

004433 den 27. November 1943  
Abt. HL Tr/Se.

Herren Professor Dr. Martin  
Direktor Dr. Hagemann

Betrifft: Tätigkeitsbericht des Hauptlaboratoriums  
Monat Oktober 1943.

#### Aromatisierung. (Dr. Kolling)

Bei dem Versuch, die Toluolbildung im einfachen Durchgang möglichst zu steigern, wobei unter Verkürzung der Reaktionszeit bei höheren Reaktortemperaturen gefahren wird, trat bei einer Wandtemperatur von 530° entsprechend einer Kontakttemperatur von 560° eine Aktivierung des Sirkromalmaterials ein, sodaß nach wenigen Reaktionen das Auflagenieb durch Verschmoren zerstört wurde. Bei der katalytischen Spaltung wurde monatlang vom Reaktor eine um 20° höhere Temperatur vertragen. Hier scheint also der Wasserdampf das Sirkromalmaterial geschützt zu haben. Es wird eine Kühlung des Auflageniebes in der Form eingebaut, daß oberhalb des Siebes in einer Raschigringschicht eine mit Dampf betriebene KÜhlSchlange eingebaut wird.

#### Aromatisierungsversuche im Laboratorium (Dr. Rottig)

Im Laboratorium laufen die Dauerversuche. Ein Bericht über das erste Jahr Laufzeit dieser Versuche ist in der Zwischenzeit herausgegangen. Weitere Versuche beziehen sich auf die Steigerung des Aromatengehaltes, wobei die gleichzeitig auftretende vermehrte Crackgas- und Kohlenstoffbildung besonders untersucht wird. Eine weitere Versuchsgruppe bezieht sich auf die Aromatisierung der Fraktionen 06, 08, 09 und 010.

#### Toka-Anlage (Dipl.-Ing. Spiske)

Anstelle der fünfunddreißig benötigten Leute waren im Berichtsmonat sechzehn Leute anwesend. Die Produktion beträgt 7 - 8 Tonne, d.h. 84 t oder 120 Tonne im Jahr. Da die Rubo-Anlage 16 Reaktionen à 15 Tonne Füllung hat, würde das bedeuten, daß unter günstigsten Umständen die Toka-Anlage in zwei Jahren eine Füllung der Rubo-Anlage schaffen kann. Da die volle Produktion etwa im März 1943 aufgenommen wurde, könnte etwa im März 1945, falls nicht irgendwelche Störungen eintreten, eine Füllung vorhanden sein. Bei der Aluminiumoxydfüllung wurde eine Ausbeute von 87,5 % im Durchschnitt erzielt. Es wurden 3 540 kg hergestellt. Im Durchschnitt waren 5,8 Waschungen pro Charge erforderlich. Das Versuchsdrehfilter wurde in Betrieb genommen, jedoch förderte die Myria-Pumpe das Produkt mit 10 % Feststoffen nicht, sodaß das Filter seine Leistung nicht erreichte. Bei der Kontaktherstellung wurden 9 940 kg Einsatzprodukt verarbeitet. Es wurden 9 940 kg Bruochkorn zerbrochen und 7 565 kg = 76,3 % Fertigmehl erhalten. An die Tubo wurden 6 940 kg geliefert. Die Poly-Anlage war nicht in Betrieb, da keine Phosphorsäure vorhanden war. Die in den vorigen Monaten nach dem neuen Verfahren mit oder ohne Staubzusatz hergestellten Kontakte zeigten, im Laborofen geprüft, bei einem durchschnittlichen Schüttgewicht von 0,75 - 0,77

094135

hohe Aktivität von 50 % bei 140°, 75 % bei 170° und 92 % bei 200°. Alle diese Kontakte sind allerdings wesentlich weicher als die frühere Produktion. An der Herstellung härterer Kontakte gleicher Aktivität wird gearbeitet, sobald Phosphorsäure wieder eingetroffen sein wird.

#### Katalytische Spaltung (Dr. Kolling)

Eine Reihe von Kontakten mit günstigsten Kieselsäure-Aluminiumoxyd-Verhältnis wurde unter strenger Einhaltung aller Fällungsbedingungen hergestellt. Die Kontakte zeigten befriedigend gleichmäßige Aktivitäten. Der Einfluß der Variation bestimmter Fällungsbedingungen wird noch genauer untersucht. Die Zugabe von Ammonitrat und Ammonohromat scheint für den Dauerbetrieb nicht von großer Bedeutung zu sein. Es wurden verschiedene Muster für die KS-Anlage bestimmten Bleicherdesendungen geprüft. Die Aktivität der Proben ist gleichmäßiger und entspricht den früheren Proben. Ursachen ist dagegen der hohe Gehalt an Korn unter 1 mm. Es wird notwendig sein, die Anteile unter etwa 0,8 mm vor der Einfüllung der Kontakte abzusieben. Z.Zt. laufen Versuche, diese feinkörnigen Produkte zu formen und auf ihre Aktivität zu prüfen.

#### Dehydrierung (Dr. Schrieber)

Die Dieselöl-Dehydrierversuche ergaben bei einem Produkt, das aus 2,9 % C<sub>9</sub>, 16,8 % C<sub>10</sub>, 33,3 % C<sub>11</sub>, 27,9 % C<sub>12</sub>- und 19,0 % C<sub>13</sub>-Kohlenwasserstoffen bestand, bei der Gesamtaufarbeitung 14 % Spaltolefinen, und 69 % achte Dehydrierung, 1,2 % Spaltparaffin, 7,5 % Gas und 5,1 % Kohlenstoff bei vierfachen Kreislaufverhältnis, d.h., 25 % Aufarbeitung pro Durchgang. Die Olefinkonzentration im Ausgangsiedegebiet nach einmaligen Durchgang liegt bei 23 Gew. %.

#### Dehydrierung (Dr. Rottig)

Nach den Versuchen von Dr. Rottig gelingt die Dehydrierung der Fraktionen Hexan - Nonan mit Aro-Kontakten, wobei bis zu 25 % Olefine bei einmaligen Durchgang erhalten werden, jedoch ist eine Aromatisierung hier noch merklich. Weitere Versuche sind in Gange.

#### Sulfonierung (Dr. Rottig)

Die direkte Sulfonierung von Olefinen und Waschmitteln ist weitgehend abgeschlossen. Das Verfahren ist außerordentlich einfach geworden, die Ergebnisse sind ausgezeichnet. Eine Apparatur für großen Durchsatz ist in Bau.

#### Herstellung von Nitroparaffinen (Dr. Rottig)

Für die Herstellung von Nitroparaffinen wurde eine neue Apparatur entwickelt. Hier zeigen sich sehr interessante Resultate. Unter anderem wurde die direkte Bildung von Nitrobenzol beobachtet.

#### Ungarnbenzin

Die C<sub>6</sub>-Fraktion des Ungarn-Benzins erwies sich für die Aromatisierung als ungeeignet. Die nähere Untersuchung

904400

ergab unter anderen die Anwesenheit von Methylcyclopentan, das sich allerdings ziemlich glatt dehydrieren ließ zu Methylcyclopenten. Durch Umsetzung mit Salpetersäure wurde Methylglutaräure erhalten.

#### Synthese (Dipl.-Ing. Ular)

Hier wurde eine große Reihe von Versuchen durchgeführt, um die verschiedenen noch offenen Fragen hinsichtlich des aus Kreislaufbenzin, Crackbenzin von der Gatsch und Crackbenzin von der Gasblaspaltung bestehenden Planungsgemisches zu schließen. Notwendig ist das Studium des genauen Temperaturverlaufes und der dazu gehörigen Polymerisations-Fürneentwicklung. Für diese Arbeiten wurde eine besondere Apparatur entwickelt. Entsprechend wurden auch Synthesen unter genau gleichen Bedingungen bei 15° eine halbe Stunde, eine Std., 2 Std., 3 Std., 5 Std., 8 Std. und 12 Std. durchgeführt und jedesmal aufgearbeitet, um den Anstieg der Clausbeute sowie den Verlauf der Kestolefine und die Kontaktölbildung in der Synthese zu verfolgen. Während hier etwa 5 - 6 Std. zur Erreichung der vollen Ausbeute erforderlich waren, wurde bei dem gleichen Versuch bei 65° die maximale Ausbeute schon nach einer viertel Stunde erzielt. Eine Reihe von Synthesen, die zur Klärung der Frage durchgeführt wurde, wie aus Spaltbenzin höchstviscose Öle zu erhalten sind, zeigten, daß beim Arbeiten in einer ersten Phase bei 15° und in einer späteren Phase bei 60° sich praktisch keine Unterschiede ergeben, wenn man verschieden schnelle Anstiege der Temperatur untersucht.

