

003040

Oberhausen-Holten, den 17. November 1944
Rg/Se.

EGGTE

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

Betrifft: Monatsbericht Oktober 1944.

Durch die Bombenangriffe im Verlaufe des Monats Oktober konnte das Versuchslaboratorium CH die laufenden Arbeiten nur in den ersten Tagen programmgemäß abwickeln. Vom 6.10. bis Monatsschluß war die gesamte Belegschaft - soweit sie nicht eigene Bombenschäden zu beheben hatte - ausschließlich mit Aufräumungs- und Wiederinstandsetzungsarbeiten beschäftigt. Die Schäden, die bisher immer ohne fremde Hilfe mittels eigener Kräfte behoben werden konnten, waren vor allen Dingen durch die Treffer in den Wassergasgasometer und die damit verbundenen Wassereinträge und Verschlämmungen ziemlich erheblich. Kennenswerte neue Ergebnisse sind somit für den Monat Oktober nicht zu verzeichnen.

hmy

Oberhausen-Holtten, den 20. Oktober 1944
VL Rg/Se.

Herren Professor Dr. Martin
Direktor Dr. Hagemann

1554

Betrifft: Monatsbericht September 1944.

Aromatisierung.

Am 21.9. betrug die Laufzeit der Dauerversuchskontakte genau zwei Jahre. Ein Bericht über die Ergebnisse des zweiten Versuchsjahres ist in Vorbereitung. Die Versuche werden fortgesetzt. - Zur Aktivitätsprüfung kamen einige Toka-Kontakte zum Einsatz.

Dehydrierung.

Unter Verwendung einiger besonderer Trägermaterialien gelang es, die bei der Dehydrierung stets noch in geringem Maße auftretende Aromatisierung praktisch auszuschalten. Allerdings ist die Aktivität dieser Kontakte etwas geringer als bei der Verwendung von normalen Aluminium- und Magnesiumsilikaten als Trägermaterial. Die Untersuchung der mit obigen Kontakten anfallenden Reaktionsprodukte ist im Gange, Ölsynthesen sind vorgesehen. Es soll angestrebt werden, die Reaktionstemperaturen zweckmäßig um 500° herum zu halten.

Dehydrierung Dr. Schrieber.

Die Versuche mit Wasserdampfzusatz während der Reaktion brachten keine eindeutigen Ergebnisse, sodaß noch weitere Untersuchungen vorgesehen sind.

Nitroparaffine.

Außer Produktionsversuchen zur Herstellung von 80-Nitroparaffinen wurde die Nitrierung von Hexan weiter untersucht. Die Schwierigkeiten einer Umsatzsteigerung sind noch nicht behoben. Reihenversuche ergaben, daß zwischen 400 und 500° mit wechselschieden Mengen konzentrierter Salpetersäure kaum nennenswerte Unterschiede in der Ausbeute von Nitrohexanen eintreten. Es soll nunmehr der Einfluß der Salpetersäurekonzentration näher festgestellt werden.

Katalytische Spaltung.

Die Versuche, durch Erhöhung des Al_2O_3 -Anteiles bei unseren synthetischen Spaltkontakten eine Steigerung der Olefinausbeute und des Umsatzes zu erreichen, wurden begonnen. Die ersten Ergebnisse zeigen tatsächlich eine Erhöhung der anfallenden Olefinmengen (C_3 , C_4 , C_5), doch läßt die Kontaktaktivität innerhalb von mehreren hundert Stunden erheblich nach. Zur Zeit scheint bei unserem Dieselöl ein Katalysator mit einem

11555003042

Molverhältnis 1 SiO_2 : 8 Al_2O_3 optimale Ergebnisse zu bringen.
Weitere Untersuchungen sind im Gange.

Herstellung von Mononitrotoluol.

Die Nitrierung in der Flüssigphase ohne Katalysatorzusatz wurde stillgelegt, die katalytische Nitrierung weiter untersucht. Reihenversuche ergaben, daß der Salpetersäureüberschuß sowohl bei 55 %iger wie 63 %iger HNO_3 von erheblichem Einfluß auf den Umsatz ist, während die Kontaktbelastung innerhalb verhältnismäßig weiter Grenzen variiert werden kann, ohne daß sich Unterschiede bezüglich des Umsatzes zu Nitrotoluol ergaben. - Eine vergrößerte Glasapparatur sowie eine V_2O_5 -Apparatur waren praktisch fertiggestellt und sollten zwecks Übertragung der Kleinversuche in einen halbertechnischen Maßstab angefahren werden. Durch den Bombenangriff Anfang Oktober sind beide Apparaturen restlos zertrümmert worden und müssen erst neu hergestellt werden.

3043
O.-Holten, den 19. September 1944
VL - Rg/Schr.

Herrn Prof. Dr. Martin
Dir. Dr. Hagemann

11550

Betr.: Tätigkeitsbericht des Versuchslaboratoriums
Monat August 1944.

1.) Aromatisierung.

Nach fast zweijähriger Laufzeit werden die Dauerversuche z. Zt. bei 500° gefahren. Bei einer Flüssigaubeute von 82 - 84 % und Aromatengehalten von 40 - 50 Vol. % Toluol beträgt die Kohlenstoffbildung nach wie vor unverändert 1,3 - 1,8 %, also nur unwesentlich mehr als zu Beginn der Versuche, die fortgesetzt werden. - Prüfungen von Stahlproben und Untersuchungen von Tokakontakten vervollständigen das Aromatisierungsprogramm.

2.) Dehydrierung.

Die im letzten Bericht erwähnten neuen Kontakte wurden eingesetzt. Der Olefingehalt in der Siedelage $C_7 - C_{14}$ beträgt fast überall 100 %. Oberhalb und unterhalb tritt ein deutlicher Abfall ein. Während bei C_2C_3 bzw. C_5C_6 immer noch 70 - 80 % Olefine erhalten werden, liegen die ungesättigten Anteile bei C_{15} nur noch um ca. 40 % und bei C_{16} um 20 %.

Der Übergang von 600 mm abs. auf Normaldruck ergibt z. Zt. noch eine gegenüber den früheren Bedingungen erhöhte Aromatenbildung. Versuche, diese Schwierigkeit zu beseitigen, sind vorgesehen. - Die Ergebnisse der Olsynthese lassen als ziemlich gesichert erscheinen, daß möglichst tiefe Reaktionstemperaturen anzustreben sind (die bisherigen lagen bei 535° und 510°), da die Olausbeuten und Polhöhen fast durchweg mit den Produkten der 510°-Reihe besser waren. - Untersuchungen über die Belastbarkeit der Kontakte zeigten eigentümlicherweise, daß mit steigender Kontaktbelastung eine erhöhte Aufspaltung zu niedermolekularen Kohlenwasserstoffen eintritt. Die erhaltenen Ergebnisse werden weiter verfolgt.

3.) Dehydrierung (Dr. Schrieber).

Weitere Versuche bestätigten die bisherigen Ergebnisse, d.h., bei einem dreimaligen Durchsatz des Gesamtproduktes werden insgesamt 27 % Olefine im Flüssigprodukt erhalten. Bei restloser Aufarbeitung ergeben sich 81 % Olefine. - Versuche zur Druckspaltung mit Phosphorsäure - Chromkontakten bei 25 Atm. und 490° zeigten 40 % Olefine im Flüssigprodukt,

allerdings überwiegend niedrig siedende Spaltprodukte. An C_2 - und C_3 - Kohlenwasserstoffen wurden 9 % gefunden. Analoge Ergebnisse wurden mit Thorium-Chromkontakten bei Normaldruck und 510° gefunden.

4.) Nitroparaffine.

Nachdem die Darstellung von C_9 - Nitroparaffinen bei Umsätzen zwischen 35 und 45 % (einmaliger Durchgang) und Ausbeuten zwischen 70 und 80 % gesichert ist, werden z. Zt. nur Produktionsversuche zur Herstellung grösserer Mengen an C_9 - Nitroparaffinen gefahren. Die Feststellung der bei diesem Prozesse anfallenden niedrigmolekularen Fettsäuren und anderer sauerstoffhaltiger Verbindungen, die anscheinend wertvolle Nebenprodukte darstellen, bedarf noch der analytischen Bearbeitung. - Die Herstellung von Aminoalkoholen aus Nitro- C_9 -Alkoholen ist bisher, wahrscheinlich infolge präparativer Schwierigkeiten, noch nicht befriedigend gelungen. - Neu begonnen wurde mit der Nitrierung von Hexan, die allerdings bei den derzeitigen Bedingungen nur mit geringen Umsätzen (10 - 20 %) verläuft und noch eingehend überprüft werden muss.

5.) Polymerisation.

Die Polymerisation wurde vorübergehend stillgelegt. Einige neue Versuche werden jedoch in diesen Tagen angefahren.

6.) Katalytische Spaltung.

Die Versuche zur Spaltung von Dieselöl ohne Wasserzusatz wurden fortgeführt. Die guten Ergebnisse bei 25 % Vol. % Flüssigeinsatz konnten in allen Fällen reproduziert werden. Am besten war ein Katalysator, der aus 1 Mol SiO_2 und 8 Mol Al_2O_3 bestand. Um festzustellen, ob die Olefinausbeuten weiter erhöht werden könnten, wurden neben der Standardtemperatur von 500° auch Versuche bei 480° und 520° durchgeführt, deren Ergebnisse noch ausstehen. - Neue Kontakte, bei denen das SiO_2 - Al_2O_3 -Verhältnis weiter zu Gunsten von Al_2O_3 erhöht wurde, sind in Arbeit und sollen in Kürze angefahren werden. Es ist hiermit gleichfalls beabsichtigt, eine Steigerung der Olefinausbeuten (vor allem C_3C_4) zu erreichen.

7.) Herstellung von Mononitrotoluol.

Die vergrößerte Apparatur zur Herstellung von Mononitrotoluol durch Nitrierung von Roholuol mit 50 - 60 %iger Salpetersäure in der Flüssigphase bei 110° wurde nach einigen anfänglichen Schwierigkeiten in Betrieb genommen. Die bisherigen Ergebnisse scheinen mit denen der Kleinversuche übereinzustimmen, beispielsweise 50 %iger Umsatz nach 6 Std. mit 60 %iger Salpetersäure. Weitere Versuche sind vorgesehen. Die katalytische Nitrierung von Roholuol zeigte Umsätze bis zu 50 % bei Temperaturen um 175° , einer Kontaktbelastung von 60 % Flüssigeinsatz an Toluol und 115 % der Theorie an 60 %iger Salpetersäure. Als beste Kontakte wurden zwei bestimmte Modifikationen von geformter Kieselsäure erkannt, aber auch Bimstein ergibt befriedigende Werte. Eine Erhöhung

003066

Herren Professor Dr. Martin
Direktor Dr. Hagemann

11562

Betrifft: Monatsbericht Juni 1944.

Durch den Bombenangriff am 16.6. wurde natürlich auch der Versuchsbetrieb OH 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 vorgesehenen Umfang 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 Kürze 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 Umfang weiterlaufen. Das Kontaktalter beträgt im Augenblick 22 Monate, wovon allerdings Stillstände aus den verschiedenartigsten Ursachen abzusehen 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 sollen. 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 Zuführungsleitungen zurückzuführen sind. - Ferner wurden noch Kontaktprüfversuche durchgeführt und die Nitrierung von Oktan untersucht, die ebenfalls mit befriedigenden Umsätzen verlief.

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 Ausgangssiedelage enthält ca. 23 % Olefine. Über den Aromatengehalt lassen sich keine exakten Angaben machen. Schätzungsweise sind im Spalt-

74.1563

benzin ca. 1,5 %, in der Ausgangssiedelage ca. 1 % Aromaten enthalten. Ein Herabsetzen der Temperatur auf 510° verringert den Anteil an Spaltbenzin, und zwar von 55 auf 35 Gew. %. Gleichzeitig geht der Olefingehalt des Spaltbensins 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 Ausgangssiedelage bei 12.7.44 e wurden 27 % Aromaten, und zwar in der Siedelage C11 - C17 für Spezialzwecke angegeben. In dem Bericht

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 Wassereinsatz. Hierbei ist das Ziel, bei erhöhter Aufspaltung eine Steigerung der niedrigmolekularen, vor allem C₄ und C₅ Normal- und Iscolefine zu erreichen. Ergebnisse liegen bisher nur in geringem Maße vor. Außerdem betraf eine längere Versuchsreihe die Spaltung von Dieselöl mit kombinierter Aromatisierungs- und Spaltkontakt. Es war für eine frühere Patentanmeldung eine Anzahl von Vergleichsbeispielen beizubringen.

Propylaminnitrat.

Die Herstellung von Propylaminnitrat wird weiter in kleinem Umfange durchgeführt, und zwar auf dem Wege, Propylalkohol mit Ammoniak bei 350° 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 Roholuol vorgesehen ist. Dieses Roholuol enthält bekanntlich noch Isoparaffine als Verunreinigungen und kann wegen der Gefahr einer Tetranitromethanbildung im normalen Nitrierungsverfahren (Salpeterschwefelsäure-Gemisch) keine Verwendung finden.

003048
741564

Dehydratisierung.

Versuche, unseren Abfallkalk für Dehydratisierungszwecke zu verwenden, scheiterten. Anschließend wurden verschiedene Bauxite in kalsinierter und nicht kalsinierter Form zur Dehydratisierung von Kreislauftensin 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.

Kung-

Herren Professor Dr. Martin
Direktor Dr. Hagemann

003029
11565

Betrifft: Monatsbericht Mai 1944.

Aromatisierung

Die Dauerversuche laufen unter praktisch unveränderten Bedingungen weiter. - Die Versuche zur Aromatisierung eines Ungarnbensins (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 auch als Reforming-Prozess ohne weiteres anwendbar ist. Allerdings bedürfte diese Frage noch einer eingehenderen Bearbeitung, vor allem bezüglich des einzusetzenden Bensins, 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 süßflüssiger 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 Propylinitrat (vermutlich entstanden aus überschüssigen Propylalkohol und Salpetersäure) sowie Dipropylaminnitrat - letzteres allerdings kristallisiert - aufgefunden. Das Rohpropylaminnitrat ist ebenso wie das

3049A

- 2 -

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 Schmieröl-synthese und Oxosynthese zu untersuchen. Zunächst soll die Eignung zur Schmieröl-synthese überprüft werden. Falls die Ölversuchsanlage die in größerem Umfang erforderlichen Versuche nicht bewältigen kann, ist beabsichtigt, dieselben im eigenen Betrieb durchführen zu lassen.

Dehydrierung Dr. Schrieber.

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

- 3 -

11566

Der Einsatz von Octan in Mischung mit größeren Mengen niedrigsiedender Kohlenwasserstoffe bzw. Gasole ergab bei Anwendung von Heptan zunächst 27 % Olefine in der Ausgangsiedelage. Spätere Untersuchungen zeigten jedoch, daß durch eine nicht zu vermeidende Cyclisierung des Heptans der ursprüngliche Effekt mutlich durch die bei der Cyclisierung entstehende große Wassermenge. Die Versuche wurden daher abgebrochen. Zur Zeit laufen Dauerversuche mit $\text{Ba-ThO}_2\text{-Cr}_2\text{O}_3$ -Kontakten. Bei dreimaligen Durchsätzen werden 26 % Olefine erhalten.

Dehydratisierung

Die Versuche zur Abspaltung von Wasser aus den Alkoholen des Primärproduktes aus der Kobaltkontakt-Kreislaufsynthese ergaben, wiegend 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 katalysiertem aktiviertem Aluminiumoxyd, das in geformtem Zustande aus der Toka-Anlage erhalten wurde, konnte bis auf 200 Vol.-% Flüssigkeitsumsatz 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 katalysiertem Aluminiumoxyd für die Heißraffination durch die Toka-Anlage einen Engpaß. Kontakte auf neuer Basis ohne Verwendung von katalysiertem 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 umgesetzte 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 immerhin mögliche Bildung von Tetranitromethan zu Schwierigkeiten führen würde. Tetranitromethan siedet bei 124°. In einer nachgeschalteten Tiefkondensatfalle konnte Tetranitromethan nur in ganz geringen Spuren

3050 A

- 4 -

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

hmm -

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

AG 2051

Herren Professor Dr. Martin
Direktor Dr. Hagemann

Betrifft: Monatsbericht April 1944.

11567

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 herausgeschnitten 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° und 170 - 205° 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 ausschließen ist. - Zuletzt wurden Versuche begonnen, die auf die Möglichkeit, die Aromatisierung als Reformingverfahren einzusetzen, abzielten. Verwendet wurde die über Aluminiumoxyd bei 350° vorbehandelte 60-200°-Fraktion eines Kreislaufbensins 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.Bt. 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 C_9 -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 Kohlensäure 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 Bismut 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 angelegt werden. Es ist dies sowohl bei C_9 - sowie bei C_{16} -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-kohlensäuren 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 liegen 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 Vorsichtsmaßnahmen zu beachten, da bei erhöhten Temperaturen das Propylaminnitrat leicht zersetzlich ist. Eine Schwierigkeit liegt noch darin, daß bei der

002053
1568

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 C₂-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 Ofen 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

003154

- 4 -

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.

Korn-

003055

Herren Professor Dr. Martin
Direktor Dr. Hagemann

1569

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 Methyloctohexan-Fraktion des Ungarnbensins - 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 befaßten sich mit der Aufklärung und Beseitigung dieser neuen Schwierigkeit. - Ein 3-Rohr-Ofen war auch im März für die Heißraffination von Bensinen 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 C₉-Fraktion des A.K.-Bensins die ersten Versuche bei Normaldruck, Temperaturen zwischen 300 und 400 °C 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. Ähnliche angewandten Katalysatoren

31570
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 bzw. Nitrierung von Octan.

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 bzw. 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, sumal 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 ergeben 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 160 - 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 Verfahrenswesen bezüglich der Kontaktherstellung scheinen sich als besonders günstig herauszustellen. Ein Bericht über die Versuche wird nach ihrer Beendigung herausgegeben. - Die seinerseit bereits begonnene Polymerisation von Cg-Olefinen aus der katalytischen Spaltung der Lt-Dingen in der Überladerfähigkeit und Motorekztanzahl sowie Kleempfindlichkeit, 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.

Oberhausen-Holten, den 8. März 1944
Abt. HL Rg/So.

Herrn Professor Dr. Martin
Direktor Dr. Hagemann

11572

003058

Betrifft: Tätigkeitsbericht Monat Februar 1944.

Aromatisierung

Die Dauerversuchserien 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 Cg-, Cg- sowie Cg-Fraktion des A.K.-Benzins bei verschiedenen Temperaturen mit dem Ziele hoher Aromatenausbauten 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 halbtechnischen 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 sähe, 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 sähe und halbfeste 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 Cg-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, Säuren 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 hierbe 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. Spiske 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 eingebracht, der einen vermehrten Einsatz besonders talentierter Gefolgschaftsmitglieder im Hinblick auf den Mangel an Handwerkern sowie die Schwierigkeit bezüglich Glasbläserarbeiten vorsieht.

Kong-

3060

Herren Professor Dr. Martin
Direktor Dr. Hagemann

11574

Betrifft: 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-Fractionen, d.h. C₆, C₇ und C₈, 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 niedermolekularen Fettsäuren aufgefunden und zwar vor allen Dingen Caprylsäure (C₈-Säure) und Önanthsäure (C₉-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.

306-141575

- 2 -

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 Reaktor 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.

Homy-