

304457

Oberhausen-Holtten, den 28.9.1944  
Abtg. PL Ros/Ra.

Sekretariat 109.	
Empf. Nr. 1	1261
Date: 28.9.1944	

Herrn Prof. M a r t i n .

Jahres Tätigkeitsbericht des Versuchslaboratoriums, Mai - August 44.1. Allgemeine Arbeitsmöglichkeiten.

In der Berichtszeit wurden unsere Arbeiten durch Luftangriffe wiederholt erheblich gestört bzw. völlig zum Erliegen gebracht. Das zum Beispiel die Synthesversuche angeht, so konnten in der Zeit vom 10.6. - 17.7. keine Versuche gefahren werden. Nach drei Betriebstagen trat infolge einer Explosion auf der KW-Seite ein abermaliger Stillstand ein. Am 3.8. wurden die Versuche wieder aufgenommen, jedoch am 18.8. durch Luftangriff abermals unterbrochen.

Um diesen dauernden Störungen zu entgehen wurde am 24.8. mit der Verlagerung der Dauerversuche in das stillliegende Gaswerk Lees begonnen. Riva einseinhalf Woche später, am 3.9., konnte der erste Versuch in Lees bereits angefahren werden.

Die Schäden durch Luftangriffe in den Laboratorien sind zum Teil so erheblich, dass die in oberen Stockwerk des Baus 413 gelegenen Laborräume bis auf weiteres nicht wieder in Benutzung genommen werden können. Ferner sind unsere Schlosserwerkstatt sowie die Fräsenkane niedergebrannt.

2. Mitteldruck-Kreislauf-Synthese mit Eisenkatalysator.

Die Aufgabe, für die Kreislauf-Synthese bei Mitteldruck einen geeigneten Eisenkatalysator zum Fahren mit Wassergas herzustellen, darf als gelöst betrachtet werden. Mit dem Katalysator F 2093 haben wir beispielsweise noch nach 1000 Betriebsstunden bei 222° einen CO+H<sub>2</sub>-Gehalt von 67% erzielt, wobei die Methanbildung sehr gering war (Kv = 5%) und das Aufarbeitungsverhältnis X = 1,3 sogar noch etwas über dem des Wassergases lag. Da auch die Produkte befriedigen (grosse Menge rein weissen Paraffin), so sind alle Bedingungen erfüllt. (Katorherstellung Heckel, Synthesversuche Lenke).

3. Mitteldruck-Synthese mit Eisenkatalysator bei einfachem Gasdurchgang.

Es ist uns gelungen, auch für die Mitteldruck-Synthese mit Wassergas bei einfachem Gasdurchgang einen brauchbaren Eisenkatalysator zu entwickeln. Ein solcher Katalysator, FN 43, wurde als zweite Fällung von uns bei den Reichsamtversuchen in Schwarzhof eingesetzt und am 20.5. angefahren. Leider wurde der Versuch am 28.5. durch Feindeinwirkung unterbrochen. Während der 169 Betriebsstunden wurden aber sehr günstige Ergebnisse erzielt: 218°, U = 57%, Kv = 6%, X = 1,1.

Damit sind die von Rheinpreussen bis dahin als einzigen Teilnehmer geeigneten Ergebnisse mit günstigen Aufarbeitungsverhältnis von uns am weitesten erreicht bzw. übertroffen worden. (Katorherstellung Heckel, Synthese-Versuch Lenke).

4. Weiterentwicklung der Eisenkatalysatoren.

Katorherstellung Heckel, Synthesversuche Lenke / Hanisch).

Die Versuche zur Weiterentwicklung der Eisenkatalysatoren richteten sich darauf, das Verbrauchsverhältnis noch mehr zur Wasserbildung hin zu verschieben, sowie Katalysatoren für die Verwendung

bei Normaldruck herzustellen.

Über die Abhängigkeit des Verbraucherverhältnisses wurden systematische Versuche angestellt, wobei die Herstellungsbedingungen der Katalysatoren vielfach geändert wurden: Fällungsart (Nitrate vorgelegt), Fällungskonzentration (grössere Verdünnung), Auswaschung (Erhöhung der Waschwassermenge), Fällungsmittel (Ammonkarbonat statt fixe Alkalien), Zersetzungskontakte statt Fällungskontakte (z.B. aus Eisenoxalat). Diese Versuche waren teilweise von Erfolg, z.B. wurde ein Aufarbeitungsverhältnis von 1,6 beim Betrieb mit Synthesegas erreicht.

Von grossem Einfluss auf das Verhalten der Katalysatoren erwies sich die Art des Anfahrens. Hierbei gelang es schliesslich, die ausserhalb der Syntheseöfen bisher vorgenommene Reduktion mit Wasserstoff durch eine Vorbehandlung mit Wassergas bzw. Synthesegas in Syntheseöfen zu ersetzen. Entscheidend hierbei ist, dass man die Vorbehandlung genügend lange und mit genügend hoher Gasgeschwindigkeit durchführt (Hanisch).

Auch auf dem Gebiete der Normaldruck-Synthese mit Eisenkontakten wurden wesentliche Fortschritte erzielt. Bei mehreren über längere Zeit hindurch störungsfrei betriebenen Versuchen wurden beispielsweise bei 220° rund 60% Umsatz und 20% Methanbildung erzielt. Allerdings lag das Aufarbeitungsverhältnis nur bei 0,63. Nach Wassergasvorbehandlung wurden erzielt 62% Umsatz, 13% Methanbildung und  $X = 0,7$  (mit Wassergas).

Über die Abhängigkeit des Syntheseverlaufs von der Gasbelastung wurden folgende Zahlen erhalten (Eisenkatalysator, Wassergas 10 at):

Durchsatz Ml - Gas /Std. u. 1-Kontakt	Umsatz U	Methan- bildung Mv	Verbrauchs- verhältnis X	Ausbeute $\frac{g}{m^3}$ ber.	Ausbeute tato bei 10 m <sup>3</sup> Kontakt
100	55	12	1,10	87	2,1
150	43	9	1,16	72	2,6
175	35	13	1,16	55	2,3
200	29	8	1,18	49	2,35
300	22	6	1,22	36	2,60

5. Neue luftgekühlte Syntheseöfen (Lenke).

Einer Anregung von von Asboth folgend haben wir versucht, die Reaktionswärme mittels heisser Luft statt mittels Wasser unter Druck abzuführen. Ein erster Versuch dieser Art konnte bis zu seiner Unterbrechung durch Feindeinwirkung 117 Stunden lang bei 250 - 260° gefahren werden und ergab, dass diese Arbeitsweise grundsätzlich möglich sein wird.

6. Reaktionsmechanismus der Eisen-Synthese (Roelen/Hanisch).

Versuche mit CO<sub>2</sub>-freiem Wassergas bei normalem Druck zeigten, dass Eisenkatalysatoren auch schon bei so niedrigen Temperaturen wie rund 150° Wassergas vollständig aufarbeiten vermögen, falls die Strömungsgeschwindigkeit gering genug gewählt wird. Die Syntheserichtung scheint dabei die gleiche zu sein wie unter normalen Bedingungen.

Unter den vorgenannten Bedingungen nehmen frisch angefahren

Eisenkatalysatoren lange Zeit hindurch merkliche Mengen Kohlenstoff und Sauerstoff auf. Diese Aufnahme kann messend verfolgt werden als Differenz  $d^* = d_2 - d_1$  ( $d_2$  = Volumen des für reine Kohlenwasserstoffbildung berechneten Kohlendioxyds,  $d_1$  = Volumen des als solches gefundenen Kohlendioxyds). Zunehmend ist unter den genannten Bedingungen  $d_2$  grösser als  $d_1$ . Sobald  $d_1 = d_2$  wird, setzt die Kohlenwasserstoffbildung ein!

Es wurde ferner gefunden, dass mittels der gleichen, neuen, rechnerischen Überprüfung auch der umgekehrte Vorgang messend beobachtet werden kann, nämlich die Abgabe von Kohlendioxyd beispielsweise aus mit Kohlendioxyd getränkten Katalysatoren.

Im weiteren Verlauf unserer Versuche über die Formiattheorie konnten wir beobachten, dass Ameisensäure bei Synthesetemperatur (200 - 220°) an Eisenkatalysatoren mit grosser Geschwindigkeit quantitativ in Kohlendioxyd und Wasserstoff zerfällt, was mit der Forderung der Theorie übereinstimmt.

7. Theorie der Gasanarbeitung (Roelen).

Die Arbeiten über die Berechnung von Gasverarbeitung und Syntheseverlauf bei der Kohlenoxydhydrierung wurden abgeschlossen. Eine vierzig Seiten umfassende Abhandlung hierüber wurde vorgelegt und u.a. auch den Beteiligten an den Reichsanversuchen übermittelt. Damit ist erstmalig eine vollständige mathematische Behandlung dieses Gebiets durchgeführt worden. (Mit Jacob und Breder).

8. Methanisierung (Katorherstellung Heckel, Versuche Hanisch).

Es wurden 9,7 tba Nickelkatalysator für Methanisierungswecke hergestellt. Als Gegenmassnahme gegen Temperatursteigerungen infolge vorzeitiger Methanisierungsreaktion bereits im Zersetzer war im vorigen Bericht die Schwefelung des als Zersetzerkatalysator verwendeten Nickelkatalysators geschildert worden. Bei der praktischen Anwendung zeigte sich, dass die Schwefelung grösserer Kontaktmassen mit einer Temperatursteigerung verbunden ist, welche soweit gehen kann, dass das kalt eingeführte Wassergas vollständig methanisiert wird! Es wurde gefunden, dass diese unerwünschte Nebenreaktion dadurch vermieden werden kann, dass man den ausgetraachten Nickelkatalysator vor der Überleitung des schwefelhaltigen Wassergases vorsichtig an der Luft oxydiert. Auf diese Weise konnten inzwischen mehrere Zersetzerfüllungen störungsfrei hergestellt und in Betrieb genommen werden.

9. Herstellung von Fettsäuren (Möhner).

Im Juli konnte ein grösserer Kindsampferischer zur Verarbeitung von Vaschlaugen auf Seife mit Erfolg in Betrieb genommen werden. Damit liegt jetzt eine Arbeitsweise zur Gewinnung von Seifen aus Primärfettsäuren vor, welche sehr einfach und technisch erprobt ist. Folgende Mengen wurden erzeugt:

	StCoke	Pulverseife
Mai	1922	225 kg
Juni	2229	45 "
Juli	10316	76 "
August	10204	12 "
	24751	158 "

Aus dem Produkt OP IV der FO-Anlage konnten durch Extraktion mittels 60% Alkohol nahezu reine Fettsäuren gewonnen werden

(70% Unverseifbares).

In der Waschlage des Spaltbensins wurden Fettsäuren gewonnen, welche 85%  $C_{10}$ -Säure und 12% Säuren  $C_{11}$  und höher enthielten.

10. Weiterverarbeitung von Oxo-Produkten (Bühner).

Es wurde beobachtet, dass Aldole bei Schmelze mit den für die CO-Zahl berechneten Alkaliengen nicht die erwarteten Oxy-Säuren liefern, sondern sich statt dessen in die Komponenten aufspalten.

In vorigen Bericht konnte mitgeteilt werden, dass aus Benzinaldehyden in mehreren Arbeitsgängen u.a. mittels Alkalischmelze tiefstickende Ester gewonnen werden konnten. Es wurde nun gefunden, dass die gleichen wertvollen Produkte auf viel einfachere Weise erhalten werden können, indem man die Benzinaldehyde zunächst bei 150° und in Gegenwart von 5% NaOH nach Cannizzaro umlagert, worauf sich das erhaltene Gemisch glatt verestern lässt. Man erhielt auf diese Weise mit Ausbeuten von ca. 90% Ester mit Siedepunkten von -75 bis -50°C.

11. Neuhelferebelmassen (Roelen / Koske).

Ebenso wie andere Rüstungswerke erhielten wir die Auflage, aus Rohstoffen, welche in genügender Menge zugänglich sein müssen, Neuhelferebelmassen herzustellen, welche an Stelle von Nebelsäure verwendet werden können. Es ist uns gelungen, über die von anderen Stellen bereits mitgeteilten Vorschriften hinaus unter Verwendung von Torf sehr gut nebelnde Massen zur Erzeugung von Weissnebel herzustellen.

Für Erzeugung von Dunkelrauch wurde versuchsweise ein Bitterfelder Ofen aufgestellt, dessen Betrieb aber nicht befriedigte.

12. IsO-Synthese.

Mit den Vorbereitungen zur Durchführung der IsO-Synthese war begonnen worden. Diese Arbeiten sind nach den Luftangriffen bis auf weiteres eingestellt worden.

13. Gefahrerstellung.

In der Periodezeit wurden 1615 l ROH - Wetan zur Prüfung der Schwelligkeit von Krebstoffen zum Versand gebracht.

Rae