

*Reaktion im Nitroxyllösung
Chloroform-Nitroxyllösung*

Oberr.-Heften, den 8. Dezember 1939
R5 Abt. 572 Roe/Kem.-

3446 - 30/5.01 - 10

Herrn Prof. : a r t i n .

000811

Bez.: Lurgi-Eisenkontakt.

Anfangs dieser Woche haben wir begonnen, einen Eisenkatalysator herzustellen nach der Vorschrift, welche wir von Herrn Dr. H e r b e r t erhalten haben. Nach der gleichen Vorschrift haben wir vor einiger Zeit den gleichen Katalysator hergestellt, jedoch in kleinen Chargen.

Die in den schriftlichen Unterlagen aufgeführten Ansatzmengen sind bisher von der Lurgi noch nicht in Wirklichkeit angewendet worden. Vielmehr wurde dort bisher nur in kleinen Portionen gearbeitet, deren Menge nur 1/10 der in der Vorschrift angegebenen Ansätze betrug. Der Zweck unserer Versuchs-Herstellung war der, erstmalig die Herstellung des sog. „Lurgi-Kontaktes“ in grossen halbtechnischen Chargen auszuführen.

Wir haben nun die Feststellung machen müssen, dass die nach der Vorschrift der Lurgi hergestellte Kasse sich ausserordentlich schlecht filtrieren und auswaschen lässt. Um dem entgegenzuwirken waren wir bei der letzten der drei Chargen gezwungen, die Kasse auf eine unverhältnismässig grosse Filterfläche auszubreiten. Danach zeigte jedoch der ausgewaschene Kuchen eine gummiähnliche Beschaffenheit, derart, dass sich die Masse nicht in der üblichen Weise verformen liess.

Wir haben uns mit diesen Schwierigkeiten rund eine Woche befasst und dementsprechend unsere eigenen Arbeiten zurückstellen müssen. Ich würde vorschlagen Herrn Dr. Herbert anheimzustellen, dass die Lurgi zunächst durch eigene Experimentalarbeit diese Schwierigkeiten selbst zu überwinden versucht.

Wir sind jedenfalls zunächst nicht in der Lage, nach dieser Vorschrift eine grosse Ofenfüllung für Herrn Dr. B a h r herzustellen. Hierzu weisen wir noch darauf hin, dass unsere schlecht filtrierenden Ansätze nach der Lurgi-Vorschrift nur 660 g Eisen enthielten, während wir nach einer von uns selbst

ermittelten Vorschrift Eisen-Calcium-Katalysatoren in Chargen von rund 10 kg anstandslos fällen und verarbeiten konnten. Mit Katalysatoren dieser gleichen Mischung haben wir übrigens ~~in 16-Rohröfen bereits rund 50% Paraffinanteil erreicht.~~

Damit ist der jetzige Stand der, dass wir hinsichtlich der erreichten Paraffinausbeute grössenordnungsmässig die von der Lurgi angegebene Menge erreicht haben, zum Unterschied von der Lurgi jedoch in der Lage sind, derartige Katalysatoren auch halbtechnisch herzustellen.

Ich bemerke noch, dass wir bisher Herrn Dr. Herbert mit keinem Wort davon Mitteilung gemacht haben, dass wir selbst über Eisenkatalysatoren arbeiten.

Ddr.: Hg.

A.

Ba. ✓

Rue

000813

Aktennotiz

Über die Besprechung mit
Herrn Dr. H e r b e r t
(Lurgi Ges. für Wärmetechnik)
Frankfurt

in Kollten am 2. Nov. 19 39.
die Herren:

Anwesend:
Dr. Herbert Lurgi
" Behr RCE
" Roelen "
" Hackel "
" Böhner "
" Schenk "

Verfasser: Dr. Roelen

Durchdruck an:

Ka.
Hg.
A.
Ba. /

Zeichen:

Datum:

SB Abt. BVA Roe/Hdm.- 3. November
1939

Betrifft:

1.) Lurgi-Eisenkatalysator.

Der von uns nach den Angaben der Lurgi hergestellte Eisenkontakt hat bei uns nicht die gleichguten Ergebnisse gebracht, wie die Lurgi vorausgesagt hat. H e r b e r t teilte nun mit, dass ihre eigenen Versuche in Frankfurt mit dem gleichen von uns hergestellten Katalysator unsere Ergebnisse bestätigen. Auch in Frankfurt wurde mit dem von uns hergestellten Lurgi-Katalysator eine höhere Vergasung und eine erheblich geringere Paraffinausbeute erzielt.

Zur ^{1/2}Klärung nimmt Herbert an, dass geringe Mengen Nickel in den Katalysator die Ursache seien. Herr Dr. G r o s s hat in den von uns hergestellten Katalysator qualitativ (nach dem H₂S-Gang) mittels Dimethylglyoxim Nickel nachgewiesen, wie uns bereits schriftlich mitgeteilt worden war.

B ü c h n e r hat seinerseits unseren Lurgi-Katalysator auf Nickel untersucht (mittels elektrolytischer Trennung), dabei hat er jedoch keinerlei Nickel, auch nicht in Spuren, gefunden. Es wurde verabredet, dass Böhner die Nickelprüfung nach dem H₂S-Gang wiederholt.

Für den Fall, dass Nickel nicht als Ursache des schlechteren Verhaltens des von uns hergestellten Lurgi-Katalysators angenommen werden kann, erklärte Herbert, einstweilen nicht in der Lage zu sein das abweichende Verhalten zu erklären. Infolgedessen kann auch zur Zeit von uns ein neuer Lurgi-Katalysator nicht hergestellt werden.

Auf Vorschlag von Herbert wird von uns bis auf weiteres kein Versuch mehr mit einem Lurgi-Eisenkatalysator ausgeführt, der von uns hergestellt worden ist. Die Lurgi will uns vielmehr in Laufe der nächsten Woche zwei Liter reduzierten Katalysator für einen neuen Versuch zur Verfügung stellen.

2.) Verdünnter Kobalt-Katalysator für Hoesch.

Herbert berichtet, dass der von uns hergestellte und bei Hoesch in Betrieb befindliche Kobaltkatalysator nicht als voll wirksam anzusprechen sei. Er benötige nach 70 Betriebstagen bereits eine Temperatur von 216° und werde vermutlich in kurzer Zeit auszufahren sein.

H e c k e l weist hierzu nachdrücklichst darauf hin, dass der Katalysator bei uns zunächst auf Drängen der Lurgi mit grosser Beschleunigung hergestellt werden musste, danach aber nicht abgenommen wurde. Infolgedessen hat die Masse monatelang in Freien in Papiertüten gelagert. Sie ist während dieser Zeit nachweislich geschädigt worden, was eindeutig aus unseren Laboratoriumsversuchen, mit Proben, die vorher und nachher genommen wurden, hervorgeht.



Dr. H. Herbert

Herrn
Dr. Roelen
p.Adr.: Ruhrochemie A.G.,
Oberhausen-Holtcn.

000815

11/11

Blr./

26.10.39.

Sehr geehrter Herr Dr. Roelen :

Wie ich von Herrn Dr. Bahr am Telefon erfuhr, wird sich der Probelauf der Hochdruck-Anlage noch etwas verzögern, da mit der Lieferung des Treibriemens erst in etwa 10 Tagen geredhnet werden kann. Vom Beginn des Probelaufes werden sicherlich noch 2 - 3 Wochen vergehen, bevor der Kontakt eingesetzt werden kann. Ich wäre Ihnen daher dankbar, wenn Sie die Herstellung des Kontaktes noch zurückstellen würden, bis der Zeitpunkt der Einfällung wirklich sicher steht.

Inzwischen möchte ich Sie darauf aufmerksam machen, dass nach einer bei uns vorgenommenen qualitativen Prüfung der bei Ihnen hergestellte Kontakt geringe Mengen Nickel enthält, was vielleicht Ursache einer stärkeren Vergasung sein kann. Es wäre wohl ratsam, wenn Sie Ihre für die Herstellung des Kontaktes verwendeten Chemikalien einmal qualitativ auf Nickel bzw. Kobalt prüfen würden. Bei dem von uns hergestellten Kontakt verwendeten wir Chemikalien von Merck und zwar beim Eisennitrat das normale technische kristallisierte Produkt; unsere Kieselgur ist die Sorte 120, die wohl auch bei Ihnen verwandt wird.

Mit freundlichen Grüßen und Heil Hitler !
verbleibe ich
Ihr sehr ergebener

000816

Telefonattnotiz

Über die Besprechung mit

Herrn Dr. Herbert, Frankfurt a/M.

Verfasser: Dr. Roelen

Durchdruck an:

Hg.

Ba.

In

am 21. 10. 19 39

Anwesend:

Zeichen:

Datum:

RB Abt. BVA Roe/Ndm.- 21.10.1939)

Betrifft:

- 1.) H e r b e r t teilt mit, dass die von uns hergestellte Kontaktprobe inzwischen dort reduziert worden ist und per Express an uns zum Versand gebracht wurde.
- 2.) Herbert schlägt vor, das Kreislaufverhältnis bei dem mit Lurgi-Kontakt in Gang befindlichen Versuch zu verändern. Das Aufarbeitungsverhältnis CO und H₂ sei in der Weise vom Kreislauf abhängig, dass mit zunehmendem Kreislauf die Wasserstoffaufarbeitung höher werde. Da bei unserem Versuch zuviel Methan gebildet und zuviel Wasserstoff verbraucht wurde so schlägt Herbert vor, den Kreislauf herabzusetzen, beispielsweise auf 1 : 1,5.

Die Inangriffnahme dieser Änderung wurde zugesagt.



Produktionsbericht

vom 19. 10. 192

Druck-Versuchsanlage

Fe-Verkohle (Liggi) vom Fried. Labor.

Olase-Nr. Lifa Satz 1 Schichtstunden 351 Gesamt
 Durchgesetztes Sygas Nm³ Dampferdruck 2440 cmHg
 - Restgas Nm³ 000817 Nm³ 0.83
 Co-Inhalt kg Nm³/Norm.-Vol. h.
 Belastung Nm³/Ag Co. h

Lifa

Analysen	CO ₂	C _m H _n	O ₂	CO	H ₂	CH ₄	N ₂	C-Zahl	N ₂ Feinbest.	Litergew.
Sygas	6.6	-	0.2	38.8	48.1	0.4	5.9	-	5.3	
Restgas	20.9	0.7	0.1	33.2	29.9	4.2	11.0	7.55	11.57	

H₂: CO im Sygas 1,24 Gesamt-Inerte (Idealgas) 86.9 (93.1)
 H₂: CO „ Restgas 0.90
 Verbrauch von H₂: CO 1,49 Durchschn. Kontraktion 51.0
 Kontraktion nach Menge 51.9
 „ „ CO₂ -
 „ „ Feinbest. N₂ 50.0
 v. einges. | v. nutz. Analyse 39.0 | v. nutz. Analyse 67.0
 CO umgesetzt 58.1 | „ CO verflüssigt. Produkt 16.9
 H₂ „ 69.7 | „ „ „ „ 16.1
 CO + H₂ umgesetzt 64.5 (9.8) CH₄ + C_m H_n bez. auf CO-Umsatz 16.9
 (9.3) CO₂ „ „ „ „ 16.1

Produkte

Paraffin	l	kg	kg	%
Ol-Kondensat	l	kg	kg	%
A.-K. Benzin	l	kg	kg	%
Fl. Produkte	l	kg	kg	100,0%
Gasol	m ³	kg/Nm ³	kg/Nm ³	
Ges. Produkt				
Sywasser	kg		g/Nm ³ Sygas	
„ Säurezahl	mg/l			

Ges. Produkt S.B. °C, bis 100° C Vol. %₁₀, bis 200° C Vol. %₂₀, bis 320° C Vol. %₃₀
 Olefine Vol. %₁₀ bis 200° C Vol. %₂₀ 200-320° C Vol. %₃₀

Ausbeute

Fl. Produkte g/Nm³ Sygas g/Nm³ Idealgas g/Nm³ Nutzgas
 Gasol „ „ „ „ „ „
 Ges. Produkte „ „ „ „ „ „

Bemerkungen: 9.505 110.05 100 l / Nm³ Sygas 100 l / Nutzgas bes. Rück-
frucht

Aktennotiz

über die Besprechung mit

000812

Verfasser:

Dr. Lahr.

Durchdruck an:

Herrn Prof. Martin
und Anwesende.

Holten

12. 10. 39

in

am
die Herren

Anwesend:

Dr. Lahr,
Dr. Hagemann,
Dr. Roelen,
Dr. Herbert (Lurgi).

Zeichen:

Datum:

RB.Abt.DVA. Ba/Tg. 14. 10. 1939

Betrifft:

Bisherige Versuchsergebnisse mit dem Eisenkontakt der Lurgi.

Die Lurgi hat vom Forschungslabor eine nach der Lurgi-Vorschrift hergestellte Eisenkontakt-Probe (100 Fe. - 5 Cu - 9 Al₂ O₃ 120 Kgr.) erhalten. Dr. Herbert berichtet unter Hinweis auf seine schriftlichen Mitteilungen vom 7. u. 10.10.1939 über das bisherige Prüfungsergebnis dieser Kontaktprobe. Der Kontakt war aktiver als die von der Lurgi selbst seiner Zeit hergestellte Probe (Vgl. Lurgi-Bericht Nr.7 vom 19.9.1939). Er arbeitete bei einer um 8° tiefer liegenden Temperatur, zeigte allerdings eine höhere Vergasung. Während die Lurgi damals einen analytischen Verflüssigungsgrad von 96,7 (ohne Berücksichtigung der CO₂-Bildung) erzielte, betrug dieser bei der vorliegenden Probe 92,0. Nach Ansicht von Herbert kann dieser Unterschied durch die Verwendung einer andersartigen Kieselgur, andersartiger sonstiger Ausgangsmaterialien oder durch individuelle Unterschiede bei der Kontaktfällung hervorgerufen sein.

Eine weitere, nach der gleichen Vorschrift hergestellte Kontaktprobe wird gegenwärtig im Forschungslabor geprüft. Roelen berichtet über die bisherigen Ergebnisse. Die Probe wurde ohne vorhergehende Reduktion zunächst bei Atmosphärendruck in Betrieb genommen. Die gegenwärtige Versuchstemperatur ist 244°. Die Ausbeute liegt gegenwärtig noch zu niedrig. Herbert erhält Gelegenheit,

diesen

diesem Versuch zu beabsichtigen. Die gegenwärtig noch zu niedrige Ausbeute kann nach seiner Ansicht entweder auf einer noch unvollständigen Abkühlung des Kontaktes beruhen, oder es wird das Benzol nicht vollständig erfasst. Ferner hält Herbert die vorherige Reduktion des Kontaktes für unerlässlich. Dies wird nachgeprüft werden.

Um die noch bestehenden Versuchs-differenzen möglichst bald aufzuklären, soll nach Anweisung von Hagemann folgendermaßen verfahren werden:

Der Versuch im Forschungslabor wird weiter durchgeführt. Sollte sich das Ergebnis nicht verbessern, so wird eine neue Kontaktprobe eingesetzt, bei welcher die Reduktion im Laboratorium der Lurgi vorgenommen wird. Zu diesem Zwecke erhält die Lurgi nochmals 1 kg des nach ihrer Vorschrift vom Forschungslabor hergestellten Kontaktes. Eine Entsendung eines Lurgi-Chemikers nach hier ist nicht erforderlich.

Die Druckversuchsanlage wird die für die Eisenversuche bestimmte Apparatur bis zum 26.10.1939 fertigstellen lassen. Schwierigkeiten kann jedoch die Beschaffung des notwendigen Treibriemens machen. Sobald die Anlage betriebsfertig ist, soll sie zum Einfahren mit einem verdünnten Kobalt-Mischkontakt (100 Co 400 Kgr.) betrieben werden. Die Herstellung des Eisenkontaktes soll um den 30.10.1939 herum beginnen, das Anfahren des Eisenkontakt-Versuches wurde auf den 9.11.1939 festgelegt.

H. Baier

Fuhrchemie A.G.,
Oberhausen-Holten.

000820

Dr. Hr/Blr.

7. Okt. 39.

La/Versuche mit Eisenkontakten.

Sir teilen Ihnen nachstehend die weiteren Resultate
des eingesandten Eisenkontaktes mit :

Reaktionsbedingungen :

Kontaktrohr ϕ 10 mm
Schichtlänge 3 m
Druck 20 atü
Temperatur 235°
Kreislauf 1:2,5

Gasanalysen :

	Eintrittsgas:	Restgas:
CO ₂	0	15,8
C _n H _m	0	0,2
O ₂	0,3	0,3
CO	50,5 39,0	33,0 24,0
H ₂	50,5	34,5
CH ₄	0	2,9
N ₂	10,2	22,3
C-Zahl	-	1,10

CO + H₂ Umsatz 70%

an. Verflüssigungsgrad (-CH₄ + C_nH_m) 92%

Ausbeute : 125 - 130 g / Nm³ inertfreies Ausgangsgas.

Kontaktkosten:

Zusammensetzung der Produkte:

000821

Benzin - 200°	31 Gew.-%
Öl 200-320°	25 -
Paraffin	44 -

Das Paraffin ist reinweiss, Öl und Benzin sind farblos, der Sauerstoffgehalt des Benzins beträgt 2%.

Von dem Kontakt unseres Berichtes Nr. 7 unterscheidet sich der vorliegende durch die Farblosigkeit der Produkte und durch ein günstigeres CO - H₂-Aufarbeitungsverhältnis. Hierdurch ergibt sich die Möglichkeit, lediglich mit Eisenkontakten Gussergas restlos aufzuarbeiten. Dagegen ist die Methanbildung fühlbar höher (Verflüssigungsgrad 92 gegenüber 96,7% bei dem Kontakt unseres Berichtes Nr. 7). Auch die Produktzusammensetzung entspricht noch nicht der unseres früheren Versuches. Es ist allerdings möglich, dass die Produktmenge bei längerem Betrieb noch zunimmt.

Es erhebt sich nun die Frage, ob dieser Kontakt in grösserem Masstab für den halbertechnischen Versuch hergestellt werden soll oder ob zwecks Klarstellung der Qualitätsdifferenzen einer unserer Herren zu Ihnen entsandt wird, der zusammen mit einem Ihrer Chemiker mit Ihren und unseren Chemikalien je einen Versuchs-Kontakt herstellt.

In der Annahme, dass die Versuchsanlage nunmehr nahezu betriebsbereit sein wird, möchten wir, um nicht zu viel Zeit zu verlieren, vorschlagen, dass Sie die grössere Kontaktmenge (nebst einer Reservemenge von 10 Ltr. für uns) nunmehr herstellen, da die Ergebnisse, auch wie sie sich nach den vorstehenden Ziffern darstellen, doch recht interessant sind. Sollten Sie anderer Ansicht sein oder sollte die Versuchs-Anlage wider Erwarten noch längere Zeit bis zu ihrer Betriebsfähigkeit benötigen, so wäre es empfehlenswert, die Kontaktfrage zunächst noch weiter zu klären.

Unser Herr Dr. Herbert wird Sie voraussichtlich Mittwoch oder Donnerstag kommender Woche in Holten aufsuchen, um die Angelegenheit mit Ihren Herren nochmals zu besprechen.

Heil Hitler!

L U R G I

-Gesellschaft für Wärmetechnik m.b.H.

Dr. W. Herbert.

LURGI

GESELLSCHAFT FÜR WÄRMETECHNIK M.B.H.

GERVINUSSTR. 17-19

FRANKFURT A.M.

SCHLIESSFACH 227

DRAMATISCHES
LURGIWIRTSCHAFT

FERNRUF:
SAMMELNUMMER 50334

POSTSCHEINNUMMER:
44334 FRANKFURT A.M.

BAHNEINGANGS
METALLGESELLSCHAFT A.-G.
FRANKFURT A.M.

Herrn
Dr. B a h r ,
p.A. Ruhrchemie A.G.,
B.V.- Anlage,
Oberhausen - Holten.

000822

IHRE ZEICHEN:

IHRE NACHRICHT VOM:

UNSERE ZEICHEN:
Ma.

FRANKFURT A.M.
2.X.1939.

BETREFF: **L.W. - Benzinsynthese.**

Sehr geehrter Herr Dr. Bahr !

In der Anlage erhalten Sie Durchschlag unseres heutigen Schreibens an die Ruhrchemie AG., betreffend Eisenkontakt. Dieser Kontakt gab bisher bei etwas höherer Aktivität Verflüssigungsgrade von 90⁰, während wir mit unserem selbst hergestellten Kontakt 96 % fanden. Ich hoffe aber, dass sich die Sache in aller Kürze aufklären lässt, sodass in der nächsten Woche mit der Herstellung der grösseren Versuchsmenge begonnen werden kann.

Die Anlage Hoesch läuft weiterhin gut. Die Primärausbeute beträgt nach Berichtigung des falsch anzeigenden Manometers im Durchschnitt der letzten 30 Tage ca. 134 g und, extrapoliert auf 92 % CO-Umsatz, 144 g. Damit kommen wir recht nahe an die in Holten erzielten Ergebnisse heran.

Ich verbleibe mit freundlichen Grüßen und

Heil Hitler !

Ihr sehr ergebener

1 Kopie.

W. Herbert

Ko.:

Herrn Dr. Behr,
Ruhrombie, Molten.

Ruhrombie A.G.,
Oberrhausen - Molten.

000823

Verw.Ka/Hat. 22.9.39

Dr. Hr/Ka.

2.11.1939.

L.W.- F.T.-Eisenkontakt.

Im Nachgang zu unserem Schreiben vom 27.9.39 teilen wir Ihnen mit, dass der uns von Ihnen übergebene Eisenkatalysator hinsichtlich seiner Aktivität etwa gleich gut ist, wie der in unserem Bericht Nr. 7 beschriebene Kontakt. Die Methanbildung ist bisher allerdings höher gewesen. Wir vermuten, dass der bei Ihnen hergestellte Kontakt andere Reduktionsbedingungen erfordert, als der unsrige und haben daher noch zwei Versuche zur Klärung dieser Frage in Gang gesetzt.

Wir hoffen, bis Ende dieser Woche in dieser Angelegenheit klar zu sehen und werden Sie dann sofort benachrichtigen, ob die Herstellung einer grösseren Menge in Angriff genommen werden kann.

Heil Hitler !

L U R G I
Gesellschaft für Wärmetechnik mbH.

Dr. W. Harhart.

LURGI

GESELLSCHAFT FÜR WÄRMETECHNIK M.B.H.

GERYINUSSTR. 74/9

FRANKFURT A.M.

SCHLIESSFACH 227

GRÜNDUNGSSCHRIEF
LURGI-GESELLSCHAFT

VERWALTUNG
SAMMELKASSE ZUR EINFACHEN ZURICH

POSTFACH 1000
LURGI-GESELLSCHAFT M.B.H.

GRÜNDUNGSSCHRIEF
LURGI-GESELLSCHAFT M.B.H.

Herrn
Dr. Th. Bahr,
Dinslaken.

000824

Goethestrasse 74.

REZEPTUR

IHRE NACHRICHT VOM:

UNSERE ZEICHEN:
Lr.

FRANKFURT A.M.
10.7.1939.

BETREFF: L.W. / Versuchsprogramm.

Lieber Herr Dr. Bahr !

Wunschgemäß gebe ich Ihnen nachstehend eine kurze Übersicht über die Versuche, welche wir in der DV.-Anlage gemeinsam mit Ihnen demnächst durchführen möchten :

- 1.) Herstellung eines Synthesegases mit einem CO-H_2 -Verhältnis von ca. 1,8 : 1.⁺ Das Restgas dieses Ofens wäre zu entspannen und an der Saugseite unseres Hochdruck-Kompressors vorbeizuführen. Dieser Kompressor soll sich eine bestimmte Menge (ca. 20 cbm) ansaugen und bei 20-25 Atm. in der Hochdruckanlage, welche mit Eisenkontakt zu füllen ist, zur Umsetzung zu bringen. Erwünscht wäre eine Wasserwäsche entweder des Wassergases vor Eintritt in Ofen III oder vor der Entspannung des Restgases dieses Ofens. Es kann aber auch ohne diese Massnahme gearbeitet werden, wenn man sich mit einem Gesamtumsatz des $\text{CO} + \text{H}_2$ im Ausgangswassergas innerhalb der beiden Ofen von 90 % statt 95 % begnügt.
- 2.) Der Lamellenofen soll später im Wassergaskreislauf über einen Eisenkontakt gefahren werden. Vorläufig muss dieser Versuch jedoch zurückgestellt werden, da es uns bei dieser Arbeitsweise noch nicht gelungen ist, die Methanbildung genügend stark herunterszudrücken. Am liebsten würden wir in dem Lamellenofen den

+) im Ofen 3

Herrn Dr. Th. Baer, Jinsleben.

Datum 10.7. Blatt

-3-

000825

zuletzt nicht ganz geglückten Versuch eines Wassergaskreislaufes über einen verdünnten Kobalt-Kontakt wiederholen. Wir glauben, durch eine besondere Art der Ausserbetriebnahme den früher bei Stillständen aufgetretenen Aktivitätsabfall vermeiden zu können. Herr Dr. Landgraf hat in Hinblick auf diesen Versuch bereits eine entsprechende Menge an 20%igen Kobalt-Kontakt hergestellt, sodass ein Vergleich zu dem Betrieb des selben Kontaktes in der Moesch-Versuchs-Anlage, wo er mit Synthesegas bzw. Wassergas ohne Kreislauf fahren wird, möglich ist. Zeitweise war auch daran gedacht, zunächst wärmetechnisch mit Hilfe eines normalen Kobalt-Kontaktes den Lamellenofen zu erproben. Ich wäre allerdings, um nicht zuviel Zeit zu verlieren, nur dann für diese Probe, wenn sie nach einigen Wochen abgebrochen werden kann, wenn also nicht auf Lebensdauer gefahren wird, was die weiteren Versuche zu sehr hinausschieben würde.

Mit freundlichen Grüßen und

Heil Hitler !

Ihr sehr ergebener

W. Herbert

LURGI

GESELLSCHAFT FÜR WÄRMETECHNIK M.B.H.

GERMANUSSTR. 17-19

FRANKFURT A.M.

SCHLIESFACH 227

GRÜNDUNGSCHAFT
LURGIWERKE

FEDERALE
SAMMELN. ZEPPELIN 2033

POSTLEICHNUMMER
6000 FRANKFURT A.M.

VERKEHRSDIENST
FÜR INLANDS- UND AUSLANDS-
FRANKFURT A.M.

Ruhrombie A.G.,
Oberhausen - Kolten.

000826

RURCHEMIE

12 AUG 1939 03:00h

St. Braunwerts, G.m.

IHRE ZEICHEN:

IHRE NACHRICHT VON:

UNSERE ZEICHEN:
Dr. Gr./Ma.

FRANKFURT A.M.

10.8.39

BETREFF: L.W. - Eisenkontakt.
uns. Brief vom 1.8.1939.

Wir sandten Ihnen heute zu H8 den von Herrn Dr. Roelen ein Muster unseres reduzierten Eisenkontaktes. Zum Betrieb verwenden wir bei diesem Kontakt ein Gasgemisch von 60 % CO und 31 % H₂, Rest N₂ und CO₂. Der Druck beträgt 20 atü, die Anfangstemperatur 235°, die Belastung 9,1 Ltr./Stunde für 100 cm³ Kontakt. Innerhalb 2 Tagen wird die Temperatur solange gesteigert, bis ein CO + H₂-Umsatz von 75 % erreicht ist. Die Betriebstemperatur beträgt dann etwa 245 - 250°, die Ausbeute etwa 130 - 135 g/Nm³ inertfreies Eintrittsgas.

Heil Hitler !

LURGI

Gesellschaft für Wärmetechnik mbH.

4.0.1.1

11	12.8.39
He	

Aktennotiz

Über die Besprechung mit

Verfasser: Dr. Bahar.

Durchdruck an: die Herren

in Helten am 2.3. 19 39

Anwesend: die Herren

Dr. Bahar,
Dr. L. W. L.,
Dr. L. Graf,
Dr. L. W. L.,
Dr. Gross (Lurgi)

Professor Martin,
Direktor Alberts,
Direktor Harkmann,
ferner an alle Anwesenden.

000827

Zeichen: Datum:
RB Abt. DVA Da/Op. 4.3.39.

Betrifft: Prüfungsergebnisse des Lurgi-Ironkontakts.

Am 20. Januar d.Js. übergab uns Dr. Herbert, Lurgi, einen bei der Lurgi in Frankfurt hergestellten Eisen-Aluminium-Kupfer-Nickelgurg-Kontakt. Der Kontakt wurde verabredungsgemäß im Forschungslaboratorium einer katalytischen Prüfung unterworfen. In der heutigen Besprechung werden die mit der übergebenen Kontaktprobe erzielten Ergebnisse mitgeteilt. Der Kontakt wurde bei der Prüfung entsprechend seinem Volumen beansprucht.

1.) Landgraf berichtet über die Prüfung unter Druck. Der Kontakt wurde den Angaben der Lurgi entsprechend zunächst mit Wasserstoff verlehantelt; allerdings konnten aus apparativen Gründen die Vorschriften der Lurgi nicht ganz eingehalten werden. Hierauf wurde der Kontakt mit einem Gasgemisch (mit einem CO zu H₂-Verhältnis von 2 : 1) zunächst bei Atmosphärendruck in Betrieb genommen. Nach einer gewissen Zeit wurde der Druck auf 10 atü erhöht. Der Kontakt erreichte bei 240° nach 136 Stunden eine Kontraktion von 21%. Nach 300 Stunden betrug die Kontraktion bei 250° 20% und nach 472 ^h bei 260° 33%. Der Kontakt gab bei 250° eine maximale Ausbeute von 32 g Öl + Paraffin und 17 g A.-Z.-Benzin/Km³, insgesamt also 49 g. Die Methanbildung betrug 18%, bezogen auf das eingesetzte Kohlenoxyd. Gegenwärtig ist die Kontraktion schon wieder im Abnehmen begriffen.

000828

Heckel hat den Kontakt bei Atmosphärendruck mit Wasser gas geprüft. Der Kontakt wurde bei 245° in Betrieb genommen.

Die Kontraktion betrug

nach 10 Stunden	27%
" 39 "	29% (Höchstkontraktion)
" 220 "	24%
" 364 "	8%

Die Höchstausbeute an Öl + Paraffin war 25 cm/obm, (eine Bestimmung des Lenzins wurde nicht vorgenommen).

Ein von Heckel nach der Vorschrift der Lurgi, jedoch ohne Kieselgur, hergestellter Kontakt war nicht wirksamer als der oben genannte.

H. Gross nimmt zu den hier mitgeteilten Prüfungsergebnissen wie folgt Stellung:

Die Ergebnisse sind als äusserst ungünstig zu bezeichnen und stehen mit den in Frankfurt erhaltenen in keiner Weise in Übereinstimmung. Hier wurden je obm Rutgas bei 10 atü bis 120 g flüssige Produkte erhalten. Eine Prüfung bei Atmosphärendruck fand bei der Lurgi nicht statt. Das abweichende Ergebnis in Holten kann möglicherweise dadurch zustande gekommen sein, dass die Reduktion des Kontakts missglückt ist. Wie in der von der Lurgi mitgeteilten Herstellungsvorschrift für Eisenkontakte angegeben ist, besteht die Gefahr, dass der Kontakt leicht überreduziert wird. Er wird dadurch praktisch inaktiv.

Es wird vereinbart, dass die Lurgi nochmals eine Kontaktprobe zur Verfügung stellt. Um irgendwelche Abweichungen in den Reduktionsbedingungen auszuschliessen, soll die Probe in bereits reduzierten Zustand übersandt werden.

Herstellung eines Eisenkontaktes.

000829

Es werden benötigt :

Eine Lösung bestehend aus : 240 g $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9 \text{H}_2\text{O}$
166 g $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9 \text{H}_2\text{O}$
32 g $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$

wird in Wasser gelöst und auf 1 Ltr. aufgefüllt.

Eine Lösung von 224 g Ätzkali (Linsenform) gelöst in Wasser und auf 1 Ltr. aufgefüllt,

40 g Kieselgur

1 Folienkolorimeter

1 Nutsche mit 30 cm ϕ , Filter aus Leinen

1 eiserner Topf 4-5-Ltr. Inhalt

1 Emailtopf 2 Ltr. Inhalt.

Herstellung des Kontaktes:

Je 1 Ltr. der Nitratlösung und der Ätze werden zum Sieden erhitzt. Nun wird die Nitratlösung bis auf einen Rest von 20 ccm in die kochende Lösung gegossen. Alsdann wird möglichst rasch durch Tüpfeln auf eine Indikatorfolie der p_h -Wert festgestellt. Anschliessend gibt man so viel Nitratlösung zu, bis ein p_h -Wert von 9,2 erreicht ist. Dann werden in den Kontaktschlamm 40 g Kieselgur eingerührt, worauf die ganze Masse auf die mit Wasserdampf vorgewärmte Nutsche gegossen wird. Man saugt eine halbe Minute schwach, dann sehr stark bis die Flüssigkeit nahezu verschwunden ist, sodass bei weiterem Absaugen Risse entstehen würden. Dann gibt man 800 ccm kochendes, destilliertes Wasser auf die Nutsche, knetet den Niederschlag mit diesem Wasser auf der Nutsche durch und wiederholt die Wäsche noch einmal mit wiederum 800 ccm kochendem Wasser.

Der Filterkuchen wird nunmehr scharf trocken gesaugt, geht dann durch die Strangpresse und wird anschliessend bei 110°

bis zur oberflächlichen Trocknung (Aufhellung) getrocknet. Anschliessend wird bei 250° in dünner Schicht eine halbe Stunde lang mit Wasserstoff reduziert, wobei 2 m³ Wasserstoff stündlich auf 100 ccm Kontaktmasse anzuwenden sind. Der Reduktionswert des fertigen Kontaktes, soll, bezogen auf das theoretisch reduzierbare Eisen, ca. 2,5% betragen. Ein Betrag von 5% soll nicht überschritten werden. Kontakte, die Reduktionswerte von mehr als 20% haben, sind praktisch inaktiv. (Der Kontakt kann auch ohne Reduktion in Betrieb genommen werden, er braucht dann aber eine Formierungszeit bis zur Erreichung der normalen Ausbeute von mehreren Wochen.)

Nach obiger Vorschrift werden aus den angegebenen Chemikalienmengen ca. 200 ccm = 120 g Grünkorn erhalten. Der Fe-Gehalt beträgt ca. 27%.

Ffm., den 18.1.39.
Blr./

gez. H e r b e r t.

000831

I.G. - Verfahren.

1. Gaskreislauf. Fe - Kontakt.

100 facher Kreislauf mit 1 % Frischgaszusatz.

10° Temp. Steigerung.

Heißkreislauf zur Temp. Haltung.

Kaltkreislauf mit Herausnahme der Hochsiedenden
und des Wassers.

Wassergas

20 atü.

Fe-Kontakt: beginnt 250° bei 280° mit 20°

Arbeitsspanne arbeitend.

Regenerierung durch Oxydation.

Leistung des Kontaktes: 950 g nutzbare Produkte
je Liter Kontakt/Tag.

Ein 400 Liter-Ofen liefert 380 kg nutzbare Pro-
dukte/Tag und 70 kg gasförmige Produkte

CH₄ + C₂H₆/Tag bei 82 %igem Umsatz (?).

Stundendurchsatz 120 m³ Frischgas.

Energiebedarf: 250 - 300 kWh/t fertig raffiniertes
Produkt (Primärprodukt ?)

Gasgeschwindigkeit:

ohne Kontakt 1,3 m/Sek.

mit " 2 m/Sek.

Anmerkung. Bei einem Wassergas von 40 CO und 156 g/m³ Ausbeute
können 450 kg flüss. KW mit dem obigen Gasdurchsatz
erzielt werden. Das CO wird zu 85 % verflüssigt ?

Nach den gegebenen Zahlen beträgt die Ausbeute

132 g nutzbare Produkte

je m³ Wassergas. 24 g gasförmige Produkte:

000832

Wassergas mit CO : H₂ = 4 : 5

Endgas bei 78 % igen Umsatz (bez. CO + H₂)

25 - 30 % CO ₂	}	nach 1. Ofen
7 - 8 % CH ₄		
2 - 3 % C ₂ H ₆ + C ₃ H ₆		

Rest: CO + H₂

20 - 25 % CO ₂	}	13,5 % Umsetzung nach 2. Ofen bei 91,5 % Gesamtumsatz, bei Zwischenherausnahme des CO ₂ .
5 - 6 % Äthylen		
15 % CH ₄		
bis 60 % H ₂		

CO : H₂ - Verh. 4,2 : 4,8 (1 : 1,14)

Die Ausbeute Nm³ Reingas

beträgt	CH ₄ + C ₂ H ₆	35 g
	nutzbares	160 g
	Rohprodukt	<u>195 g</u>

Hiervon

14 g	105 g	41 g
Alkohole	Öle	Gase
8 %	62 %	30 %

000833

<u>Alkohole</u> (in Wasser)	<u>Ole</u>	<u>Gase</u>
0 % 14 g	62 % 105 g	30 % 41 g/m ³
C ₂ H ₅ OH 55 %	Rohpr. 1 %	O ₂ H ₄ 10 g
C ₃ H ₇ OH 25 %	Dieselloil 25 %	O ₃ 17 g (81 % Olefine)
Aceton 2 %	Benzin 75 %	O ₄ 14 g (86 % ")
Acetaldehyd 1 %		41 g
C ₄ -Alkohole 2-3 %		C ₂ 10
	ohne O ₂	C ₃ 14
	- 6 %	C ₄ 12
		<u>36</u>

Raffiniertes Benzin	77 g
Polymer	30 g
	107 g
Primärdieselloil	21 g
Polymeröl	1 g
<u>Flüssige Prod.</u>	<u>129 g</u>

85 %ige Umwandlung.

zu 76 % primär
 zu 24 % polymer.

Beschaffenheit der Produkte.

Rohöl	n ₁₅	0,75 - 0,76
Olefine		70 - 80

Primärbenzin:

O₂ - Gehalt 4 %

Raffinat-Benzin:

O₂ - Gehalt frei.

Dichte 0,71

Jodzahl 190

Olefine 70-80

Siedeverh. 60/100

Dieselloil:

O₂ - Gehalt 2 %

Dichte 0,836

Olefine 80

Siedeverh. 200-340°

Stockpu. -25°

Cetenzahl 53

OZ 68 Res.
77 Motor
mit Blei 03 "
nach Hydrierung 45

000834

Polymerbenzin:

a) aus C_3, C_4, C_5 OZ 97 Res.
20 - 100°
b) C_2 OZ 93 "

Gasol:

C_2 86 % Olefine
 C_3 81 %
 C_4 100 %
 C_4 23 Isobutylene.

Crackbenzin aus Dieselöl:

Ausbeute 60 %
OZ 83
Olefine 40 %

Ofenmaße: 1,3 m ϕ .
0,9 m Kontaktschichthöhe.
1 m Wassersäule Widerstand.

Wasserbildung: 62 g/Nm³

Lebensdauer: 9 Wochen, dann Widerstandserhöhung durch Kontaktzerfall.

Gasreinheit: 4 - 10 mg/S.

Bedingungen:

> 20 atü: keine höhere Ausbeute, aber mehr O_2 - V.
Erhöhte Temp.: CH_4 .
Erniedrigte Temp.: mehr Paraffin.

000835

Bilanz (eigene) für 91,5 %igen Umsatz.

je M ³ Leinwand 0,4 CO + 0,6 H ₂	Gew. in g.	Gew. % Einsatz	O ₂ - Bilanz.
Einsatz	554		285 g
umgesetzt (91,5 %)	508	91,8	261 = 91,5 %
als CH ₄ + C ₂ H ₆	35	6,3	
>O ₂ (nutzb. Prod.)	160	28,9	
H ₂ O	120	21,7	
CO ₂ (Diff.)	193	34,8	107 = 37,5 % als H ₂ O (41 % des Ums.) 140 = 49 % als CO ₂ (53 % des Ums.) = 5 % Fehlend.

CO - Bilanz bez. auf 44,5 % CO in Idealgas.

	Vol. %	
Einsatz	100	
Umsatz CO + H ₂	91,5	(CO 96,2)
als CH ₄ } C ₂ H ₆ }	12	
> O ₂	58	
{ Öle, tatsächlich	38	
{ Alkohole	5	
{ nutzbare Gase	15	
als CO ₂	22	

Gesamt CO.

Verflüssigungsgrad: C₂ 63
Öle, tats. 42

2. Ölkreislauf.

Wassergas mit CO : H₂ = 5,5 : 4,5.

Kontakt: Fe, Mn mit etwas Titan, Silicium mit O₂ geschmolzen und bei nicht zu hoher Temperatur reduziert.

Sinterkorn 10 - 12 mm.

Druck: 100 atü., erstrebt 20 atü.

Ölkreislauf: 50 fach bez. auf KW-Produktion. Das Öl enthält noch viel Benzin, das durch Verdampfung etwa 50 % der Reawärme aufnimmt.

Temperatur: 300 - 350°.

Kühlung und Wärmeaustausch:

Das Kreislauföl wird bis auf 120° gekühlt zwecks Ausscheidung von hochsiedendem KW., H₂O und Öl; vor Ofeneintritt auf 300° vorerhitzt. Das Restgas geht durch A.-Kohle.

Umsatz: In 1. Stufe 50 % des CO + H₂.

000837

~~Leistung: Bei 20 atü: 165 g Gasol + KW + Alkohole/Std./L. Kontakt~~
~~= 138 g/m³ unges. CO + H₂ als KW.~~

Ofenmaße: D = 500 H = 6000. 3 atü. Druckverlust.

000838

Herrn Professor M a r t i n .

Betr.: Beschaffung des kohlenoxydreichen Ausgangsgases für die Lurgi-Versuche mit Eisenkontakten.

Zur Beschaffung eines Ausgangsgases mit einem CO:H₂-Verhältnis von 2:1, wie es für die Drucksynthese mit Eisen-Kontakten erforderlich ist, hat Dr. H o r b e r t zunächst die Verwendung unseres Otto-Generators vorgeschlagen. Die Einzelheiten über die erforderliche Betriebsführung sind in dem anliegenden Schreiben der Lurgi vom 16.12.1938 enthalten. Zweifelloch ist das vorgeschlagene Verfahren zu kostspielig und unständlich, um für unseren Versuchsbetrieb in Frage zu kommen.

Im Hinblick hierauf hat die Lurgi im Schreiben vom 24. 1.1939 auf diesen Vorschlag verzichtet und den in diesem Schreiben enthaltenen neuen Vorschlag gemacht, einen Kohlenoxyd-Generator zu erstellen. Es kann dann durch Mischen von Wassergas und Kohlenoxyd das gewünschte kohlenoxydreiche Gas hergestellt werden. Die Kosten des Kohlenoxyd-Generators werden von der Lurgi mit RM 2500,- angegeben. Der erforderliche Pufftrichter kann von der Lurgi bezogen werden, vorausgesetzt, dass dem Plan der Errichtung des Generators nicht getreten werden soll, wozu wir ihre Entscheidung erbitten, bleibt noch die Schwierigkeit, den erforderlichen Sauerstoff, von dem bis zu 30 cbm/Std. benötigt werden, freizugeben. Wie mir die Betriebskontrolle Ruhrchemie mitteilte, ist eine Zurverfügungstellung von Sauerstoff für unsere Versuche gegenwärtig nicht möglich.

Bis die Frage der Gasbeschaffung eine endgültige Klärung gefunden hat, kann der Eisen-Kontakt entsprechend dem Vorschlag der Lurgi vom 24.1. in zweiter Stufe mit dem Restgas eines mit Wassergas betriebenen Kobalt-Kontaktes gefahren werden. Da ein derartiger Wassergasversuch ohnehin auf unserem Versuchsprogramm vorgesehen ist, erfahren wir dadurch keine Behinderung. Allerdings ist diese Lösung für den Eisenkontakt nur als eine behelfsmässige anzusehen.

Ddr.: A,
Hg.

Durchschrift

Bark

000839

Herrn Dr. Roelen.

Betr.: Inbetriebnahme des Luxki-Eisankontakts Nr. 2.

Nach Angabe von Herrn Dr. Herbert soll der obige Kontakt folgendermaßen betrieben werden:

Ausgangsgas: $\text{CO} : \text{H}_2 = 2 : 1$

d.h. es wird ein Gas mit 60 Kohlenoxyd, 30 Wasserstoff, 10 Stickstoff verwendet. Der Versuchsdruck beträgt 10 atü, besser noch 20 atü. Der Kontakt wird auch Volumen belastet und zwar am graden Durchgang (ohne Kreislauf). Als Anfangstemperatur wird 220° gewählt. Die Temperatur kann dann verhältnismäßig rasch bis etwa 240° aufgetrieben werden. Sie wird solange gesteigert, bis eine 75%ige Aufarbeitung des Kohlenoxyds erzielt ist. Bei dieser Aufarbeitung gibt Dr. Herbert eine Ausbeute von 110 bis 120 g flüssige Produkte je obm inertenfrees Gas an.

Bar.

Ddr.: Hl,
Ldf.