

3441-34501-77

000042

Arbeitsprogramm Propylaldehyd.

(Nach dem Versuch Butta - Kohnard).

16.-18.3.1942.

- 1.) Synthese-Laufversuche unter möglichst technischen Bedingungen:
  - a) Wie groß ist die Lebensdauer des Kators ?
  - b) Wie oft kann er regeneriert werden ?
  - c) Beeinflusst die Co-Verzerrung, bzw. die Th-Anreicherung den Syntheseverlauf ?
  - d) Welches ist die genaue Zusammensetzung der Reaktionsprodukte?
  - e) Anwendung der höhermolekularen Ketengruppe als Hilfsflüssigkeit.
- 2.) Welches ist die geeignete Hilfsflüssigkeit, um in Italien zu beginnen ? (ca. 1 Kesselwagen; synth. Kwe, Toluol, Isokalin ?)
- 3.) Der hohe Bedarf an Brennstoff ( 1 kg Öl / 1 kg Kator ), sowie die dadurch fortlaufend eintretende Verunreinigung der Syntheseprodukte macht es erforderlich, den Reaktor unreguliert zu verschicken und in Italien zu regulieren (vereinfachte Vorgabe).  
Welches sind die Reduktionsbedingungen für den nickelurfreien Co-Th-Oxo-Kator ?
- 4.) Welches ist die günstigste Katorzusammensetzung ?
- 5.) Experimentelle Ermittlung der Löslichkeiten von CO, H<sub>2</sub> und Äthylen unter den Synthesebedingungen.
- 6.) Welches ist die beste Aufarbeitung des in Lösung gegangenen Isokalins ?
- 7.) Systematische Versuche über die Regeneration <sup>des</sup> Kators:
  - a) Durchführung und Wirksamkeit der H<sub>2</sub>-Behandlung des trockenen Kators;
  - b) Ist eine Regeneration durch Auswaschen oder Auskochen mit geeigneten Lösungsmitteln gegebenenfalls unter Durchleiten von H<sub>2</sub> möglich ?

- e) Wenn man bei Anwendung der eigenen, ätherelaren Nebenprodukte als Hilfsflüssigkeit wie folgt regenerieren:  
Abtreiben der leichtflüchtigen Anteile aus der Ofensuspension, z.B. bis  $120^{\circ}$ ,  
Behandeln der Restsuspension mit Wasserstoff bei höherer Temperatur, z.B.  $250^{\circ}$ , und bei entsprechend erhöhten Druck oder  
Behandeln der Restsuspension mit Wassergas, oder mit Kohlenoxyd, ohne daß Kw- ynthese eintritt,  
Abtrennen des Flüssigkeitsüberschusses vor oder nach der Gasbehandlung und Wiederverwenden der Restsuspension.
- 8.) Durchführung von Versuchen im Teigrrohr mit Unterteilungs-  
einrichtungen.
- 9.) Aufbau einer Apparatur zur Durchführung der  $C_3$ -al- ythese  
im Biedelverfahren.

Dar.: Ma.

St.

Fri.

San.

Hl.

~~Jac.~~

La.

000012

Aktennotiz

über die Besprechung mit

Verfasser: Dr. Heckel

Durchdruck an:

Ha.  
Hg.  
Aab.  
Roe.  
Kü.  
Pri.  
Hans.  
Le.  
Jac.

in Koltun um 6.2. 1/2

Anwesend: die Herren:

Prof. Martin  
Herr v. Asoth  
Dr. Hecken  
Dr. Buchner  
Dr. Fritzsche  
Dr. Hansen  
Dr. Leake  
Herr Hen. Jacob  
Dr. Heckel

Zeichen:

Datum:

bt. P. #1/142

16.2.1942.

Betrifft: Propylaldehyd-Synthese.

Einleitend gibt Soela einen Bericht über den gegenwärtigen Stand der Propylaldehyd-Synthese.

Bei dem letzten Besuch der Italiener konnte diesen bereits das Verfahren mit guter Ausbeute vorgeführt werden. Nachteile bestanden besonders nach zwei: 1. dass das Verfahren nicht kontinuierlich betrieben wurde, und 2. dass der Kontaktverbrauch noch sehr beträchtlich war. Die Erfahrungen der letzten Wochen haben Fortschritte gebracht zur Beseitigung beider Nachteile. Die Fortschritte erfolgten durch Anwendung von Co-Karbonsyl in Lösung anstelle von festem Co-Kontakt.

Die zuletzt angewandte Arbeitsweise war folgende: Eine Lösung von Co-Karbonsyl in hydrierten Benzol wurde laufend dem Autoklaven zugeführt, dort mit Thyler und Wasser gas zur Reaktion gebracht und wieder abgezogen. Auf diese Weise wurden bei dem letzten Versuch im Verlauf von 10 Stunden etwa 200 l Karbonsyllösung mit einem Co-Gehalt von nur 1,4 g Co/l zur Reaktion gebracht und mit einem Gehalt von 5 - 10% Propylaldehyd wieder abgezogen. Die Abtrennung des gebildeten Propylaldehyds durch Destillation bereitete keine Schwierigkeiten, da unter 100° keine Abscheidung des Co erfolgte. Der Destillationsrückstand

Wenn als Hilfsflüssigkeit wieder eingesetzt werden soll ist es  
 gelungen, den Co-Gehalt je kg stoffe 16-18 g von 50 - 80 g Co  
 bei obererweiser striktem Kontakt auf je 1 g Co bei kon-  
 tinuierlichem stellen mit Co-Karbyllösung herunterzudrücken.

Aus der Co-Karbyllösung scheidet sich im Verlauf der Reak-  
 tion ein Co-haltiger uneinheitlicher Niederschlag ab, dessen Na-  
 tur noch nicht klar erkannt wurde. Da er bei der Säurelösung  
 nach in zwei Schichten neben Co noch  $CO_2$  und  $H_2$  liefert, gilt  
 es als mögliche Ursache seiner Entstehung, der  $CO_2$ -Gehalt  
 aus verwendetem Essergas zu kommen. Es sind daher Ver-  
 suche mit  $CO_2$ -freier Gasphase in Aussicht genommen. Diese Art  
 der teilweise in der bereits entstandenen I.S.-Anlage,  
 doch glaubt Koelen, dass noch potentielle Möglichkeiten be-  
 stehen. Da die I.S. die Karbyllösungswirksamkeit nicht erkannt hat.

Auf dem Wege Martin, die die Wirksamkeit der Karbyllösung zu  
 verstehen sei, Karbyllösung als Katalysator oder als Zwischenverbin-  
 dung, wurden verschiedene Vorüberlegungen angestellt. In die-  
 ses Zusammenhang kommt es nicht, eine Zwischenver-  
 bindung Karbyllösung - Bleif durch Gefrierpunktserniedrigung wahr-  
 scheinlich zu machen. In der Tat mit Karbyllösung, Bleif und Gas-  
 stoff (Co-) gasphase durch Gefrierpunktserniedrigung und hält dann das Karbyll für  
 die eigentliche aktive Zwischenstufe.

Es ist zu erwarten, dass es werden bei der oben beschriebenen 10 Stunden-  
 Versuch-50 des eingesetzten Ethylens als Propylaldehyd wieder  
 gewonnen werden. Martin hält diese Ausbeute für zu niedrig. Koelen  
 weist daraufhin, dass bei der größten Versuchsanlage auch  
 größere Mengen in Lauf genommen werden können. Diese  
 sind Versuche zur apparativen Verbesserung im Gange. Pritschke  
 hat im Auftrag Koelens Modellversuche zur bestmöglichen Unterteilung  
 einer Flüssigkeitssäule bei Durchstromung ausgeführt, wobei  
 sich besonders trichterförmige Einbauten bewährt haben. Koelen  
 erhofft von einer solchen Anmerkung eine Verbesserung  
 der Ausbeute.

Die Regeneration des Co-Karbylls ist ebenso wie die des Co-  
 Kontaktes bei Vermeidung einer Auflösung des Co noch nicht er-  
 klärt und wird noch zu bearbeiten sein.

Vom Abteil hält die Anwendung einer Karbyllösung für eine

- Vereinfachung der technischen Einzelheiten. Partii weist darauf hin, dass Kontakt in suspendierter Form wahrscheinlich die gleichen Schwierigkeiten bietet. Abschließend legt Partii den Versuchesproben in folgender Reihenfolge:
1. zu solches Versuche mit  $\text{CO}_2$ -freie Suspension durchgeföhrt werden.
  2. Die Regeneration von  $\text{Co}$  Carbonyl zu  $\text{aceton}$  Carbonyl soll geprüft werden.
  3. Solche Versuche geföhrt werden, bei denen verhindert wird, dass der  $\text{CO}$ -eindruck im Verlaufe der Reaktion zu weit schinkt, z. B. durch Temperaturerhöhung, durch Erhöhung der Gasrate usw.
  4. Versuche mit suspendiertem Katalysator und  $\text{H}_2$ -Regeneration in 11 oder noch erhöhter Temperatur.
  5. Versuche bei so niedriger Temperatur, dass die  $\text{CO}$ -gelte Reaktionsdauer nicht wird, z. B.  $100^\circ$ .
  6. Anwendung apparativer Änderungen zur Verbesserung der Ausbeute (Rieselverfahren, ungerichtete Einsätze).

500048

Aktennotiz

Über die Besprechung mit

Verfasser: Dr. Heckel

in Holten 6.3. 42

Anwesend: die Herren:

Prof. Dr. Martin  
 Dir. von Asboth  
 Schwarz  
 Dr. Lemke  
 Dr. Fritzsche  
 Dr. Hansen  
 Dipl.-Chem. Jacob  
 Dr. Heckel

Durchdruck an:  
 Mo.  
 Hg.  
 Asb.  
 Schw.  
 Ros.  
 Bu.  
 Le.  
 Fri.  
 Han.  
 Jac.

Zeichen: Datum:

Apt. FL H1/Fu. 7.3.1942.

Betrifft: Propylaldehyd-Synthese e.

Von der Herstellung und dem Einsatz eines konzentrierten Kobalt-Thorium-Kontaktes berichtet Heckel. Der Kontakt wurde von Lemke mit guten Ausbeuten gefahren und konnte zweimal auf trockenem Wege mit Wasserstoff regeneriert werden. Die Regeneration erfolgte in Anlehnung an die frühere Trockenregeneration von Benzin-Kontakten mit allmählicher Temperatursteigerung, nämlich im Bereich von  $150 - 350^{\circ}$ , das zweitemal von  $150 - 450^{\circ}$ . Die regenerierten Kontakte zeigten bei ihrem erneuten Einsatz nach den Versuchen Lemkes eine gute Wirksamkeit.

Martin hält es für dringend wünschenswert, die Regenerationstemperatur möglichst weitgehend zu senken etwa bis auf  $250 -$  maximal  $300^{\circ}$ . Derartige Versuche werden im Forschungslabor noch durchgeführt werden. Auch von Asboth hält eine tiefe Temperatur und geringen Wasserstoffverbrauch für wünschenswert mit Rücksicht auf die Grösse der zu erstellenden Apparatur. Martin betont die Notwendigkeit, diese Apparatur so einfach wie möglich zu gestalten mit <sup>möglichst</sup> wenig Transport des Kontaktes. Eine sofortige Regeneration des Kontaktes auf dem Filter hält von Asboth für schwierig. Schwarz glaubt, durch Destillation Flüssigkeit und Kontakt trennen und evtl. den trockenen Kontakt im Destillationsgefäss wieder regenerieren zu können. Martin erklärt sich mit dieser

## Lösung einverstanden.

Da sich die Proben der letzten Zeit weitgehend auf die Durchführung der Synthese mit suspendiertem Kontakt konzentriert haben, um möglichst bald ein fertiges Ergebnis liefern zu können, waren die Arbeiten mit Karbonyllösung mehr zurückgetreten. Verschiedene Nachteile, wie sie heute dem Karbonylverfahren noch anhaften, werden besprochen, z.B. die Notwendigkeit, mit geringen Kobaltkonzentrationen zu arbeiten und die Destillation umfangreicher Mengen von Propylaldehyd-Lösungen niedriger Konzentration, ferner die Wiederherstellung des Karbonyls aus Kobaltschlamm mit Zugabe bei etwa 150 at Druck und Temperatur von 180°.

Martin wünscht, dass die Karbonylbearbeitung auch weiter vorgehen wird, wenn auch zunächst in zweiter Linie.

Von Asboth gibt Erläuterungen zu dem Schema der für Italien geplanten Anlage. Lemke ist der Ansicht, dass sehr wohl möglich sein wird, dass nur geringe Mengen von Äthylen im Reaktgas verbleiben etwa in Höhe von 0,5 - 1%. Martin wünscht daher, dass eine Wasche zur Entfernung des Äthylens zunächst nicht vorgesehen wird. Dagegen legt Martin Wert darauf, dass das austretende Gas durch Kühlung unter Druck und evtl. Vorlage von Wasser vollständig von etwa mitgerissenen Propylaldehyd befreit wird.

Auch für die aus dem Ofen kommende Aldehydlösung wird eine entsprechende Kühlung und bei der Entspannung direkte Berieselung mit Wasser vorgesehen, nachdem Hansen darauf aufmerksam gemacht hatte, dass in Italien voraussichtlich ohnehin wenig konzentrierte wässrige Aldehydlösungen zur Verarbeitung gelangen sollen.

Hinsichtlich der für die Regeneration notwendigen Wasserstoffs besteht unter Umständen die Möglichkeit, Reaktgas, das voraussichtlich nur noch einen geringen Gehalt an Kohlenoxyd enthält, zu methanisieren und damit einen Wasserstoff von brauchbarer Reinheit zu gewinnen.

Von Asboth schneidet die Frage des Materials an, das am besten für die innere Auskleidung der Bombe verwendet wird. Kupfer und Aluminium dürften aus Gründen der Korrosion ausscheiden. Martin ist dafür, zunächst nur Eisen vorzusehen.

Die Kosten für das Projekt beziffert von Asboth auf schätzungsweise

500050

Blatt zur Aktennotiz vom 1.1.1944.

weise 90 - 100 GGD u.

In der bis zu der Person der Italiener noch zur Verfügung stehenden Zeit sollen im Forschungslabor noch Generationsversuche durchgeführt werden möglichst in Zusammenarbeit mit den Herren des technischen Buro zur Klärung der noch schwebenden Fragen.



Herrn Dr. Seelen  
Dr. C. J. Probian, d. h. n. a.

000051

Stand der Versuche über die Herstellung von Propion-Aldehyd 9.11.41.

Die Herstellung von  $C_3$ -Aldehyd an  $H_2$ -Katalysatoren, erscheint mir folgende Zusammenfassung zu veranlassen:

- 1.) Es steht fest, daß alle bisher untersuchten Kontakte nach ca. 3 Std. Reaktionsdauer so stark inaktiviert wurden, daß eine Fortsetzung der Reaktion nicht mehr lohnend ist.
- 2.) In den Kontakten präparierten, wie bisher geschehen, auf Vorwärmung der  $H_2$ -Katalysatoren, die Reaktionsdauer und die Aktivität des Kontaktes ungenügend zu sein. Nach der Filtration des Kontaktes, wurde das Reaktionsprodukt aus der Mischung durch Destillation entfernt. Von der Beendigung der Reaktion bis zum Beginn einer neuen Verbindung durch die Reaktionsdauer ca. 2<sup>1/2</sup> Stunden.
- 3.) Es wurde für jede neue Kontaktaufbereitung eine einfache Regenerationsmethode des abgenutzten Kontaktes entwickelt, die sich nachfolgend vorfindet. Eine Untersuchung dürfte vor allem dadurch erschwert sein, daß die verbleibenden Bestandteile vor Filtration durch die Filtration entfernt werden und bei der Destillation verbleiben verbleiben.
- 4.) Im oben genannten 1-3. ist zu sehen, daß bei der technischen Durchführung der  $C_3$ -Aldehyd-Gewinnung eine Apparatur notwendig ist, die die schwierigen Operationen des Kontaktes, der Reaktionsaufbereitung (Filtration und Destillation) einbezieht.
- 5.) Herr Prof. Martin schlägt vor, mit einem sehr starken  $H_2$ -Umlauf und so kleinen Mengen an Äthylen und Kohlenoxyd zu arbeiten, daß der gebildete Aldehyd sofort mit dem  $H_2$ -strom aus der Suspension herausgerissen und in einem Abcheider verflüssigt wird. Bisher sind keine Umlaufpumpe mit genügender Leistung zur Verfügung. Die Versuche mit geringerer  $H_2$ -Kreislaufgeschwindigkeit (ca. 10-15  $m^3/h$ ) ergaben, daß sich auch bei einem Äthylen und Kohlenoxyd von ca. 2% Propion-Aldehyd bildet. Es wäre aber auch bereits erreichbar, daß trotz des hohen  $H_2$ -Druckes die Aktivität des Kontaktes nach einigen Stunden stark nachläßt.
- 6.) Technisch durchführbar ist das Ausdrücken des durch längere Reaktionsdauer nach Punkt 1 (normales Reaktionsprodukt) gebildeten Propion-Aldehyd unter 150<sup>0</sup>  $mm$  und 120<sup>0</sup> mit einem starken  $H_2$ -Umlauf.

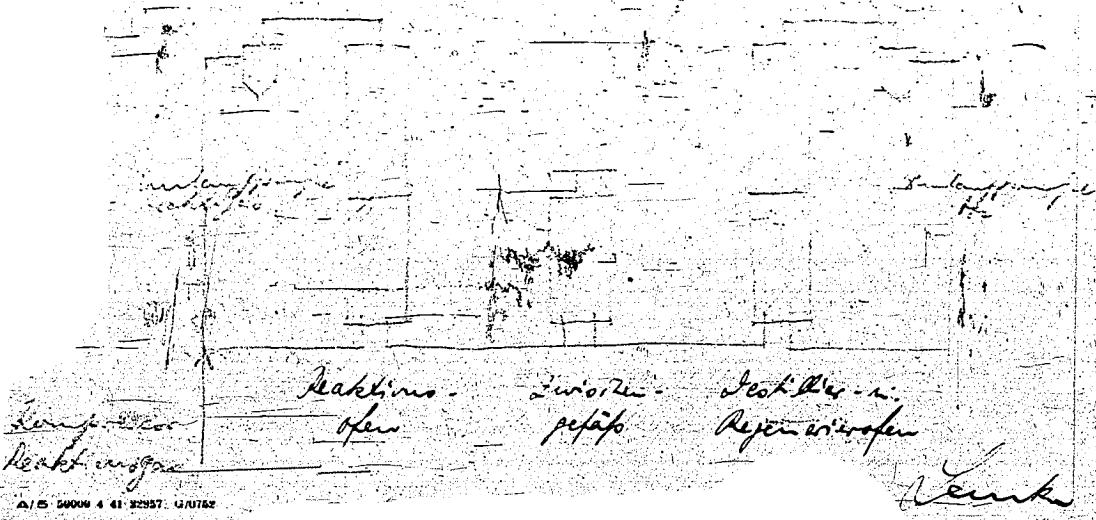
000052

Ruhrchemie Aktiengesellschaft  
Oberhausen-Hohen

Stang der Versuche Propion-Ischyd 9.XI.41.

7.) Da das kontinuierliche Verfahren nach Punkt 5 noch nicht durchgebildet ist und selbst nach Einstellung der Umlaufpumpe noch etliche Entwicklungszeit benötigen wird, erscheint es angebracht, eine auf Grund der bestehenden Erfahrungen sich der kontinuierlichen möglichst nähernde Arbeitsweise anzuwenden. Es gibt hierfür folgende Möglichkeit:

Die Reaktion wird über 2-3 Stunden in einem Reaktionsofen mit einem Äthylon-Äthergemisch (1:2) durchgeführt. Danach wird die Suspension in einen zweiten unter gleichem Druck und Temperatur stehenden Ofen gedrückt und der Propion-Ischyd durch einen starken H-Kanal aufzuliegen. Nach Entfernung der Kristallprodukte wird der Ofen auf etwa 200° gebracht und der Kontakt, wenn möglich auf diese Weise regeneriert. Sollte letzteres nicht möglich sein, so müßte in dem Reaktionsofen eine Suspension mit frischem Kontakt gedrückt werden. Im Falle der Regenerierbarkeit würde die Suspension mit dem regenerierten Kontakt über ein Wägengefäß in den Reaktionsofen gedrückt werden. Die Trennung der Apparatur in einen "Reaktions- und einen "Destillierofen" hat den Vorteil, daß das Entspannen, Ablassen, Filtrieren und Destillieren fortfällt und der Betrieb des Reaktionsofens nur eine kurze Unterbrechung während des Aus- und Einrückens erfährt. Sollten die Versuche ergeben, daß eine kontinuierliche Fahrweise nach Punkt 5 möglich ist, so müßten bei Anwendung der oben beschriebenen Apparatur zwei Ofen für diesen Zweck zur Verfügung.



Beiz.: Propionaldehyd

Orientierende Versuche über die Verwendung von Kobalt-Nickel-Mischkatalysatoren brachten folgendes Ergebnis:

1.) Kobalt-Nickel-Mischkontakte mit der Zusammensetzung

75 Co : 25 Ni : 10 ThO<sub>2</sub> : 5 MgO : --- : 200 Kieselgur, und  
50 Co : 50 Ni : 15 ThO<sub>2</sub> : -- : 2 Mn : 200 Kieselgur  
eignen sich für die Synthese von Propionaldehyd.

- 2.) Die Menge der Sekundärprodukte liegt bei 15-20 % vom Gesamtreaktionsprodukt.
- 3.) Im Reaktionsprodukt befinden sich leicht flüchtige Ni-Verbindungen, die bei der Destillation zusammen mit dem Aldehyd überdestillieren und nach einigen Tagen als hellgrüner Niederschlag in der Aldehydfraktion ausfallen.
- 4.) Der Reaktionsbeginn liegt bei etwa 115°. Die Temperatur muß während des Versuches allmählich innerhalb von 3 Stunden bis auf 130° gesteigert werden, um eine brauchbare Gasaufnahme zu erreichen.
- 5.) Ein Kontakt mit der Zusammensetzung  
100 Ni : 15 Mn : 10 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> : 100 Kieselgur  
vermittelt im Temperaturgebiet von 115-150° und bei 150 atü praktisch keine Umsetzung des Reaktionsgases.-

*Leute*

O.-Holtzen, den 13.II.41.

000054

Herrn Dr. Koelen!

Betr.: Propionaldehyd

Die bisherigen Versuche zur Herstellung von Propionaldehyd unter Anwendung von festangeordnetem Kontakt haben in allen Fällen nur eine geringe Ausbeute an Propionaldehyd im Reaktionsprodukt (Max. 30-40 %) ergeben, während bei Anwendung der Sumpffphase bessere Ausbeuten (ca. 70 %) erzielt wurden.

Ich vermute, daß der Grund für das Fehlschlagen der Versuche darin zu suchen ist, daß der gebildete Aldehyd sich zu lange in konzentrierter Form am Kontakt aufhält, da er nur mit dem verhältnismäßig langsam strömenden Gase ausgebrochen wird. Hierdurch kommt es zu Kondensationsreaktionen und zu Kontaktschädigungen. Es hat sich gezeigt, daß der Gasgeschwindigkeit eine Grenze gesetzt ist, da bei zu hohen Strömungsgeschwindigkeiten nur Sekundärprodukte gebildet werden.

Um das erfolgreiche Arbeiten mit festangeordnetem Kontakt im kontinuierlichen Betrieb zu ermöglichen, erscheint es mir notwendig zu sein, ~~erscheint es mir notwendig zu sein~~, das Reaktionsprodukt durch kontinuierliche Zugabe einer Neutralflüssigkeit sogleich nach seiner Bildung in gleicher Richtung mit dem Gasstrom auszutragen.

Ich habe zu diesem Zweck die Schlosserei beauftragt, den 5-Liter-Röhrenofen aufzustellen und für die obengenannten Versuche herzurichten.



Herrn Dr. Lenke!

000055

Bericht über den Versuchverlauf des A. Versuches A. 315

Der Versuch A. 315 wurde in der Reihe der Propylaldehyd-Versuche gefahren:

- Ofen: 16 Rohrofen I
- Kontakt: Co.-Betr.Kontakt
- Füllung: 360 Gramm = 120 Gramm Co.
- Gasgemisch: Aethylen-Wassergas 1:1:1
- Druck : 0 -50-100 atü.
- Temperatur: 140 Grad C.
- Anfahrt : am 5.8.41
- Betriebsstd: 394

.....

Die Anfahrt erfolgte im Gegensatz zu den bisherigen Versuchen unter einem Druck von 50 atü Co<sub>2</sub>. Nach Füllung des Ofens mit Kontakt wurde derselbe mit 50 atü CO<sub>2</sub> aufgedrückt und blieb nun 24 Stunden zwecks Prüfung auf Dichtigkeit unter diesem Druck ohne Temperatur stehen. Ferner sollte so der Kontakt mit Co<sub>2</sub> gesättigt werden, um die Aktivität gegen das Gasgemisch in den ersten Betriebsstunden herabzusetzen, da der Kontakt bei den vorhergehenden Versuchen anscheinend zu schnell ansprang und dadurch geschädigt wurde. Nach 24 Stunden wurde der Ofen auf 140 Grad C. gebracht und das Gasgemisch bei einem Austritt von 100 Liter je Std. über die Verteilerflasche, die auch mit 50 atü Co<sub>2</sub> gefüllt war, derart auf den Ofen gegeben, dass der abfallende Druck des Co<sub>2</sub> mit Frischgas ergänzt wurde.

Co<sub>2</sub> wurde wie folgt in der Ausgangsanalyse ermittelt.

23 .. Betriebsstunde	=	39 % Co <sub>2</sub> im Ausgangsgas
39. " "	=	17,1 %
65. " "	=	9,6%
105. " "	=	6,0 %
136. " "	=	4,6 %

Nach der 136. Betriebsstunde wurde der Druck stündlich um 5 atü erhöht bis 100 atü erreicht waren. Diese Druckerhöhung ergab ein bedeutend besseres Ausringen an Produkt. Im Gegensatz zu den vorhergehenden Versuchen steigerte sich die Ausbeute von Betriebsstd. zu Betriebsstd. von 2,9 ccm Produkt je Std. und 1000 ccm Kat. bis auf 33,5 ccm.

000056

Nach der 327. Betriebsstunde misste der Ofen wegen Stromausfall 7 Stunden unter Druck stehen bleiben. Die Temperatur fiel hierbei bis auf 83 Grad C.

Im Anschluss an diese Betriebsstörung fiel die Leistung des Ofens rapide wieder bis auf eine Leistung von 5,6 ccm je Std. und 1000 ccm Kontakt herab. Der Versuch wurde daraufhin abgebrochen. Beim Abstellen des Versuches wurde folgende Beobachtung gemacht: Bei ausgeschalteter Heizung wurde der Druck von 100 atü bis 0 atü in 6 Stunden entspannt. Die Temperatur war inzwischen auf 80 Grad gefallen. In diesen 6 Stunden hatten sich im Ofen 8 Liter Produkt (wahrscheinlich Wasser) gebildet.

Wie bei den vorhergehenden Versuchen wurde eine starke Kobaltaustragung beobachtet.

Im Nachstehenden die Auswertungen:

Betriebsstunde:	Kontraktion N 2	C2 H4 Ums. n.G. Analyse:	Prod. ccm.	H2O ccm	ccm F je 1000 Ka
39	15 %	31,3 %			
47	k.Pr.		175	90	2,49
65	33,7	28,6	75	25	2,06
105	55,5	46,5	225	50	3,66
136	18,6	22,2	70	40	1,94
162	15,0	14,5	350	50	8,65
183	29,5	32,0	900	75	25
207	30,5	27,4	850	75	23,6
231	14,7	16,0	685	75	19,0
255	16,0	14,7	775	50	21,5
279	k.Probe.		600	50	20,0
303	29,5	25,6	1200	75	33,2
327	58,0	46,7	700	25	19,4
344	69,1	41,4	600	20	23,5
368	k.Pr.		275	-	9,5
394	51,8	45,4	200	-	5,6

Die Gasproben wurden als Dauerproben laufend von Abnahme zu Abnahme gezogen.

*Sohn*