

7  
005598  
Oberh.-Holtum, den 14. November 1939  
RB Abt. BVA Roe/Hdm.-

Sekretariat Hg.	
Eingang:	16. 11. 1939
Lfd. Nr.:	2535
Beantw.:	/

Herrn Prof. M a r t i n .

Betr.: Tätigkeitsbericht des BV-Labors für den Monat Oktober 39.

- 1.) Gegen Ende des Berichtsmonates waren von der männlichen Belegschaft (ausser den Lehrlingen) 22 % zur Wehrmacht einberufen.
- 2.) Katorchemie (Heckel).
  - a) Die von der Katorfabrik erstmalig mit Rüstgur, statt Kieselgur 120, hergestellten Kontakte zeigten bei der Prüfung auf Kornfestigkeit und Aktivität die vorausgesagten guten Ergebnisse.
  - b) Im weiteren Verlauf der Prüfung der Katalysatoren mit Zusatz von Magnesiumsilikat zeigte sich, dass nur die Anfangsaktivität befriedigend war, dass später jedoch ein rasches Nachlassen der Wirksamkeit eintrat.  
Umgekehrt verhielten sich Katalysatoren mit Zusatz von Wasserglas. Diese zeigten gleich zu Anfang eine verminderte Aktivität, welche jedoch über einen Zeitraum von mehr als 1/2 Monaten gleichmässig hoch blieb.
  - c) Magnesium-Thorium-Mischkatalysatoren wurde Blei als Verunreinigung in der Menge von 0,1 %, 0,2 % und 0,5 %, bezogen auf Kobalt, zugesetzt. Im Verlauf von drei Monaten konnte bei diesen Katalysatoren keine Beeinträchtigung der Aktivität gegenüber dem Normal-Kontakt festgestellt werden.
- 3.) Mitteldruck-Synthese (Heckel, Schenk).
  - a) Die beiden wichtigsten Dauerversuche zur vermehrten Paraffinerzeugung liefen während des Berichtsmonates mit nahezu unveränderter Aktivität und Ausbeute weiter. Das Produkt des Kobalt-Thorium-Kontaktes enthielt wieder

durchschnittlich 53 % Paraffin, das des Kobalt-~~Mangan-~~<sup>Mangan-</sup>Kontakttes wieder 70 %, nach nunmehr rund 4 1/2 Monaten Laufzeit, bei Temperaturen von unter 180°.

- b) Die Prüfung des Lurgi-Eisenkontaktes (Wassergas-Kreislauf 1 : 2,5) erbrachte durchschnittlich 34 % Paraffin, während die Lurgi eine Paraffinbildung von über 60 % angegeben hatte.

Ein von uns hergestellter Eisenkalsium-Katalysator ergab unter sonst gleichen Bedingungen wie die des Lurgikontakttes bereits bei 10 bis 15 ° niedriger Temperatur gleich hohen Kohlenoxydumsatz, war also wesentlich aktiver (225° gegen 240° beim Lurgikontakt).

Neuerdings ist es uns gelungen, Eisenkatalysatoren von noch erheblich höherer Aktivität herzustellen. Diese beginnen ihren Umsatz bereits unterhalb von 200° und gaben bei 210° bereits 30 bis 40 % Kontraktion! Damit sind erstmalig Eisenkatalysatoren hergestellt worden, welche so wirksam sind, dass sie auch im Temperaturgebiet der Kobalt-Katalysatoren arbeiten.

#### 4.) Trockenregeneration (Hanisch).

Eine Erschwerung bei der Durchführung der TR war bisher die Notwendigkeit, die Temperatur bis zur Erreichung der Höchsttemperatur allmählich zu steigern. Es wurde nun gefunden, dass man die TR auch mit vollem Erfolg derart durchführen kann, dass man sie stufenweise durchführt, wobei die Masse nur bei zwei oder drei ganz bestimmten Temperaturen der Wasserstoffbehandlung ausgesetzt wird.

#### 5.) Chlorierung synthetischer Kohlenwasserstoffe (Frittsache).

Die Versuche zur Herstellung neuartiger raucherzeugender Massen aus chlorierten synthetischen Kohlenwasserstoffen konnten bereits in kurzer Zeit zu einem gewissen Abschluss gebracht werden. Proben dieser Massen wurden einem Sachverständigen des RLM erfolgreich vorgeführt, wobei ausgezeichnete Nebelwirkungen erzielt wurden.

005600

6.) Oxo-Synthese (Jacob).

- a) Die Herstellung höherer Alkohole aus Kracköl der Schmieröl-anlage wurde fortgesetzt. Insgesamt wurden 57 Liter enggeschnittener Fraktionen ~~zkm~~ des olefinischen Kracköls verarbeitet. An die Firma G o l d t s c h m i d t in Essen wurden ca. 10 Liter höhere Alkohole abgeliefert, darunter Alkohole C<sub>14</sub> und C<sub>15</sub> in chemisch reiner Beschaffenheit.
- b) Cyclohexen lieferte durch Anlagerung von Wassergas bzw. Wasserstoff in glatter Reaktion Hexahydrobenzaldehyd bzw. Hexahydrobenzylalkohol.

7.) Nass-Synthese (Hanisch).

Es wurde ein neues Gerät zur Durchführung der Nass-Synthese in Betrieb genommen. Der Reaktionsraum besteht aus einem senkrecht stehenden einfachen Rohr von genügender Länge. Das Gas wird am Boden dieses Rohres in die Suspension eingepresst und oben abgezogen. Die Suspension sowie der Rücklauf laufen in einem parallelen Rohr bis zur Gaseintrittsstelle zurück. Öl und Paraffin können frei von Kontakt durch eine innerhalb der umlaufenden Suspension angebrachten Filterkerze abgezogen werden. Die Anordnung ist so getroffen, dass wahlweise ohne Rücklauf gefahren werden kann sowie ferner so, dass das Reaktionswasser sorgfältig entfernt werden kann. Das Reaktionsrohr ist von umlaufendem Druckwasser umgeben, so dass die Temperaturschwankungen und Temperaturunterschiede innerhalb der Suspension nicht mehr als rund 1° betragen. Dieses einfache Gerät ermöglicht es erstmalig, unabhängig von apparativen Besonderheiten, wie Rührern usw., die Verhältnisse der Nass-Synthese in rein chemischer Hinsicht in Parallel- und Dauer-Versuchen sowie ausführlich analytisch zu studieren. Die ersten Ergebnisse in dieser Hinsicht liegen bereits vor.

Bei einer Länge des Reaktionsrohres von 6 m und einem Durchmesser von 8 cm wurden täglich rund 100 cbm Synthesegas durchgesetzt, wobei bei einem Druck von 5 atü die Kontraktion etwa 45 % betrug.

Wurde frischer Katalysator bei 185 bis 190° angefahren, so wurde trotz der Ölaufschlammung quantitativ Methan erhalten. Wurde dagegen die Temperatur langsam von unten her gesteigert, so wurde bei einem CO-Umsatz von ca. 50 % eine Verflüssigung von über 90 % (bis 98%) erzielt, wobei die Gasbelastung bezogen auf das Kobalt ein Vielfaches der normalen Trockensynthese betrug.

Die mit einem normalen Kobalt-Thorium-Magnesium-Mischkontakt erhaltenen Reaktionsprodukte bestanden bereits bei 5 atü zu etwa 45 % aus Paraffin (über 320°). Ausgehend von einem paraffinfreien Dieselöl enthielt das Aufschlammöl bereits nach 150 Betriebsstunden über 30 % Paraffin.

Erstmalig wurde bei diesen Versuchen experimentell die Löslichkeit der reagierenden Gasbestandteile im Öl untersucht. 1 kg Öl enthielt bei 5 atü und Synthesetemperatur etwa 1200 ccm Gas gelöst. Kohlenoxyd und Wasserstoff werden derart gelöst, dass ihr Mengenverhältnis im Öl stark von dem im Gas abweicht und ausserdem sehr von den Betriebsbedingungen abhängt.

8.) Analytische Abteilung (Bühner).

- a) Mittels nephelometrischer Untersuchungen wurde festgestellt, dass die Klärgeschwindigkeit von Kieselgur-Suspensionen in keiner Beziehung steht zu der Filtriersahl nach Strumpf.
- b) Aufstellung und Inbetriebnahme einer Apparatur zur Bestimmung von Halogenen und Schwefel in organischen Substanzen.

9.) Flüssige Produkte (Bühner).

- a) Für die Herstellung höherer Alkohole aus Cracköl der Schmierölanlage wurden die erforderlichen Destillationen durchgeführt:

Vorschneiden in der 800 Liter-Blase,  
Feinfraktionierung in der 8 m - Kolonne,  
Vakuumdestillation der Reaktionsprodukte über eine  
1 m - Kolonne.

- b) Eine Probe des zur Alkoholherstellung verwendeten Cracköles

aus der Schmierölanlage wurde vollständig hydriert. Danach betrug der Anilinpunkt 86, womit der Beweis erbracht ist, dass es sich um rein aliphatische Kohlenwasserstoffe und damit auch um rein aliphatische höhere Alkohole handelt.

- c) Ein Rückstandsöl von der Paraffinoxydation (Henkel) wurde näher untersucht; es enthielt im wesentlichen Ketone.
- d) Herstellung von ca. 100 Liter einer Fraktion 200 bis 230° aus Kracköl. Dieses Öl erwies sich als sehr geeignet zur Füllung unserer Mitteldrucköfen, anstelle von Wasser als Wärmeträger (hohe Reaktionstemperaturen und niedere Drücke).
- e) Herstellung von 200 Liter Dieselölfraction 160 bis 300° für Edeleann in Berlin, von 200 Liter Lösungsbenzin 150 bis 195° für Werner & Mertz in Mainz, von 1000 Liter RGH-Bezugsdieselöl für verschiedene Abnehmer.

*Ree*