden Produkten der Ausgangssiedelage vorhanden ist.~~

Heinrich

000977

Oberhausen-Holteln, den 8. Februar 1944
Abt. HL Rg/Se.

VERWALTUNG I.

- 9 FEB 1944 6810

Beantwortet am:

Herren Professor Dr. Martin
Direktor Dr. HagemannBetrifft: Monatsbericht Januar 1944.Aromatisierung

Die Dauerversuchsreihen laufen bei konstanter Aktivität weiter. Bei drei Kontakten beträgt das Alter über 5.000 reine Reaktionsstunden. - Weitere Untersuchungen befaßten sich mit der Aktivitätsprüfung von Toka-Kontakten aus der laufenden Produktion der Toka-Anlage. Die Kontakte zeigen alle normale Aktivität. - Aus dem Reaktor der LT-Anlage wurden verschiedene darin aufgefundene Kornmodifikationen (graue und grüne Kontaktkörner) auf ihre Aktivität untersucht. Es stellte sich heraus, daß die grünen Körner eine größere Aktivität besaßen, aber etwas mehr Kohlenstoff ergaben als die grauen Körner. - Nach Beendigung der Versuche mit den A.K.-Benzin-Zwischenfraktionen (C6C7, C7C8, C8C9) wurden nunmehr die reinen C-Zahl-Fraktionen, d.h. C6, C8 und C9, auf ihr Verhalten bezüglich Kohlenstoff- und Crackgasbildung sowie Aromatisierung untersucht. Diese Versuche sind noch nicht abgeschlossen.

Herstellung von Sulfonaten.

Nach Überwindung einiger technischer Schwierigkeiten konnte die neue vergrößerte Apparatur in Betrieb genommen werden. Die bisher erzielten Ausbeuten liegen noch nicht auf der Höhe der Laboratoriumsversuche, sind aber immerhin schon befriedigend (über 80 %). Zur Beseitigung einiger Schwierigkeiten sind noch weitere Versuche erforderlich.

Nitroparaffine.

Die Herstellung von C9-Nitroparaffinen in flüssiger Phase mit Salpetersäure der verschiedensten Konzentration wurde fortgeführt. Die Anwendung von Katalysatoren zeigte bisher ~~nur geringen Erfolg. Der maximale Umsatz betrug bis zu 40 %~~ Nitroparaffine im Flüssigprodukt. Bei der Aufarbeitung wurden nennenswerte Mengen an niedrigmolekularen Fettsäuren aufgefunden und zwar vor allen Dingen Caprylsäure (C6-Säure) und Önanthsäure (C7-Säure). Versuche zur Nitrierung in der Gasphase sind vorgesehen.

Dehydrierung.

Die Anwendung von neuen Kontakten bei der Dehydrierung von Cetan auf der Basis Al₂O₃ - Kieselgur in wechselndem Verhältnis ergab gegenüber früheren Kontakten keinerlei Fortschritt.

Der Zusatz von Luft während der Reaktion scheint die Ausbeute an Olefinen etwas zu steigern. Im Allgemeinen werden zur Zeit bei einmaligem Durchgang 18 - 20 % Olefine erhalten. Die Crackgasverluste betragen hierbei 5 - 8 Gew. %.

Dehydrierung (Dr. Schrieber).

Versuche zur restlosen Aufarbeitung von Cetan im Recycle ergaben keine nennenswerten Ergebnisse. Eine erhöhte Diolefinbildung und Polymerisation scheint stattzufinden. - Eingehende Untersuchungen befaßten sich mit dem Aromatengehalt bei der Dehydrierung. Es wurde gefunden, daß angenähert 3 Gew. % vom Gesamteinsatz an Aromaten entstehen. - Weitere Versuche hatten zum Ziele, die Dehydrierung bei tiefer Temperatur (450°) und Normaldruck durchzuführen.

Analytisches.

Auch im Januar und voraussichtlich bis auf weiteres konnten weitere analytische Forschungsarbeiten nicht fortgeführt werden, da die gesamte hierzu vorhandene Belegschaft laufend für Betriebsuntersuchungen eingesetzt ist.

Kom

Oberh.-Holtten, den 17. Februar 1944

000979

Herrn Prof. Dr. M a r t i n !

VERWALTUNG I.
-2.MRZ 44 7047
Beantwortet am

Betr.: Monatsbericht für Januar 1944

I. Betriebsuntersuchungen.

Die Betriebsuntersuchungen wurden in der üblichen Weise durchgeführt, besondere Schwierigkeiten traten nicht auf. Die Versandprodukte hatten im allgemeinen die verlangten Werte.

II. Sonderuntersuchungen.

1. Gas- und Gasoluntersuchungen.

Die Vergleichsuntersuchungen zwischen interferometrischen Gasanalysen und Tieftemperaturiedeanalysen konnten abgeschlossen werden, da eine ausreichende Übereinstimmung erzielt wurde. Ein Bericht über diese Arbeit ist in Vorbereitung.

Nach Beendigung dieser Arbeiten konnte das Interferometer vollständig für andere Zwecke eingesetzt werden. Zur Zeit wird die Beladefähigkeit der Aktiv-Kohle verschiedener Adsorber vor und nach Regenerierung geprüft. Die Kohle wird dabei verglichen mit frischer Aktiv-Kohle Supersorbon F.S.. Die Ergebnisse zeigen bisher, daß die Kohlen der Aktiv-Kohle-Anlage 2 schon recht stark geschädigt sind, sodaß ihre Beladefähigkeit im Durchschnitt nur etwa 30-35 % der von frischer Kohle beträgt. Durch die Regenerierung bei 400° mit Wasserdampf steigt die Beladefähigkeit auf etwa 60 %. Weitere Untersuchungen sind noch im Gange. Die Aufnahmefähigkeit bis zum ersten Durchschlag von C₂ und C₄ wird noch geprüft. Nach Beendigung der Versuchsreihe wird hierüber ein besonderer Bericht herausgegeben. Es ist weiter vorgesehen, in diese Vergleichsuntersuchungen auch verschiedene neue Kohlen der Lurgi, unter anderem die bereits im Adsorber 6 eingefüllte T.S.-Kohle einzubeziehen.

Da die Dichten von Wassergas und Synthesegas bei der Feststellung der Gasmengen durch die Betriebskontrolle eine wesentliche Rolle spielen, wurden Vergleichsuntersuchungen angesetzt zur Bestimmung der Gasdichten auf Grund der Gasanalysen und mittels Auswägung nach Dumas. Die Übereinstimmung ist bisher noch nicht befriedigend. Weitere Untersuchungen sind daher erforderlich, um die Genauigkeit beider Methoden zu bestimmen.

Die theoretischen Ausbeuten auf Grund der Dekadenproben ergaben für Januar folgende Werte:

Drucksynthese: 145,2 g flüss. Prod. + 17,1 g Gasol/m³ Nutzgas
Normalsynthese: 118,9 g " " + 21,6 g " " "

Der Bericht über die Kohlenoxydbilanz bis Ende Dezember ist inzwischen herausgegangen, es ist beabsichtigt, vierteljährlich diese graphischen Darstellungen herauszugeben. Für den Januar ergab doch die gleiche befriedigende Übereinstimmung wie bisher. Der Ende Dezember beobachtende Abfall bei der Normalsynthese hat sich wieder ausgeglichen, sodaß auch hier wieder 97 bis 98 % des Kohlenoxydes wiedergefunden werden.

2. Reinigung von Gasen.

In Fortsetzung der Untersuchungen über den Schwefelgehalt in Gasen wurde gefunden, daß in grob gereinigtem Wassergas etwa 5 % des orga-

nischen Schwefels im Spaltofen nicht erfaßt werden. Die gleichen Untersuchungen für feingereinigtes Wassergas sind noch nicht beendet, da hier eine weitere Schwierigkeit infolge der außerordentlich geringen im Verbrennungsrohr erfaßten Schwefelmenge auftritt.

Die Katorfabrik hat in den letzten Wochen den etwas höheren Sauerstoffgehalt der Kohlensäure aus der Alkazid-Anlage bemängelt. Wir haben daraufhin Untersuchungen über die Höhe dieses Sauerstoffgehaltes und die Herkunft aufgenommen. Es wurde gefunden, daß der Sauerstoff durch kleine Mengen von Luft hervorgerufen ist und zwar ist seine Menge sehr schwankend, liegt aber im Mittel bei 0,1 %. Die Herkunft der Luft konnte aber noch nicht aufgeklärt werden. Aus dem Dampf stammt sie jedenfalls nicht. Zur Zeit sind Untersuchungen im Gange mit angereicherter Alkazidlauge.

3. Benzin- und Dieselöluntersuchungen.

Der Ringversuch der Synthesewerke des Westens über Peroxybildung und ihren Einfluß auf die Oktanzahl wurden im wesentlichen abgeschlossen. Es wurden lediglich die Bestimmungen der Peroxyde der verschiedenen Benzine weitergeführt. Dabei stellte sich heraus, was anfänglich nicht so klar war, daß offenbar ein grundsätzlicher Unterschied zwischen Ruhrchemie- und Hoeschbenzinen einerseits und den Benzinen der Normaldrucksynthese andererseits besteht. Interessant war übrigens, daß auch diesmal wie bei dem 1. Versuch das Rheinpreußenbenzin die stärkste Zunahme der Peroxydzahlen ergab, während unser Benzin die geringste Oxydationswirkung zeigte.

Die aus verschiedenen Gründen bisher noch nicht fertiggestellte Untersuchung der Benzine aus dem Faßlagerversuch wurde nunmehr abgeschlossen. Die Ergebnisse werden jetzt zusammengestellt.

4. Untersuchung der Restbeladung von Aktiv-Kohle.

Die Aktiv-Kohlen der A.K.-Anlage 2 ergeben sehr häufig hohe Restbeladungen, in der Größenordnung von 0,5-1 %. Wird an diese Ausdämpfung bei 300° noch eine Extraktion mit Äther angeschlossen, so findet man im Durchschnitt nochmal die gleiche Menge an paraffinartigen Substanzen, die Schmelzpunkte bis zu 40° aufweisen können.

5. Paraffinuntersuchungen.

In der Paraffin-Abteilung wurden außer den üblichen Untersuchungen der Produkte aus der Paraffin-Anlage die bei den im vorigen Monatsbericht erwähnten Versuchsreihen weitergeführt.

a) Veränderung der Eigenschaften von Paraffin durch Destillation.

Bei einer nochmaligen genauen Untersuchung über die Veränderung der Zusammensetzung des Hartparaffins bei der Destillation wurde so vorgegangen, daß R.B.-Hartwachs im Ölbad bei bestem Vakuum bis 560°, auf Normaldruck bezogen, überdestilliert wurde. Nach Vereinigung von Destillat und Rückstand ergab sich schon eine ganz geringe Verfärbung des Paraffins. Teilt man nun Original-Hartwachs und das einmal destillierte Produkt in der üblichen Weise, indem man in Weichwachs, Mittelfraktion und Super auftrennt, so ergibt sich, daß in dem destillierten Produkt der Weichwachsanteil um 4,2 % zugenommen hat, während die Superfraktion, die einen E.P. von 103° hat, um 4,8 % abgenommen hat. Die Untersuchungen werden fortgesetzt; es scheint sich aber zu bestätigen, daß die Destillation des Hartparaffins nicht ohne Aufspaltungen durchzuführen ist.

b) Untersuchungen der Eigenschaften von Extraktionsparaffin.

Bei Fortführung der Arbeiten wurde gefunden, daß das Dieselöl, das

zur Extraktion der Öfen benutzt wurde, bis etwa 380° übergeht. Die paraffinhaltigen Öle wurden daher bis zu dieser Temperatur abdestilliert, dabei verblieben nur noch etwa 9 % Rückstand. Dieses eigentliche Extraktionsparaffin soll nunmehr weiter untersucht werden.

Eine 3. Versuchsreihe wurde noch angefangen mit dem Ziel, in unserem Hartwachs isomere Kohlenwasserstoffe nachzuweisen. Dazu wurden 13 durch Selektivzerlegung hergestellte Fraktionen im Vakuum destilliert. Zunächst zeigte sich, daß die drei ersten niedrighschmelzenden Fraktionen ein verhältnismäßig weites Siedeband haben, während die höherschmelzenden Anteile ein weit engeres Siedeintervall besitzen. Diese Erscheinung deutet schon darauf hin, daß in den niedrigschmelzenden Anteilen auch hochsiedende, verzweigte Paraffine enthalten sind. Ganz besonders charakteristisch ist aber, wenn man die zum mittleren Schmelzpunkt, auf Grund der Eigenschaften der Normalparaffine, gehörenden Siedepunkte mit den mittleren wahren Siedepunkten vergleicht; z. B. hat die untere Fraktion einen E.P. von 46° , dem entspricht bei Normalparaffin ein Siedepunkt von 380° , in Wirklichkeit liegt aber der mittlere Siedepunkt bei 450° . Die Differenz beträgt also 70° . Demgegenüber hat die Fraktion 9 einen E.P. von $66,5^{\circ}$ zu dem ein Siedepunkt von 473° gehört, während der mittlere Siedepunkt bei 480° liegt. Die Differenz beträgt also nur 7° . Es zeigt sich also ganz deutlich, daß in den unteren Fraktionen, Produkte mit hohem Siedepunkt aber niedrigem Schmelzpunkt angereichert sind. Die Untersuchungen werden fortgesetzt um auch möglichst einen genauen Überblick an den verzweigten Kohlenwasserstoffen zu gewinnen.

6. Öluntersuchungen.

Die Untersuchungen für den Prurstand wurden fortgesetzt, ebenso sind vergleichende Hartasphaltbestimmungen weitergeführt worden. Die Untersuchungen sind noch nicht abgeschlossen, da noch mehr Vergleichsöle geprüft werden müssen.

7. Verschiedene Untersuchungen.

Zur Zeit laufen noch einige Untersuchungen über die Korrosion an den Gaserhitzern der A.K.-Anlage und über die Frage der Entfernung von Verkrustungen an Kühlern der Gasverdichter.

Versuchsarbeiten.

1. Herstellung von Schmieröl aus Weichparaffin über Chlorierung und Entchlorung.

Wie bereits kurz erwähnt, wurde außer bei Aluminiumoxyd auch bei Kieselsäure gefunden, daß der bei 20° gefällte Kontakt eine bessere Entchlorungswirkung hat, als der heißgefällte Kontakt. Nach dem Glühen erhält man zum Beispiel bei der Entchlorung für die bei 20° gefällte Kieselsäure eine Jodzahl von 118 und für die heißgefällte Kieselsäure eine Jodzahl von 50. Ganz ähnlich scheinen auch SiO_2 - und Al_2O_3 -Mischungen zu wirken, von denen eine heißgefällte Probe nach dem Glühen bei 250° nur noch eine Jodzahl von 25 ergab. Weitere Versuche über die Entchlorungswirkung sollen jetzt zunächst klären, welcher Art die Produkte sind, die außer niedrigem Chlorgehalt auch niedrige Jodzahlen aufweisen. Wahrscheinlich ist, daß es sich um naphtenhaltige Produkte handelt. Es könnte aber auch sein, daß hierbei olefinische Produkte gebildet werden, deren Doppelverbindungen nicht alle auf Jod ansprechen. Es sind in der Literatur schon mehrfach solche Verbindungen beschrieben worden.

Die Polymerisationsversuche werden in Zukunft mehr nach der Richtung verbesserter Qualität der erhaltenen Öle gelenkt und zwar ist hier in 1. Linie an die physikalische Beschaffenheit der Öle gedacht. Es soll unter anderem versucht werden, die bisher noch trüben Öle ohne Verluste

so zu raffinieren, daß sie klar durchscheinend wirken.

2. Paraffinoxydation.

a) P.O.-Versuchsanlage.

Die Produktion der P.O.-Versuchsanlage betrug im Januar 1944 3413 kg O.P. 3 aus 3620 kg Hartparaffin entsprechend 94,3 % Ausbeute. Außerdem wurden 222 kg O.P. 3 durch Nachoxydation von Versuchsprodukten der Kleinversuche gewonnen. Die Anlage hatte 29 1/2 Betriebstage. Stillstände infolge von eigenen Reparaturen waren nicht notwendig. Die Ausbeute ist höher als in den letzten Monaten und zwar vor allem deswegen, weil bei Untersuchungen des Temperatureinflusses eine ganze Reihe von Versuchen bei 115-118° durchgeführt worden sind, die eine wesentliche höhere Ausbeute wie sonst bisher ergaben. Nach den bisherigen Unterlagen bekommt man bei sonst gleicher Arbeitsweise im Temperaturbereich von 126-128° etwa 88-89 % Ausbeute. Im Temperaturbereich von 120-123°, 92-93 % Ausbeute und im Temperaturbereich von 115-118° etwa 95 % Ausbeute. Das Aussehen des erhaltenen O.P. 3 und die Säurezahl innerhalb der drei Temperaturbereiche sind gleich. Es ist 1. vorgesehen, bei noch tieferen Temperaturen zu arbeiten und 2. eine Untersuchung der Oxydationsprodukte einzuleiten, um festzustellen ob sich die Zusammensetzung der reinen Säuren bei einer so starken Veränderung der Ausbeuten ebenfalls ändert. Der Behälter 1 der Endgasreinigung mußte nach einer Gesamt-Betriebsdauer von 1822 Stunden nochmals ausgebaut werden, um das Silicagel zu sieben, da der Widerstand zu groß wurde. Offenbar läßt sich nicht ganz verhindern, daß ein Teil des Silicagels entweder während des Adsorptionsvorganges oder während der Regenerierung sehr stark zerkleinert wird. Es ist vorgesehen das Silicagel abzusieben und wieder erneut einzusetzen. Man muß jedenfalls für die Großanlage vorsehen, das Silicagel leicht auswechselbar zu machen.

Die Anlage war sonst während des ganzen Monats störungsfrei im Betrieb, es wurde dauernd im 3-Schichtenbetrieb gearbeitet, wobei vier Ostarbeiter eingesetzt haben, die sich bisher nach Anlernung gut bewährt haben.

b) Laborversuche.

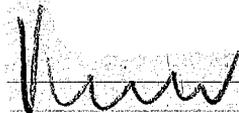
Die Einführung eines Einleitungsrohres mit etwas größeren Kochern im Versuchsrohrenreaktor, hat keine Verbesserung des Oxydationsgrades ergeben, ebenso ist eine Verringerung der Einsatzmengen zur Vergrößerung des Gasdurchsatz-Verhältnisses ohne Einfluß geblieben. Man kommt in 6 Stunden unter den bisher günstigsten Bedingungen etwa auf eine NS von 30-35. Die Versuche werden jetzt auf den anderen Versuchsreaktor mit der niedrigen Bauweise ausgedehnt, um auch hier die Säurezahl unter optimalen Bedingungen zu ermitteln.

Eine weitere Untersuchung von luftoxydiertem Paraffin im Vergleich zu O.P. 3 und O.P. 4 zeigte, daß vor allem die höchstschmelzenden Anteile in geringeren Mengen vorhanden sind, obwohl die beiden untersuchten Proben wesentlich geringere Säurezahlen haben als das untersuchte O.P. 3. Vergleichsweise waren auch die niedrig schmelzenden Anteile größer. Es ist sogar so, daß in unserm O.P. 4, das aus Tafelparaffin hergestellt ist, weniger niedrig schmelzenden Anteile enthalten sind als in einem luftoxydiertem Produkt der I.G. bei ungefähr gleicher Säurezahl. Durch diese Untersuchungen wird weiter bestätigt, daß die Luftoxydation eine wesentlich stärkere Spaltung bewirkt, als unsere Art der Oxydation.

Auf Grund der schlechten Erfahrung, die im Ölbetrieb mit einem Wälzgerfett der Firma Calypsol beim Betrieb der Entchlorer gemacht worden ist, haben wir schon vor einigen Wochen Untersuchungen über Fette auf Fließ- und Tropfpunkte aufweisen sollen. Man kommt

mit 15 % O.P. 3 und verschiedenen Ölen zu Fließ- und Tropfpunkten von 150, 160 und 163°. Dagegen wird durch I.G.-Wachs L bei sonst gleichen Bedingungen der Fließ- und Tropfpunkt auf etwa 130° heruntersetzt. Mit Nachlauffettsäuren wird noch nicht mal ein Fließ- und Tropfpunkt von 100° erreicht. Ich möchte aber diesen Vergleichsuntersuchungen keine allzugroße Bedeutung beimessen, da die von uns gewählten Versuchsbedingungen unter Umständen nicht die Günstigsten sind. Die Untersuchungen werden mit unseren Ölen und O.P. 3 fortgesetzt, da evtl. beabsichtigt ist, falls sich unsere Mischungen gut bewähren, diese in etwas größerem Umfange für die Ölanlage herzustellen.

Ddr.: Herrn Dir. Dr. Hagemann

A handwritten signature in dark ink, appearing to be 'Hagemann', written over a horizontal line.

000984

Abt. Kt. Gr./Vgl.

Oberh.-Holten, den 18. Febr. 1944

Herrn Prof. Dr. M a r t i n (durchl. b. H. Dir. Dr. Biederbeck)

Betr.: Monatsbericht Katorfabrik / Feinreinigung Januar 1944Katorfabrik:

| | |
|-----------|------------------|
| Erzeugung | 89 Ofenfüllungen |
| Versand | 89 " |

Da der Bestand an Buscherhof-Gur aufgebraucht war, wurde am 20. d. Mts. auf die Verarbeitung von Oberohe-Gur umgestellt.

In einer für den 12. d. Mts. nach Essen einberufenen Erfahrungsaustauschsitzung hatten die Synthesewerke Gelegenheit, über die Betriebsergebnisse mit den seit dem 1. Mai 1943 hergestellten "verdünnteren" Kontakten, bei welchen durch Erhöhung des Kobalt-Kieselgurverhältnisses der Kobalteinsatz pro Ofen um ca. 5 % erniedrigt worden war, zu berichten. Während Viktor und die KW-Betriebe günstig berichteten, gaben Ess. Steinkohle und Krupp, besonders auch Rheinpreussen der Meinung Ausdruck, dass diese dünneren Kontakte eine Verminderung des Ausbringens der Synthese bringen. Über die seitens der ROH vorgeschlagene bereits im Februar 1943 angeregte weitere Senkung des Kobaltinhaltes der Syntheseöfen um nochmals 5 %, entspann sich ein lebhafter Meinungsaustausch, der schliesslich zu dem Beschluss führte, dass ab 1. Febr. d. J. für die Dauer eines Monats Kontakte hergestellt werden sollen, deren Kobaltinhalt um weitere 5 % gesenkt wird. Nach dieser Zeit wird wieder auf die derzeitige Konzentration (5 %-ige Erniedrigung) umgestellt.

Die Regelmässigkeit der Produktion war infolge häufigen Mangels in der Dampfversorgung erheblich gestört. Besonders waren die mit Niederdruckdampf arbeitenden Betriebsteile hiervon betroffen. Eine Besserung trat hier erst nach Herstellung einer zusätzlichen Entspannungsmöglichkeit ein.

Die Verteilung der Kontaktlieferungen im Januar auf die einzelnen Synthesewerke ist aus nachfolgender Aufstellung ersichtlich.

| Kontaktbezieher | Buscherhof-Gur | | Oberohe | | Gesamt |
|-----------------|----------------|-----------|-----------|-----------|--------|
| | 2-3 | 1-3 | 2-3 | 1-3 | |
| Viktor | | 8 | | 2 | 10 |
| Rheinpreussen | | 14 | | 2 | 16 |
| KW-Betriebe | | 12 | | 6 | 18 |
| Krupp | | 17 | | 4 | 21 |
| Ess. Steinkohle | | 12 | | 4 | 16 |
| Hoesch | 4 | | | 4 | 8 |
| Summe | 4 | 63 | 22 | 89 | |

Anmischung:

In Berichtsmonat gingen an ausgebrauchter Masse ein:

7e Grosskübel,
49 Kleinbehälter,

welche 86 Ofenfüllungen entsprechen. Die Rücklieferungen verteilen sich wie folgt auf die einzelnen Synthesewerke:

| Kontaktbezieher | Ofenfüllungen |
|------------------|---------------|
| Viktor | 12 |
| Rheinpreussen | 18 |
| KW-Betriebe | 20 |
| Krupp | 19 |
| Ess. S. einkohle | 12 |
| Hoesch | 5 |
| Summe: | 86 |

Mit Ausnahme eines Kontaktes der KW-Betriebe und von zwei Kontakten von Hoesch lagen die Paraffingehalte der ausgebrauchten Massen unter 9 %, in der Hauptsache zwischen 0,1 - 5 %.

Regenerierung:

In der Kontaktauflösung wurden im Berichtsmonat durchgesetzt:

72,4 te Kobalt,
5,4 te Thermanoxyd, davon
1,9 te Aufarbeitung für Katerfabrik Lützkendorf,
5,5 te Magnesiumoxyd.

Die durchgesetzte Umlaufmenge betrug 5,4 te Kobalt.

Die Vorbereitungen zum Ersatz der bisher üblichen Standmessung im Messbehälter für die Lösungen der rückgesandten Kontaktmassen mit Messlatte durch einen Schwimmer mit entsprechender Messeinrichtung, sind soweit vorgeschritten, dass die probeweise Inbetriebnahme voraussichtlich im Laufe des Monats Februar erfolgen kann.

In der Station Reinigungsfallung wurde der Versuch gemacht, die als Filterhilfsmittel für die Filtration der Calcium-Magnesium-Fluoridschlamm bisher immer noch erfolgter Fällung mit Natriumfluorid zugesetzte Kieselgur in die wässrige Aufschlammung des NaF einzurühren und somit gleichzeitig während der Fällung einzubringen. Die Ergebnisse waren befriedigend. Es ergab sich die Möglichkeit, die Menge der zugesetzten Kieselgur von bisher 40 % - bezogen auf das angewandte NaF - auf 20 % herabzusetzen, ohne dass sich hierdurch die Filtrationsgeschwindigkeit der gefällten Lösungen sowie die Waschzeit und Auswaschung des Niederschlages irgendwie verschlechtert hätte. Gleichzeitig wird das bei der bisherigen Arbeitsweise unvermeidliche, lästige Verstauben der Kieselgur beim Eintragen in die gefällten Lösungen durch das neue Verfahren vollständig vermieden.

Fällung, Formgebung:

Der Durchsatz betrug 95 te Co entsprechend 70 % der vollen Kapazität. Dampfangel und Störungen an den Ventilatoren der Trockner verhinderten das volle Ausfahren der Anlage. Die Beseitigung der Trocknerventilatoren, sowie die Berieselung der Büttnerwäschen wurde in Laufe des Monats von Ruhrwasser auf Weichwasser aus der Verdampferanlage umgeschaltet.

Die ersten Messungen an der Abluft der Staubfilter (Standardfilter) für die Formgebungsanlage zeigten, dass die durch den im Vormonat beendeten Einbau eines zusätzlichen grossen Staubfilters bezweckte geringere Belastung der Staubbeutel vollen Erfolg hatte. Der Verlust lag zwischen 200 - 250 gr Kobalt pro Tag. Die Messungen werden mit verbesserten Messeinrichtungen fortgesetzt.

Das für die Säuberung der Bandkanäle und der Formgebungsapparatur umgebaute Bethfilter wird in Kürze in Betrieb genommen werden können.

Die für die Filtration der Abwässer des Klärbeckens aufgestellten Bersigfilter wurden probeweise in Betrieb genommen. Der erzielte Effekt ist befriedigend. Das filtrierte Abwasser ist vollkommen Kobaltfrei. Die Leistung der eingebauten Pumpe genügt nicht zur Bewältigung der Abwässer. Der Einbau einer Pumpe mit höherer Leistung ist vorgesehen.

Reduktion:

Die Reparatur des Bersigkompressors und des Spellekengebläses wurde beendet.

Um die Einhaltung exakter Arbeitsbedingungen zu gewährleisten, wurden die Messeinrichtungen an den Reduktionströgen - Temperatur- und Mengemessung des Umlaufgases - nochmals gründlich überholt.

Im Laufe des Monats trat neuerlich eine Verlegung im Einspritzkühler und dem nachgeschalteten Abscheider auf. Die Beseitigung dieser Störung wurde gelegentlich des üblichen Stillstandes am Monatsende vorgenommen.

Die Montage des Versuchsstaubfilters für das Umlaufgas wurde fortgesetzt und zunächst die Anschlussleitungen hergestellt.

Thoriumregenerierung:

Es wurden 4,4 te Thoriumoxyd erzeugt.

Versuchsweise wurde die Waschung des Thoriumhydrokarbonates wieder mit Ruhrwasser vorgenommen. Die Qualität des Produktes blieb unverändert.

Feinreinigerherstellung:

| | |
|-----------|--------|
| Erzeugung | 687 te |
| Versand | 713 te |

Die Verteilung der Lieferungen auf die einzelnen Synthesewerke geht aus nachfolgender Aufstellung hervor:

Synthesewerk

| | | |
|-----------------|--------|---------------|
| Viktor | 60 te | |
| Rheinpreussen | 89 te | |
| KW-Betriebe | 141 te | |
| Krupp | 92 te | |
| BayerSteinkohle | 44 te | |
| Hoesch | 121 te | |
| Vintershall | 59 te | |
| Schaffgotsch | 165 te | Summe: 771 te |