

Oberhausen-Holten, den 22.6.1943.
 Abtg. PL Roe/Ru.

| | |
|-------------------|--------|
| Sekretariat Abtg. | |
| Empfangs-Nr. | 236.43 |
| U.S. Nr. | 627 |
| Datum | 11/9 |

Herrn Prof. M a r t i n .

Betr.: Tätigkeitsbericht des Forschungslaboratoriums für die
 Monate April / Mai 1943.

1. Züligerschaden.

In April hatten wir infolge von Luftangriffen Ausfall des Wassergases aus. Infolgedessen waren unsere Arbeiten längere Zeit hindurch gestört.

2. Katalysatorherstellung und Kohlenwasserstoff-Synthese (Heckel).

Während des Ausfalls von Wassergas wurde ein Fe-Ti-Kontakt mit Kokereisige bei 15 atü und 220 - 225° gefahren. Trotz des grossen Wasserstoffüberschusses wurde nicht ausschliesslich Methan gebildet, sondern neben flüssigen sogar feste Kohlenwasserstoffe.

In der Berichtszeit wurden vor allem Tieftemperatur-Eisenkontakte hergestellt und erprobt. Der Einfluss der Imprägnierung wurde genau ermittelt, ebenso die Wirkung von Zusätzen wie z.B. Ier, Lantan und dergleichen.

Für die Methanisierung wurden 500 l Nickelkontakt hergestellt

3. Herstellung von Propylaldehyd (Lenke).

Die diskontinuierliche Herstellung von Propylaldehyd wurde zu einem gewissen Abschluss gebracht. Die letzten Arbeiten befassten sich vor allem mit der Entwicklung und der Inbetriebnahme eines geeigneten Filters zur Abtrennung des gebrauchten Katalysators.

Aus den im Laufe der bisherigen Versuche angefallenen Rohaldehyden wurden durch fraktionierte Destillation rund 400 l reiner Propylaldehyd gewonnen.

Über die inzwischen weitgehend festgelegte Arbeitsweise zur diskontinuierlichen Herstellung von Propylaldehyd wurde eine zusammenfassende Beschreibung angefertigt, welche in der Anlage beiliegt.

Weitere Verbesserungen der C₃-Aldehydgewinnung lassen sich, wie Versuche gezeigt haben, d.h. durch Herabsetzung der Kontaktkonzentration erreichen. Hierfür wäre jedoch eine kontinuierliche Fahrweise erforderlich. Es soll versucht werden, eine solche unter den beschränkten Betriebsverhältnissen unserer Versuchsanlage durchzuführen.

4. C₈-C₉-Synthese (Fritzsche).

Es wurden hergestellt 66 kg Alkohole C₁₃-C₁₅ und 9 kg Reinalkohol C₁₆ für Ringversuche.

5. Cetanherstellung (Fritzsche).

Es wurden 400 l Cetan hergestellt.

6. C₈-Synthese bei Mitteldruck (Jacob).

Es wurde gefunden, dass bei Anwendung von Kobalttetrakarbonyl als Katalysator bereits nach einstündiger Reaktionszeit 70% der Olefine zu Aldehyden umgesetzt werden können, obgleich der

Durchschnitt

Druck nicht mehr als 40 atü beträgt. Die erhaltenen Produkte zeichnen sich durch sehr geringe Mengen von Nebenprodukten aus.

Eine grössere Menge von festem Kobalttetrakarbonyl wurde hergestellt.

7. Herstellung von Fettsäuren und Seifen (Büchner).

Es wurde gefunden, dass unsere synthetischen Aldehyde mittels Alkalischmelze unmittelbar in Fettsäurefälsche übergeführt werden können.

Besgleichen liessen sich Aldehyde und Ester durch Alkalischmelze in Seifen überführen, wobei, falls die Bedingungen richtig gewählt werden, die Ausbeute an Karbonsäuren der theoretischen entspricht.

Acetale bleiben bei der Alkalischmelze unverändert.

Die Seifengewinnung über die Ester haben sich als eine sehr zweckmässige Arbeitsweise erwiesen, weil die Ester sehr temperaturbeständig sind und infolgedessen im Gegensatz zu den freien Fettsäuren durch Destillation ohne Zersetzung von den Kohlenwasserstoffen und den höheren Rückständen getrennt werden können.

Es wurde gefunden, dass die Veresterung von Fettsäuren mit Fettalkoholen auf einfache Weise mittels Durchleiten von Stickstoff bewirkt werden kann, wobei die Anwesenheit geringer Mengen von Säuren förderlich war.

Die Esterseifen sind die bisher besten von uns hergestellten.

8. Herstellung von Nobelmasse (Fritzsche).

Aus dem Topping-Produkt der Grossanlage liess sich in der üblichen Weise eine brauchbare Nobelmasse herstellen.

Der verlangte Übergang von Aluminium zu Zink machte die Benutzung eines Sauerstoffträgers erforderlich. Hierfür wurde Bariumnitrat als brauchbar erkannt. Zusatz von Ammonnitrat oder Kalkammonsalpeter machte die Massen bei Temperaturen von ca. 700 selbst entzündlich.

Bei dieser Gelegenheit wurde gefunden, dass Mischungen von Zinkstaub mit Kalkammonsalpeter oder mit Ammonnitrat durch Zusatz von einem Tropfen Wasser zur Entzündung gebracht werden können.

9. Methanisierung von Stadtgasen (Hanisch).

In der Anlage in Altenessen wurde eine Betriebsperiode von 1200 Stunden mit dem Methanisierungskatalysator erreicht. Damit ist die vereinbarte Betriebsdauer von 500 Stunden um mehr als das Doppelte überschritten. Während dieser Zeit hat sich die im Reaktor eingefüllte vorher bereits zur Methanisierung benutzte Nickelmasse ausgezeichnet bewährt; nach 1240 Betriebsstunden reinigte die Masse noch bis auf 0,4 g organischen Schwefel pro 100 g.

Die ausgebrauchte Aktivkohle konnte mit Wasserdampf regeneriert und wieder brauchbar gemacht werden.

10. Methanol-Synthese bei Mitteldruck (Hanisch).

Ein Kupfer-Thoriumkatalysator ergab noch nach 700 Betriebsstunden ein flüssiges Produkt, welches sich bei der Feindestillation als zu 95% aus Methanol bestehend erwies. Ein Kupfer-Thorium-Mangankatalysator ergab als bisher beste Ausbeuten bei

~~904478~~

300° und 45 atü ca. 140 - 150 cem flüssige Produkte je obm Synthesegas, bei einer Raumzeitausbeute von 20 g flüssigen Produkten je Liter Kontakt und Stunde.

11. Kohlenversuche (Roelen, Hanisch).

Es war von Interesse zu erfahren, bei welcher Temperatur die Einwirkung unserer frisch reduzierten Katalysatoren auf reines Kohlenoxyd beginnt. Sowohl der grosstechnisch hergestellte Mischkontakt als auch der Nickel-Methanisierungskontakt zerlegen reines Kohlenoxyd in Kohlendioxyd und Kohlenstoff schon von 300° ab.

12. Trocknende Öle (Freder).

Es wurden grössere Mengen des als Zwischenprodukt für die Herstellung trocknender Öle benötigten Methyl-Äthyl-Acrolein hergestellt.

Veresterung des Produktes der zweiten alkalischen Kondensation dieses Acroleins mit Karbonsäuren ergab keine Verbesserung der trocknenden Eigenschaften sondern harzartige Produkte.

Esgleichen gelang es nicht, die Trocknungsfähigkeit durch Wasserabspaltung zu erhöhen. Vielmehr wurden dünne Öle erhalten, welche überhaupt nicht mehr trockneten.

Rae

1 Anlage.

24r.1 Hg. /

Durchschrift