

3446-30/5 01-9

Obh.-Holten, den 29.5.43  
Abt. DVA. Hr./Bal.

000788

Herrn Dr. H a g e m a n n .

Betr.: Gasolanfall und -zusammensetzung beim Eisenkontakt.

Zur Frage von Schaffgotsch kann mitgeteilt werden:

Die Bestimmung des Gasols wurde bisher nur bei dem hauptsächlich paraffinbildenden Eisenkontakten, die bei rd. 250°C arbeiten, untersucht. Bei einer Laufzeit des Kontaktes von 4 Monaten beträgt der Gasolanfall rd. 12 Gew. % der Gesamtprodukte, wobei die Zusammensetzung folgende ist:

Propylen	27 Gew. %
Propan	27 " "
Butylen	31 " "
Butan	15 " "

Die Untersuchung des Gasols aus den Versuchen mit Tieftemperatur-Eisenkontakten (Kobaltersatz) ist im Gange und kann erst später mitgeteilt werden. Nach den bisher vorliegenden Ergebnissen, sowie aus der Untersuchung der flüss. Produkte ist zu schließen, daß der Anfall an ungesättigtem Gasol nicht so groß sein wird, wie bei dem oben aufgeführten Paraffinkontakt. Ich möchte aber aus dem z.Zt. laufenden 1. Versuch mit einem solchen Kontakt noch keine allgemeingültigen Daten mitteilen.



000789

Herrn Prof. M a r t i n .

Betr.: Eisenkontakt.

- 1) Der in Ihrem Schreiben vom 15.5. beanstandete Eisenkatalysator Nr. 1552 hat bei seiner Anwendung im Ofen 14 a der D.V.A. die verlangte Ausbeute von 147 g über vier Monate erreicht (ber. für 90% Umsatz), trotzdem seine Leistungsfähigkeit durch den bereits vorher bei Versuchen mit Kobaltkontakt festgestellten Ofenfaktor herabgesetzt worden war (siehe Bericht Heger vom 19.5.). In normalen Öfen hat die gleiche Katalysatorart wesentlich bessere Ergebnisse gebracht, wie wiederholt festgestellt wurde, teils von uns, teils in der D.V.A. Beispielsweise betrug im Ofen 11 der D.V.A. mit Katalysator Nr. 909 am Ende einer Betriebsdauer von 120 Tagen die Ausbeute noch immer 150 g (ber. für 90% Umsatz) Bericht Heger vom 19.5. S.1). Es ist also nicht so, als <sup>beanstandete</sup> ~~88 die~~ Lebensdauer eine feststehende Eigenschaft unseres Eisenkatalysators wäre. Sie ist vielmehr in stärkster Masse abhängig von der Ofenart. Die gewünschte Erforschung der Ursachen der Verkürzung der Lebensdauer hat sich daher vor allem mit dieser Tatsache zu befassen.

Verbesserungen des Katalysators können wir z.Zt. weder nach Frist noch Umfang mit Sicherheit in Aussicht stellen, nachdem dieser Katalysator bereits eine Vielzahl von erschwerenden Bedingungen gleichzeitig erfüllt (siehe mein Schreiben vom 6.12.41). Eine weitere Beeinträchtigung der Lebensdauer bzw. der Ausbeute ist dagegen noch möglich bei dem Übergang von Fadenkorn auf das schlechtere Korn der Katorfabrik.

Andererseits sind auf der Ofenseite noch nicht alle Möglichkeiten zur Verlängerung der Lebensdauer ausgenutzt. Unsere experimentellen Erfahrungen sprechen dafür, dass die Anwendung von Ölkühlung an stelle von Druckwasser konstruktiv bessere Öfen ermöglicht, so dass zum mindesten ein Grossversuch in dieser Richtung gemacht werden sollte. Herr von Asboth ist der gleichen Meinung.

- 2) Über kupferärmere Fe-Katalysatoren wurde bereits wiederholt be-

Durchschrift

- 2 -

richtet (Monatsbericht vom Dezember 40, Februar und Mai 41). Herabsetzung des Kupfergehaltes bewirkte mit grosser Regelmässigkeit eine Verminderung des Paraffinanteils.

- 3) Ein Katalysator 100 Fe 2 Ag 10 CaO 150 Kgr (KOH) gab während 580 Betriebsstunden i.Mi. 50% Paraffin(maximal 62%). Dieser Katalysator erreichte also unseren derzeitigen Paraffinbildner noch nicht.
- 4) Kadmium enthaltende Fe-Katalysatoren sind im Jahre 1940 bereits in grösserer Zahl geprüft worden. Die Ergebnisse waren ausnahmslos sehr schlecht.

*Rue*

Ddr.: Hg.  
Asb.  
Hr.

000791

Herrn Dir. H a g e m a n n .

Betr.: Eisenkatalysator für die D.V.A.

Herr Heger hat bei uns angefragt, ob wir eine weitere Füllung Eisenkatalysator für den Mannesmann-Ofen zur Verfügung stellen könnten. In Anbetracht der damit für unsere Abteilung verbundene aussergewöhnliche Belastung müssen wir die Herstellung einer weiteren Mannesmann-Ofenfüllung solange ablehnen, als nicht besondere Gründe dafür geltend gemacht werden, was bisher nicht der Fall war. Die von uns gelieferte Füllung hat gezeigt, dass diese Kombination Eisenkatalysator - Syntheseofen für die gestellte Aufgabe brauchbar ist. Weitere Füllungen des paraffinbildenden Eisenkatalysators für den Mannesmann-Ofen müssen nun von der Katorfabrik zur Verfügung gestellt werden.

Die Entwicklung der vorwiegend paraffinbildenden Eisenkatalysatoren ist bei uns zur Zeit zu einem gewissen Abschluss gekommen. Die bisher stark vernachlässigte Herstellung vorwiegend benzinbildender Eisenkatalysatoren haben wir seit einiger Zeit ebenfalls in Angriff genommen. Wir sind heute bereits in der Lage einen halbtechnisch erprobten Eisenkatalysator zur Verfügung zu stellen, welcher im geraden Durchgang 80% unterhalb 200° siedende Produkte liefert!

In Anbetracht der neuen Planungen für das Ausland schlagen wir vor, in der D.V.A. möglichst bald einen derartigen Benzinbildner zu erproben. Lieferzeit für 150 l fertige Katalysatormasse: ca. 3 Wochen.

Ddr.: Ma.  
Hr

*Roa*

Herrn Prof. Martin.

Betr.: Versuche Eisenkontakt bei Herrn Heger; Ihr Schreiben vom  
12.4.1942.

Mit unserem Eisenkatalysator F 1552 wurden im Mannesmann-Ofen  
der D.V.A. folgende Ergebnisse erzielt:

Ausbeuten, einschl. Gasol i. Mittel 1.-80. Betr.-Tag:	Garantiert:	Gefunden:
a) bei 72% Umsatz	-	115 g fl. Prod. mit 45% > 320 12 g Gasol <u>127 g</u>
b) bei 90% Umsatz:		
Gesamtausbeute:	140 g	158 g
Paraffinausbeute:	63 g	64,4 g

Die garantierten Ausbeuten sind also glatt erreicht bzw.  
überschritten worden.

Ddr.: Hg.  
Hr.

*Roc*

Erreichbare Ausbeuten bei der Eisen-Synthese.

Die z.Zt. im Betrieb befindlichen großtechnischen Anlagen ergeben nach dem Stand der letzten Jahre im zweistufigen Betrieb Mindestausbeuten

von 145,0 g,

die sich stufenmäßig

$CO + \frac{1}{2} H_2$  70,5% 110 - 115 - ~~120,0~~ g in I. Stufe und  $\varphi$  112,5 %  
20,5% 35 - 30 - ~~25,0~~ g " II. " 32,5 %

verteilen, wobei der Gesamtumsatz an CO + H<sub>2</sub> in beiden Stufen 90 - 92,7 beträgt.

Der in Ofen 11 (9. Füllung) durchgeführte Wassergas-kreislaufversuch über Eisenkontakt ergab in 124 Tagen in einstufigem Betrieb, bei einem CO + H<sub>2</sub>-Umsatz von 75 %

134,6 g/Nm<sup>3</sup> Nutzgas (CO+H<sub>2</sub>) einschl. Gasol .

Unter Annahme gleichen Verfl.-Grades in II. wie in I. Stufe, wie diese nach den Ziffern der großtechnischen Anlage angenommen werden kann, ergibt sich für die II. Stufe eine Ausbeute von

~~25,0~~ g

unter einem CO + H<sub>2</sub>-Umsatz von 15 %, sodaß die Gesamtausbeute bei einem CO + H<sub>2</sub>-Umsatz von 90 %

134,6 + ~~25~~ = 164,6 g/Nm<sup>3</sup> Nutzgas (CO+H<sub>2</sub>)

betragen wird. Macht man hiervon den üblichen Abstrich von rd. 10 % bei der Übertragung auf die Großanlage, so verbleiben

rd. 149,0 g/Nm<sup>3</sup> Nutzgas einschl. Gasol,

die dann mit Sicherheit erwartet werden können.

Durchschrift

000794

Herrn Prof. M a r t i n .

Beiz.: Garantiemaschine.

Über die mittels Eisenkatalysator erzielbaren und garantierbaren Ausbeuten liegen folgende Unterlagen vor:

- 1.) Bei unseren eigenen Mitteldruck-Versuchen haben wir im allgemeinen bei unseren vorwiegend paraffinbildenden Eisenkatalysatoren Ausbeuten erreicht, aus denen sich für einen zweistufigen Betrieb bei 95% Umsatz eine max. Ausbeute von 175 g einschliesslich Gasol berechnen lässt.

Hiernach wären also 150 g ohne weiteres garantierbar.

Die Entwicklung der vorwiegend benzinsbildenden Katalysatoren ist noch nicht auf die gleiche Höhe gebracht worden.

- 2.) Über den zur Zeit in der D.V.A. laufenden Versuch - Ofen 11, 9.Füllung, Katalysator F 909 - macht Heger folgende Angaben: Während der Betriebszeit von 1. bis zum 100. Tag wurden einstufig erhalten 125 g flüssige Produkte und 10 g Gasol, zusammen 135 g bei 76% (CO + H<sub>2</sub>)-Umsatz. Hieraus berechnet sich für einen Umsatz von 95% bei zweistufigem Betrieb eine Ausbeute von 168 g.

Macht man hiervon den bisher üblichen Abzug von 10% für die Übertragung auf den Grossbetrieb, so verbleiben 152 g.

- 3.) Bei der Kobalt-Normaldruck-Synthese werden zur Zeit in vier Anlagen grosstechnisch 140 - 145 g einschliesslich Gasol bei einem Umsatz von 90 - 93% erreicht. Berücksichtigt man, dass bei der mit Eisenkontakt vorgesehenen Betriebsart eine geringere Vergasung eintreten wird als sie in den zur Zeit betriebenen Kobalt-Synthesen ausgewiesen wird, so kann man auch aus diesen Zahlen schliessen, dass mittels Eisenkatalysator grosstechnisch 150 g erreicht werden.

- 4.) Auf Grund der drei genannten Unterlagen kann man demnach annehmen, dass grosstechnisch mittels Eisenkatalysatoren im zweistufigen Betrieb 150 g einschliesslich Gasol erreicht werden können.

Dies gilt aber nur für den Fall, dass die chemischen und technischen Bedingungen, unter welchen die Synthese ausgeführt wird, in jeder Beziehung optimal sind. Dies muss insbesondere gefordert werden von der Ofen-Konstruktion.

Ddr.: Mg.  
Hr.



Druckversuchsanlage.

000796

Herrn Professor Martin.

Betr.: Charakter der Produkte aus der Synthese  
mit Wassergas über Eisenkontakt. (Ofen 11, 7. Füllung)

Die Untersuchung der Produkte aus der Wassergas-Synthese  
mit Eisen-Fällungskontakt brachte in der 72 tägigen Laufzeit  
des Ofens folgende Ergebnisse:

1. Olefingehalt (P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> - schwefelsäurelösliche Bestandteile):

Gasol		70 Vol.-%	.
Benzin	- 200 °C	78	" "
Öl	200 - 320 "	68	" "

2. Säuregehalt:

a) NZ im A.K.-Benzin		0,05 mg KOH/g	.
" " Ölkondensat		6,0 " "	.
" " Reaktionswasser		11,0 " "	.
b) NZ im Benzindestillat	- 200 °C	5,7 " "	.
" " Öldestillat	200 - 320 "	0,9 " "	.

3. Wasserlösliche Produkte:

20 g/Liter Reaktionswasser	=	2,12 g/Nm <sup>3</sup> Wassergas,
NZ der wasserlöslichen Produkte		191,5 mg KOH/g,
Dichte d. " " "		0,896.

Zu den vorstehenden Zahlen ist folgendes zu bemerken:  
Das Gasol mit seinem hohen Olefingehalt von rd. 70 Vol.-% ist  
für die Herstellung von Polymerbenzin besonders geeignet.

Die Olefingehalte im Benzin und Öl sind als schwefel-  
säurelösliche Bestandteile angegeben, hier sind die sauerstoff-  
haltigen Bestandteile, die zunächst noch genau festgestellt  
werden, in Abzug zu bringen.

Der Säuregehalt in den Kondensationsprodukten, wie  
A.K.-Benzin, Ölkondensat und Reaktionswasser ist bei der

Erstellung

Erstellung von Feenanlagen besonders zu berücksichtigen.  
Interessant erscheint die Tatsache, daß das A.K.-Benzin vom Siedebereich 27 - 140 °C nur eine NE von 0,03 mg KOH/g, während das Benzindestillat bis 200 °C eine NE von 5,7 mg KOH/g hat. Hieraus erkennt man eindeutig, daß der größte Teil der in den Produkten gelösten organischen Säuren im Siedebereich von 100 - 200 °C liegt.

Die Dichte der durch Ätherextraktion gewonnenen wasserlöslichen Produkte (aus dem Reaktionswasser) mit 0,896 läßt darauf schließen, daß es sich hierbei in der Hauptsache um Alkohole und Ester handelt. Ebenso geht aus dem Säuregehalt dieser wasserlöslichen Produkte hervor, daß nur  $\frac{1}{3}$  der tatsächlich im Reaktionswasser vorhandenen Säuren durch Äther bei der Extraktion herausgenommen werden.

Ddr.: Hg.

Durchschrift

000798 P.L.

Herrn H e g e r .

Betr.: Produkt Cren 11/7 Füllung Eisenkontakt  
Drucksynthese, W'gas Kreislauf 1 : 2.7 (29 C - 10.5.)

Gesamtprodukt:

Fraktion	Temp. (°C)	Gew. %	S.P.L.
Fraktion - 180° C	180	23.7	82.0 Vol %
180 - 300° C	300	19.1	72.0 "
> 300° C	> 300	58.2	-

Fraktionierung der Anteile > 300° C im Vakuum:

Temp. Range (°C)	Gew. %	J.Z.	Value
300 - 320° C	2.7	J.Z.	= 52.2
320 - 340° C	2.4	"	= 43.7
340 - 360° C	1.8	"	= 35.9
360 - 380° C	2.2	"	= 31.4
380 - 400° C	2.5	"	= 25.2
400 - 420° C	2.4	"	= 22.1
420 - 440° C	2.5	"	= 18.3
440 - 460° C	2.2	"	= 15.6
460 - 480° C	2.2	"	= 14.5
480 - 500° C	2.5	"	= 14.3
> 500° C	31.5	"	= 10.0

Fraktion	Temp. (°C)	d 20	N.Z.	V.Z.	CH.Z.	CO.Z.
Fraktion - 180° C	180	0.710	4	7.5	58	4
180 - 300° C	300	0.770	1	4	49	3

Ddr.: M.  
Hg!

x nach unserer Analyse (D.V. II)  
= 180° C = 22.6 Vol %  
180 - 300° C = 20.7

14.

Nach Untersuchungen sind die Proben  
 sind die für 20

207 - 459. Betr. Hte. Nr.     
**Drucksynthese D.-V.-A.**

Ofen-Nr.: 11 Datum u. Zeit: 22. 11. 1900 Paraffin ( = 100% )

Produkt	Anzahl Stk.	Gewicht %	cm <sup>3</sup> /100 g	cm <sup>3</sup> /100 cm <sup>3</sup>	R/100 cm <sup>3</sup>
<b>000799</b> A. K.-Benzin } Kondens.-Öl } Paraffingatsch	1000	52,5	40,3	57,9	43,2
	405	47,5	51,0	42,1	39,1
	1400	100,0	12,13	100,0	52,3

	Benzin Vol. %	Öl Vol. %	Paraffin Vol. %	Gesamt-Produkt		Reaktions- wasser	
	2	3	4	Vol. %	Gew. %	6	
Dichte bei 15°C	0,946		0,93				
Olefine (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> -P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ) Vol. %							
Jodzahl (Wijs)							
N. Z. / V. Z.							
Siede-Analyse	Siede-Beginn °C			41			
	— 40						
	60			40			
	80			50			
	100			13,0			
	120			17,0		2,81	
	140			21,0			
	160			25,0			
	180			29,0			
	200			33,0			
	220			37,0			
	240			41,0			
	260		24,8	45,0		2,05	
	280			49,0			
	300			53,0			
320			56,0				
340							
360							
Siede-Ende °C							
Rückstand					50,4		
Verlust					0,4		
Stockpunkt °C							
Eisen mg/l							

Olefine Vol. % (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> -P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> )	Benzin (bis 200°) Öl (200—320°)	98	
------------------------------------------------------------------------------------	------------------------------------	----	--

**Bemerkungen:** Von dem Öl 2 Proben entnommen, die bei 100°C. 1900  
 Σ - Proben sind mit 100% Benzol 47,1 bis 2 - Proben sind  
 dem Anfall entsprechend

Nr.

# Drucksynthese D.-V.-A.

Olten-Nr.: 71 Datum u. Zeit: 29. VII. — 12. IX. 1940

Produkt	Anzahl be	Gewichte- %	cm <sup>3</sup> /100 g	cm <sup>3</sup> /100cm <sup>3</sup>	g/100cm <sup>3</sup>	
A. K.-Benzin	100,0	52,5	70,3	57,0	42,5	
Kondens.-Öl		9,5	47,5	53,2	43,0	38,2
Paraffinschlack		190,5	100,0	123,5	100,0	80,7

000800

	Benzin	Öl	Paraffin	Gesamt-Produkt		Reaktions- wasser	
	Vol. %	Vol. %	Vol. %	Vol. %	Gew. %		
1	2	3	4	5	6	7	8
Dichte bei 20°C	0,746		0,89				
Olefine (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> -P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ) Vol. %							
Jodzahl (Wijs)							
N.Z. / V.Z.							
Siede-Analyse	Siede-Beginn °C			38			
	— 40			0,5	27,9		
	60			4,5			
	80			8,0			
	100			13,0			
	120			17,0			
	140			21,0	20,3		
	160			25,5			
	180			29,5			
	200			32,5			
	220			36,0			
	240			40,0			
	260			43,5	-		
	280			47,0			
	300			52,0			
320			55,0				
340							
360							
Siede-Ende °C							
Rückstand					50,4		
Verlust					1,4		
Stockpunkt °C							
Eisen mg/l							

Olefine Vol. % } Benzin (bis 200°)  
(H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>-P<sub>2</sub>O<sub>5</sub>) } Öl (200 - 320°)

Bemerkungen:

*Leipziger*

Druckversuchsanlage.

000801

Herrn Professor M a r t i n .

Betr.: Zusammensetzung der Produkte aus dem Versuch mit Wassergas  
im Kreislauf über Eisen-Fällungskontakt.

In der Zeit von 29.8. - 10.9.1940 (201. - 459.Betr.-Stunde)  
wurden die Produkte von Ofen 11 7. Füllung gesammelt und zu  
einen Teil an das Labor Dr. V e l d e zur Untersuchung und zu  
einem größeren Teil an das Forschungslabor für die Oxo-Synthese  
gegeben.

Der Ofen arbeitete in dieser Zeit wie folgt:

Belastung:	1,02 Nm <sup>3</sup> Wassergas/Horm.Vol.
Gasdruck:	19 - 20 atü.
Kreislauf:	1 + 2,7
Temperatur:	im $\bar{\rho}$ 242 °C (239 - 243 °C)
Kontraktion:	55 %
CO + H <sub>2</sub> -Umsatz:	77,5 %
CO + H <sub>2</sub> -Verfl.-Grad:	56,2 %
CO-Umsatz :	80,5 %
CO : H <sub>2</sub> -Verbr.-Verh.:	1 : 1,16
CO : H <sub>2</sub> im Wassergas:	1 : 1,28 .

Die Ausbeute an flüssigen Produkten war 114 g/Nm<sup>3</sup> Nutzgas,  
sodaß eine Gesamtausbeute im Zweistufenbetrieb bei vollständigem  
CO-Umsatz unter Beibehaltung gleichbleibenden CO + H<sub>2</sub>-Verfl.-Grades  
und CO - H<sub>2</sub>-Verbrauchsverhältnisses von  
141,5 g flüssige Produkte/Em<sup>3</sup> Nutzgas  
erreicht wird.

Hinzu kommen etwa 15 g Gasol/Nm<sup>3</sup> Nutzgas, die rd.70 Vol.-%  
ungesättigte Bestandteile enthalten.

Die Untersuchung der flüssigen Produkte im Labor  
Dr. V e l d e sind zu einem Teil abgeschlossen und haben  
folgende Ergebnisse gebracht:

Das Gesamtprodukt wurde über die Wasser-Kolonne destilliert,  
wobei ab 250 °C im Vakuum gearbeitet wurde.

Es teilte sich auf zu

000802	- 200 °C	29,0 Gew.-% (Benzindestillat)
	200 - 320 "	14,2 " (Öldestillat)
	oberh. 320 "	56,6 " (Paraffin)

Das so herausgeschnittene Benzins- und Öldestillat hatte folgende  
Eigenschaften:

a.) Benzindestillat ( - 200 °C siedend):

Siedeanalyse (ASTM)

Siedebeginn	33 °C	Vol.-%
	- 40 "	2,5
	- 60 "	15,0
	- 80 "	27,5
	-100 "	40,5
	-120 "	52,5
	-140 "	65,5
	-160 "	77,0
	-180 "	89,0
	-200 "	94,5
Siedeende	212 "	96,0
Verlust		1,5
Siede-Kennziffer	117,4	
Olefine	77,5 Vol.-%	(schwefelsäurelösliche Bestandteile)
Anilinpunkt	27,2	
Spez. Gewicht	0,714	bei 15 °C
Dampfdruck nach Reid	0,70 atü	bei 40 °C
Oktanzahl	47,3	(Research)
Jodzahl	165,5	
Refr.-Zahl	1,4010	

000903

b.) Destillat (200 - 320 °C siedend):  
Siedeanalyse (Engler)

Siedebeginn	28 202 °C	Vol.-%
- 200 "		0
- 210 "		4,0
- 220 "		12,5
- 230 "		29,0
- 240 "		43,4
- 250 "		46,5
- 260 "		67,0
- 270 "		75,0
- 280 "		82,5
- 290 "		88,0
- 300 "		91,5
- 310 "		94,0
- 320 "		96,0
Siedende	329	97,0
Rückstand		2,0
Siede-Kennziffer	251,3	
Clorine	65,5 Vol.-%	(schwefelsäurelösliche Bestandteile)
Spez. Gewicht	0,783	bei 15 °C
Cetan-Zahl	72,0	
Jodzahl	71,0	
Flammpunkt	66 °C	

Diese Daten stimmen im wesentlichen mit unseren Betriebsanalysen überein, nur daß bei uns, scheinbar infolge Cracking, der Anteil an über 320 °C siedend um rd. 6 Gew.-% bei der gewöhnlichen Engler-Analyse geringer war.

Ddr.: Hg.

000S04

Herrn Direktor Dr. H a g e m a n n .

In der Anlage finden Sie die gewünschte Aufstellung mit den wichtigsten Daten über die bei uns eingesetzten Eisenkontakte.

In Spalte 2 sind die Ergebnisse des Lurgi-Kontaktes aufgeführt.

Von allen bisher gefahrenen Eisenkontakten heben sich die Versuche

- a) mit dem Fällungskontakt der Lurgi (2. Spalte) .
- b) " " reduzierten Lummasekontakt des P.L.(4.Spalte)
- und c) " " Fällungskontakt (mit KOH gefällt)  
des P.L. (6. Spalte)

besonders heraus.

Das zuletzt in Spalte 6 aufgeführte Ergebnis wurde bisher in den ersten 13 Tagen des Versuches erzielt. Der Ofen ist s.Zt. noch in Betrieb und wird unter Beibehaltung eines  $\text{CO} + \text{H}_2$ -Umsatzes von rd. 75 % unverändert weitergefahren. Besonders auffallend ist die hohe praktische Ausbeute an flüssigen Produkten und der Anteil an über  $320^\circ\text{C}$  siedend mit 50 Gew.%.  
.

Ddr.: H.

Ergebnisse mit Fe - Kontakten und Wassergas in Ofen II.

000805		Phallungskontakt 100Fe, 30Cu, 50Cu. mit 1/20n NaOH imprägniert unreduziert mit NaOH gebält.	Phallungskontakt L - Kontakt 100Fe, 50Cu, 100Fe, 40Cu, 50 l. 120 Kgr. reduziert mit KOH gebält.	Luxmasskontakt 100Fe, 50Cu, 10 Kgr. unreduziert.	Luxmasskontakt 100Fe, 50Cu, 10 Kgr. reduziert	Phallungskontakt 100Fe, 100Cu, 5 Cu, 100 Kgr. mit KOH gefällt.	Phallungskontakt 100Fe, 100Cu, 5 Cu, 100 Kgr. mit KOH gefällt.
i. Stdn.		145. - 274.	1180	131. - 537.	0 - 300		
Versuchsdauer 1. Tage		6. - 12.	14 + 7	7	17	13	
Belastung Kms/Norm.-Vol.		1,01	1,00 0,96	1,00	1,00	1,00	1,00
Temperatur °C		257,3	257 257	275	253	252 - 255	240.
Gasdruck atü		20	20 20	20	20	20	20
Kreislauf		0	1 + 2 1+1,7	1+1,3	1+3	1 + 2,4	1 + 2,7
Kontraktion in %		30	51 45	50	51	50	56
CO : H <sub>2</sub> 1. Wassergas		1,28	1,30 1,27	1,28	1,28	1,27	1,28
CO : H <sub>2</sub>		0,85	1,18 1,15	1,07	1,14	1,14	1,13
Verbrauchverhältnis		45	68 63	74	73	69	75
CO + H <sub>2</sub> -Umsatz		54	59 55	54	49	52	56
OH <sub>4</sub> bez. auf CO-Ums.		9,4	8,4 10,7	--	14	12	9
Ausbeute an flu. Prod. g/Nm <sup>3</sup> Nutzgase		52	101 95	--	98	83	115
Siedelage: -100 °C							
-200 "		25 Gew.-%	32 Gew.-% 35 Gew.-%	--	44 Gew.-%	41 Gew.-%	30 Gew.-%
-320 "		82 "	53 " 55 "	--	65 "	63 "	60 "
oberh. 320 "		17 "	46 " 42 "	--	32 "	35 "	50 "
Olefine: -200 °C		59 Vol.-%	61 Vol.-%	--	61 Vol.-%	77 Vol.-%	70 Vol.-%
200-320 "		53 "	47 "	--	47 "	55 "	--

000806

Wiederschrift über die Besprechung am 16.3.40 : Eisenkontakt.

Anwesend: Dr. Bahr,  
Dr. Hagemann,  
Dr. Heckel,  
Dr. Roelen,  
Dr. Schenk.

Betr.: Einsatz des Eisenkontaktes des Forschungslabors i.d. D.V.A.

Es wurden die einzusetzende Kontaktart und die einzuhalten-  
den Betriebsbedingungen besprochen. Das Forschungslabor stellt  
einen 20 % Kieselgur enthaltenden Eisenkontakt als Grünkorn her.  
Dieser wird am 27.3.1940 in Ofen 11 eingefüllt. Der Kontakt wird  
mit 400 Ltr. Wassergas je Liter Kontakt drucklos innerhalb 30 Stdr  
auf 245° angefahren. Beim Übergang auf Druck wird zunächst die  
Temperatur auf 200° gesenkt, dann Kreislauf (1 : 2,5) und Druck  
eingestellt und an die Reaktionstemperatur herangegangen.

Da es sich um eine laboratoriumsmäßig noch nicht geprüfte  
Kontaktmischung handelt, sind die einzelnen Reaktionsbedingungen  
(Dauer des Formierens, Reaktionstemperatur) im Laufe der kommenden  
Woche zuvor im Forschungslabor zu ermitteln. Die am Ofen 11 an-  
zubringende Heizwicklung wird zu ihrer Fertigstellung etwa  
3 Wochen benötigen. Sie wird während einer Versuchspause am Ofen  
angebracht.

Die Überholungsarbeiten an dem Hochdruck-Kompressor sind  
gegenwärtig noch im Gang, sodaß über die Behebung des Nachlassens  
der Kompressorleistung noch nichts Endgültiges gesagt werden kann.

Bahr

Ddr.: Hg.,  
Hl.,  
Roe.,  
Schn.

000807

Herrn Dir. Dr. H a g e m a n n .

Betr.: Mülheimer Eisenkontakt.

Anliegend lasse ich Ihnen das erwähnte unveröffentlichte Teilmanuskript über die Mülheimer Eisenkontakte zugehen.

Es war damals ( 1935/36 ) in Mülheim die Aufgabe gestellt worden, einen Eisenkontakt zu entwickeln, der mit Mischgas, dem Mülheimer Synthesegas ( 30% CO, 60% H<sub>2</sub>, Rest Inerte ), bei ausreichender Lebensdauer die höchstmögliche Ausbeute geben sollte. Unter anderem gingen die Bemühungen dahin, Eisenkontakte herzustellen, die anstatt vorzugsweise nach  $2 \text{ CO} + \text{H}_2 = \text{CO}_2 + \text{CH}_2$ , über den Reaktionsweg  $\text{CO} + 2 \text{ H}_2 = \text{CH}_2 + \text{H}_2\text{O}$  arbeiteten. Wenn gleich infolge der andersartigen Zielsetzung ein Teil der damaligen Versuche keine Bedeutung mehr hat, so scheinen mir folgende Gesichtspunkte auch heute noch gültig:

- 1.) Verwendung von Fällungskontakten, bei denen z.B. Soda als Fällungsmittel dient.
- 2.) Die Bedeutung der Alkalisierung und des Restalkaligehaltes.
- 3.) Die Mülheimer Eisenkontakte gaben bereits bei drucklosen Arbeiten während einer Betriebszeit von 5 Wochen 50 g flüss. Produkte/ m<sup>3</sup> Mischgas. Unter Druck sind entsprechende Steigerungen zu erwarten.
- 4.) Anfahren des Kontaktes mit Mischgas und Regeneration durch Luftoxydation nach vorgehender Extraktion.

*Rudolf-Werke Aktien-Gesellschaft  
Lehrkeim-Str.*

Oberh.-Kölnen, den 15. Januar 1940  
RD Abt. BVA Ros/Kem.-

000808

Ba.

Herrn Prof. M a r t i n .

Betr.: Eisenkatalysator.

Wir haben die für den halbtechnischen Einsatz vorgesehene Menge Eisenkatalysator zum vereinbarten Zeitpunkt fertiggestellt. Für eine Ofenfüllung werden etwa 120 Liter benötigt. Vorrätig sind bereits 200 Liter in Form eines 2 mm Fadenkornes von guter Härte.

Bei der drucklosen Prüfung begannen die Proben unter normalen Bedingungen mit 40 % Kontraktion. Dies ist umso bemerkenswerter, als der grösste Teil dieser Katalysatormasse ohne jede Verwendung von Kondensat ausschliesslich mit Ruhrwasser hergestellt wurde. Das gesamte verarbeitete Eisen war durch Lösen von technischem Eisen (Drehspäne aus der Werkstatt) in Salpetersäure in Form von Nitratlösung gewonnen worden.

Ddr.: Hg.  
Ba. /

Ros

*Publizen-Steinmühlerei*  
*Erbsenmühlerei*

Druckversuchsanlage.

*1940*  
Obh.-Holtz, den 11. Januar 1940.  
HB.Abt.DVA. 2a/1g.-

000809

Holtz  
Direktor Dr. H a g e n a n n .

Betr.: Versuch mit dem Eisenkontakt des Forschungslabors.

Um den Eisenkontakt des Forschungslabors in unserer Anlage fahren zu können, bestehen verschiedene Möglichkeiten, die ich im folgenden aufzähle. Vorausgeschickt sei, daß die Möglichkeit, den Kontakt bei 20 atü zu fahren, in unserer Anlage nicht besteht. Der Hochdruck-Kompressor der Lurgi ist bereits besetzt, und wir müssen uns deshalb mit einem Druck von 8 - 9 atü begnügen.

1. Wir verwenden Ofen 9 (Lamellenofen) für Temperaturen bis zu 290° gebaut. Es muß dann allerdings eine verhältnismäßig große Kontaktmenge von 1,5 m<sup>3</sup> hergestellt werden.

Da der Eisenversuch gegebenenfalls im Kreislauf gefahren werden soll, ist an dem Ofen noch die betreffende Schaltung anzubringen. Ein entsprechender Kompressor steht nicht mehr zur Verfügung, man müßte deshalb eine Umlaufpumpe oder eine Kreislaufdüse einbauen. Ich empfehle das letztere.

2. Bestehen gegen den Lamellenofen Bedenken, so kommt von den vorhandenen Öfen nur noch Ofen 3 (Ofeninhalt 1,2 m<sup>3</sup>), Ofen 8 (Ofeninhalt 0,8 m<sup>3</sup>) oder Ofen 2 (Ofeninhalt 0,46 m<sup>3</sup>) infrage. Von diesen Öfen ist Ofen 2 bis auf weiteres durch den gegenwärtig laufenden Kreislaufversuch besetzt, dessen Dauer ich auf mindestens 10 Wochen noch veranschlage.

Um Ofen 3, 8 oder irgend einen sonstigen unserer kleineren Öfen für den Eisenkontakt zu verwenden, müssen wir mit Öl als Kühlmittel arbeiten, da diese Öfen gampfsseitig nur Drucke bis zu Temperaturen von etwa 220° aushalten. Wir müssen es noch dahingestellt sein lassen, ob wir bei der Umstellung einer dieser Öfen auf Öl in der notwendigen kurzen Zeit bereits technisch einwandfrei durchkommen. Ohnehin muß jeder der zuletzt genannten Öfen, außer Ofen 2, ebenfalls mit der Kreislaufvorrichtung versehen werden.

Durchschrift

Am

*Rechtliche Abteilung*  
*Verwaltungsbüro*

000810

- 2 -

Am einfachsten und raschesten würde es also gehen, wenn der ~~Lebellöfen für den Eisenversuch eingesetzt wird~~, und ich möchte empfehlen, die Versuche mit Öl als Kühlmittel unabhängig davon durchzuführen.

Da der Einbau und die Erprobung des Kreislaufs einige Zeit in Anspruch nehmen wird, bitte ich um Ihre baldige Entscheidung.

*Becher*

Ddr.: A.,  
Ma.