

4.) Über die Tätigkeit unserer Laboratorien ist folgendes zu berichten:

Olefinerzeugung

004177

In abgelaufenen Berichtszeit konnte der erste Abschnitt des Wassergestohlauf-Dauerversuches in Ofen 10 - 4 in Topfrohren - unter Herabtreiben der Polartung mit Altorstanen des Kontaktes abgeschlossen werden. Als vorläufiges Ergebnis kann mitgeteilt werden:

Belastung		1,74
Temperatur °C		205 - 206
CO + H <sub>2</sub> O-Gehalt		65,6
Asbente an fliev. PP.		101,0 g/Hm <sup>3</sup> Nutzgas
" " " " " "		14,7 g/Hm <sup>3</sup> "
Gesamtasbente		115,4 g/Hm <sup>3</sup> Nutzgas
Olefinerzeugung		
in Bl	- 200°C	60 Vol.-%
in Bl	100 - 310°C	40 Vol.-%

In Hinblick auf die hohe Belastung des Ofens - 74 % Überlast - kann das Ergebnis aus den ersten 30 Betr.-Tagen als befriedigend bezeichnet werden.

Der Ofen läuft n.Ht. bei 1,73-facher Belastung.

Arzanzisierung (Toluol)

Dauerversuch laufen bisher 1 300 Reaktionsstunden bei praktisch konstanter Aktivität. Die Kontakte (Chromoxyd auf Aluminiumoxyd) geben bei 490°C einen Arsanzengehalt von 45 Vol.-%. Die Frage, ob Leitungswasser oder Kondensat für die Auswaschung des Aluminiumhydroxyds benutzt werden muss, wurde nochmals geprüft. Die mit Leitungswasser gewaschenen Kontakte gaben einwandfreie Aktivität. Weiterhin wurde die Frage geprüft, ob es notwendig ist, das Alkali aus dem Aluminiumhydroxyd vollkommen auszuwaschen. Die Resultate entsprechen den Erwartungen. Man kann einen gewissen Alkaligehalt mit Vorteil in Kontakt belassen, wodurch etwa 1/3 der Nachwaschanmenge gespart wird.

Hinsichtlich der Regenerierung eines ausgebrauchten Arsanzisierungs-kontaktes wurde gefunden, dass ein Aufschluss unter Kochung mit Natronlauge unter Druck glatt verläuft. Weiterhin wurde die Herstellung von Chromnitrat durch Reduktion

von Bariumdichromat in neuerer Lösung mittels Methylalkohol bzw. 10%-Ausfällung des 3-wertigen Chroms mit Ammoniak als Hydroxyd und Lössen in konzentrierter Salzsäure studiert. Labormäßig läuft das Verfahren recht glatt, das Chromhydroxyd läßt sich gut waschen, Schwefelsäure wie Alkalireaktion ist nach der Auswaschung fast Null.

Eine weitere Möglichkeit des Aufschlusses ergibt sich durch Behandeln des Kontaktes mit Schwefelsäure und Fällen mit Alkali, wobei das erst kolloid in Lösung gehende Chromoxyd durch Kochen ausgeflockt und so von Aluminium getrennt werden kann. Die Chrom-Eisen-Trennung wird noch weiter studiert.

Es wurden eine Reihe von analytischen Methoden, die als Schnellmethoden zur Betriebsüberwachung in der Soka-Anlage dienen sollen, entwickelt.

#### Benzin- und Dieselblunterausuchen

Auf Veranlassung des Betriebes wurden einige Versuche durchgeführt, ob es möglich ist, das Spaltbenzin zur Schmierölherstellung vor der Kondensation zu entsäuern. Die Versuche zeigten, dass man mit Kalziumoxyd, Feinreinigungsmasse, Natronkalk und Soda bei 100 bis 150° eine Erniedrigung der NE bis 50,01 bekommt. Die Eigenschaften des Spaltbensins haben sich im wesentlichen nicht geändert, da Juncture und VPH des n-Öls, das durch Polymerisation eines mit Feinreinigungsmasse entsäuerten Spaltbensins herstellt war, genau so hoch waren, wie mit unbehandeltem Spaltbenzin. Zur Zeit wird in Betrieb ein Ofen vorbereitet, um die Versuche in etwas größeren Maßstab durchzuführen.

#### Untersuchung der ausgeschrauchten Natronlauge

Bei der Lösung des Einsatzmaterials für die Spaltanlage fällt eine verhältnismäßig hochkonzentrierte Ablauge an, die in der letzten Zeit auch einen höheren Gehalt an unverseifbaren Bestandteilen enthält. Da die Verarbeitung dieser Ablauge bei unseren Abnehmern Schwierigkeiten macht, sind zur Zeit einige Versuche darüber im Gange, ob es nicht möglich ist, in Betrieb direkt eine Lauge zu erhalten, die möglichst keine unverseifbaren Bestandteile enthält, auch wenn die Konzentration an Fettsäuren dabei abfällt.

004180

Weiterverarbeitung von Chlorparaffinen

Es wurde geprüft, ob die Möglichkeit besteht, aus chlorierten Paraffinen direkt zu sauerstoffhaltigen Produkten, vor allen Alkoholen, zu kommen. Dazu wurde das Chlorparaffin mit festem Kaliumhydroxyd bei 150-200° mehrere Stunden verschlossen. Bei 200° konnte durch 6-stündiges Erhitzen ca. 60 % des ursprünglich vorhandenen Chlors abgewannet werden. Es wurden aber keine Alkohole erhalten, sondern nur fettsaure Säure und Olefine.

Die für unsere Arbeiten äußerst wichtige Frage, wie hoch der paraffinische Anteil in verschiedenen hoch chlorierten Paraffinen ist und die damit in Zusammenhang stehende Frage, wie der Chlorgehalt sein muss, damit kein unverändertes Paraffin mehr vorhanden ist, wurde in sehr umfangreichen Untersuchungen weitgehend geklärt. Es wurde durch Extraction und Aufstellung mit Aceton bei verschiedenen Temperaturen festgestellt, dass nach einander doch in Gegensatz zu den ersten Vorläufigen Ergebnissen unabhängig von Molverhältnis des angetesteten Materials 1 bis 1,2 Mol Chlor/Mol Paraffin notwendig sind, um alles in Chlorverbindungen überzuführen.

5.) Der Gefolgschaftszustand (eigene dt.) war im Dezember 1942

GE-Betriebe	1 792 Arbeiter
davon für die Verladung tätig	77 Arbeiter
IK-Betriebe	776 Arbeiter

ges. M a r t i n

In der Schieferanlage wurden 1 571 t Friederöl erzeugt, 1 264 t Fertigöl hergestellt und 1 062 t zum Versand gebracht. Von der Erweiterung der Anlage wurden 2 Synthese- und 2 Entchlorschieiten in Betrieb genommen. Der erhöhte Bedarf an Spaltionsin wird in Zukunft in der Spaltanlage der Hoechst-Benzin erzeugt, die von uns in der 2. Hälfte des Monats in Betrieb genommen wurde. Die Fertigöltanks haben zugenommen, da eine ausreichende Umstellung von Kesselrohren erst gegen Ende des Monats erfolgte.

4.) Über die Tätigkeit unserer Laboratorien ist folgendes zu berichten:

Herstellung trocknender Öle

Die Gewinnung trocknender Öle, ausgehend von Propylen, konnte weitgehend geklärt werden. Zunächst wurde erstmalig eine genaue Fraktionierung des aus Oxo-Synthese erhaltenden  $C_4$ -Aldehyd durchgeführt und gefunden, dass darin zu etwa  $\frac{1}{3}$  n- $C_4$ -al und zu  $\frac{2}{3}$  iso- $C_4$ -al enthalten sind. Wurden die beiden Osmereen getrennt der Aldolkondensation unterworfen und anschließend auf trocknende Öle weiter verarbeitet, so zeigte sich, dass der normale Aldehyd sehr leicht zum Aldol kondensiert und dass das daraus erhaltene Acrolein-Derivat ohne Schwierigkeit durch Säurekondensation in ein trocknendes Öl versetzt werden kann. Bei dem iso- $C_4$ -Aldehyd jedoch verläuft schon die Aldolkondensation schwieriger, während die Varrerbaspaltung zum Acrolein-Derivat auf normalen Wege nicht mehr bewerkstelligt werden kann. Wurde letzteres erzwungen, so wurden terpenartige Produkte erhalten, deren Natur noch nicht genau bekannt ist.

Entschwefeln und Methanisieren von Stadtgas

Die Anlage in Altonessen wurde mit Erfolg weiter betrieben.

Es wurde gefunden, dass als Entschwefelungskatalysator auch der für die Methansynthese benutzte Nickelkatalysator brauchbar ist und in seiner Wirksamkeit den Kupferkontakt sogar noch übertrifft. Es besteht somit die Möglichkeit, bei der Methanisierung mit nur einem einzigen Katalysator auszukommen.

Über die Möglichkeit, Kohlendioxid aus Stadtgas zu methanisieren zu können, wurde durch zahlreiche Versuche im wesentlichen Klarheit geschaffen. Gase mit mehr als 10 % Kohlendioxid bewirkten nämlich Kohlenstoffabscheidung im Nickelkontakt. Dies kann man teilweise entgegen durch Zugabe von Wasserstoff vor dem Nickelkontakt oder durch vorausgehende Konvertierung. Letztere kann zweckmäßig in dem Ofen, welcher zur Zersetzung der Schwefelverbindungen dient, vorgenommen werden.

In beiden Fällen muss, wie gefunden wurde, die Wasserstoffzugabe genau dosiert werden. Gibt man zu wenig Wasserstoff zu, so tritt Kohlenstoffabscheidung im Nickelkontakt ein. Gibt man zuviel Wasserstoff zu, so wird die Leistung des Nickelkontaktes durch den zu hohen Sauerstoffgehalt des Gases verringert.

Die optimalen Bedingungen wurden ermittelt, so dass es schließlich gelang, bei mehreren Laborversuchen Gase mit 10 - 20 % CO an einem Nickelkontakt über Betriebsperioden von rund 500 Stunden so zu methanisieren, dass das Gas 6 % und mehr Methan enthielt.

#### Aromatisierung

Eine aus Rußkohlbenzin gewonnene C<sub>7</sub>-Fraktion wurde über den normalen Kontakt aromatisiert. Das daraus gewonnene Toluol hat nach allen Daten einwandfreie Beschaffenheit.

Hervorragend bewähren sich neue Kontakte mit Alkalisubstraten, die im Laborversuch wesentlich über 90 % der theoretischen Ausbeute an Toluol ergaben und die über 4 Monate noch keinen Abfall der Aktivität zeigten. Im Zusammenhang mit der Frage der Konstruktion der großen Tokanlage bei der Esbe wurden eine Reihe von sehr technischen Problemen nachahmlich aufgegriffen unter Berücksichtigung der bislang erstellten Fortschritte im ganzen Kontaktaufbau. Außerdem wurden Materialprüfversuche durchgeführt und dabei festgestellt, dass normales Transformatorblech, mit 4 % Silizium legiert, ein Material ergibt, das selbst bei 550° und wechselnder Beanspruchung mit Benzin und Luft keinerlei Aktivierungserscheinungen zeigt.

Discussion

Es wurde festgestellt, dass obere Schichten, die mit kleinen Mengen (ca. 0,1 %) Schwefel unter Einwirkung von ca. 1 g Aluminiumchlorid bei 300° 2 Std. lang behandelt wurden, eine Alterungsbeständigkeit bekamen, die über die Alterungsbeständigkeit guter Naturblei wesentlich heraustritt.

Experimentelle

Ein nochmaliger Vergleich zwischen Feinreinigungsmasse der Ertrag (Lautensch-Basis) und der Buhrochale (Lautensch-Basis) zeigt folgendes. Bei etwa 120° reinigt die Ertragmasse, die eine höhere Porosität als die RCH-Masse besitzt, das Buhrochale bis auf unter 0,1 g org. Schwefel/100 m<sup>2</sup>, während die RCH-Masse unter den gleichen Bedingungen nur bis 50 % des eingebrachten org. Schwefels, also bis über 10 g/100 m<sup>2</sup> durchschlagen lässt. Erst bei höherer Temperatur (150°) reinigt die RCH-Masse befriedigend (90 % des org. Schwefels werden entfernt).

Allgemeines

Versuche zur Selbstentzündung von mit Syntheseprodukten getränkten Isoliertoffen ergaben für Schlackenkolle, die mit Paraffin getränkt ist, Selbstentzündung bei etwa 115°. In diese Isoliertoffe wie Glaswolle und ähnliche werden u.ä. in gleicher Weise getränkt.

9.) Der Gefolgschaftstest (eigene dt.) war im Monat November 42

CH-Betriebe	1 753 Arbeiter
davon für die Verbindung tätig	71 Arbeiter
HT-Betriebe	770 Arbeiter

ges. M a r t i n

Kinents von qualitativ unzureichenden ausländischen Arbeitskräften liegt, weitere Minderleistungen und häufige Störungen auf.

Besonders erwähnt seien Defekte an der Asche- austragung an zwei Generatoren, an der Anzennerung eines anderen Generators sowie ein Bohrerlöcher im Abhitzekessel eines weiteren Generators. Diese Gruppen mussten zur He- hebung der Schichten ausser Betrieb genommen bzw. zeitweilig mit geringerer Leistung gefahren werden. Für die beste- hende Anlage sowie für die Erweiterung ist der Kinents von Ausländern als Gasmacher nicht mehr zu umgehen.

In der Paraffinanlage wurden 90 t mit einem Schmelzpunkt unter 65°C, 403 t mit einem Schmelzpunkt über 65°C aus eigener Produktion sowie 100 t Hartwachs aus Borchovers erzeugt, insgesamt 593 t. Durch Reparaturen in der Vakuumdestillation entstand eine Minderproduktion an Fertiggas, die im November durch Mitverarbeitung des in- zwischen gestapelten Rohproduktes wieder ausgeglichen wird.

In der Schieferölanlage wurden 1 130 t Schieferöl erzeugt, 1 159 t Fertiggöl hergestellt und 1 069 t zum Versand gebracht.

4.) Über die Tätigkeit unserer Laboratorien ist folgendes zu berichten:

Olefin-synthese

In letzten Monatsbericht September 1942 wurde mitgeteilt, dass das Anfahren der Ofen unter Normal- druck und nachfolgender Umschaltung auf den Wassergaskreis- laufbetrieb unter Mitteldruck Kohlenstoffabscheidung er- gab, wenn, wie bisher, die gleichen Synthesebedingungen, wie Belastung, Temperatur und Zeit eingehalten wurden, wie dies beim Anfahren der Ofen mit Restgas im Kreislauf un- ter Mitteldruck gescheht wurden.

Aber schon das Anfahren eines Ofens mit Rest- gas unter Mitteldruck im geraden Durchgang genügt, um bei Umschaltung auf den Wassergaskreislaufbetrieb die Olefin- synthese mit gutem Ergebnis inanganzusetzen. Diese Tatsache konnte im abgelaufenen Monat mit einem in Ofen 2 durchge- führten Versuch gezeigt werden.

Der Ofen wurde 9 Tage mit Restgas KV in ge-  
radem Durchgang unter einem Gasdruck von 7 atü bei 167°C  
gefahren, sodann bei weiterem Durchgang von Restgas auf  
16°C erniedrigt, auf Wassergas in Kreislauf 1 + 3 bei  
50 % der Normalbelastung umgestellt und die Temperatur  
auf 167°C erhöht, wobei 70 % von CO+H<sub>2</sub> umgesetzt wurde.  
Es wurde daraufhin die Belastung über 1,00 auf 1,35 un-  
ter Beibehaltung des Kreislaufes 1 + 3 erhöht, wobei dann  
der Ofen in fünf Tagen das nachfolgende Durchschnitts-  
ergebnis erzielte:

Belastung	1,35
Gasdruck	7 atü
Kreislauf	1 + 3
Temperatur °C	200
CO + H <sub>2</sub> -Gehalt %	66,1
H <sub>2</sub> /CO-Verbr.-Verh.	1,99
Ausbeute an flüss. Prod.	119,7 g/Km <sup>3</sup> Restgas
Olefingehalt SFL	
in Benzol	- 200°C 69 Vol.-%
	200 - 320°C 48 "

Hierdurch dürfte bezeugt sein, dass die zu geringe Abset-  
zung des Kontaktes mit Paraffin bei Normaldruck-Restgas-  
betrieb die Ursache für den "Durchgehen" unter C-Abscheidung  
bei Umschalten auf Wassergas ist; diese C-Abscheidung kam  
allerdings erst immer bei Steigerung der Belastung von 0,50  
auf 1,00 (Normalbelastung) auf.

#### Paraffinoxidation

Die aus der Oxydation von Ha (wache schon  
seit längerer Zeit vorgesehene Oxydation des Unverseif-  
baren wurde begonnen. Es scheint so zu sein, dass die Aus-  
beute und der erreichte Oxydationsgrad sich nicht von dem  
bei normalen Hartwache zu erreichenden unterscheidet. In  
diesem Zusammenhang soll auch exakt die Fett säuremenge  
bestimmt werden, die bei der Oxydation von Paraffin auf-  
tritt und zwar in der Fern, dass eine bestimmte Paraffin-  
menge eingesetzt wird und immer wieder das Unverseifbare  
bei der nachfolgenden Charge mitverwandt wird. Die Her-  
stellung von Fettsäure OP 32 lässt sich jetzt einwandfrei  
durchführen, so dass daran gedacht werden kann, eine et-  
was größere Extraktionsapparatur zu errichten. Der ein-  
zige Uebelstand ist noch, dass die Farbe der erhaltenen  
reinen Fettsäuren noch etwas stark wechselt und zwar hängt



das anscheinend mit dem Trockenvorgang zusammen. Es wurde aber versucht, eine nachträgliche Raffination durchzuführen und zwar mit Nitroce in Anwesenheit von Nitroethylschwefelsäure. Das scheint auch zu gehen, ohne dass eine wesentliche Erhöhung der NZ und damit Verringerung der mittleren Molsahl eintritt.

Die Untersuchung von Fettsäure OP 32 durch Destillation der Methyl ester ergab, dass die niedrigste darin enthaltene Säure die  $C_{14}$ -Säure ist, dass im Seifenfett säurebereich etwa 10 % vorliegen und dass die mittlere Molsahl nicht wie aus der Säuresahl zu berechnen bei 16, sondern bei  $C_{16}$  liegt.

Gewinnt man die reine Fettsäure OP 32 aus verschiedenen hoch oxydierten Produkten, so findet man in Übereinstimmung mit unseren früheren Feststellungen, daß das mittlere Molgewicht bei Erhöhung der NZ abfällt. Oxydiert man beispielsweise nur bis zu einer NZ von ca. 30, so bekommt man ein Oxydat, das etwa 25 g Fettsäure enthält, deren NZ etwa 110 ist, entsprechend einem mittleren Molgewicht von ca.  $C_{40}$  und einen Erstarrungspunkt von  $104^{\circ}$ . Oxydiert man das Paraffin bis zu einer NZ von 113, so bekommt man reine Fettsäuren mit einem mittleren Molgewicht von etwa 26.

Man kann die gleiche Abtrennungsmethode auch auf unsere Chromsäureoxydationsprodukte und auf Luftoxydationsprodukte, wie z.B. das I.G.-Wachs P, anwenden. Auf den basischen Oxidaten mit Chromsäure werden grundsätzlich die gleichen Fettsäuren erhalten wie sie aus OP 3 zu erhalten sind, während die Fettsäuren aus dem I.G.-Wachs P sich durch eine besonders hohe Differenz zwischen NZ und VS auszeichnen.

Bei stütlichen Abtrennungen muss aber die Verseifung mit Kalilauge oder Kaliumcarbonat durchgeführt werden. Natronlauge ergibt Produkte, die sich ausserordentlich schlecht extrahieren lassen. Im Kleinversuch wurde beispielsweise 7-mal extrahiert und zwischen jeder Extraktion neu pulverisiert werden, um zu Fettsäuren der gleichen NZ zu kommen, wie sie mit Kalilauge bei einmaliger Extraktion zu erhalten sind.

Die Arbeiten über die Verwendung von OP 32 betreffen vorwiegend die Herstellung von Abschmierfetten und Emulsionsabschmierfetten.

004130

Bei den Emulsionssehlerölen wurde zunächst geprüft wie hoch versieft werden muss, um die günstigste Wirkung zu erzielen. Hierbei ergab sich ein deutliches Optimum bei einer 70 figen Versieftung. Weiterhin konnte festgestellt werden, dass die Veränderung der  $V_{50}$  des Sehleröls keine Veränderung der  $V_{50}$  des Emulsionssehleröls bewirkt. Die Untersuchungen werden aber noch weiter geführt. Bei den Abschlerfetten wurden die von anderer Seite bereits gefundenen Feststellungen bestätigt, d.h. es war mit einem 7 figen Zusatz von OP 32 möglich, Fette mit Fließ- und Tropfpunkten in der Größenordnung von  $150^{\circ}$  zu gewinnen.

Kunzliendensin

Mit dem neuen 2 m hohen vollautomatischen Feinschnittkolonnen wurde eine größere Menge Kunzliendensin in Fraktionen zerlegt und die ausgesuchten Fraktionen höher O.Z. zu einem Fliegerbensin vereinigt, das in seiner Überleckerkeit dem C<sub>7</sub>-Kraftstoffen ähnlich ist. Die Ausbeute an hochwertigen Kraftstoffen betrug ca. 35 % des eingesetzten Bensins, die Restbensine sind nach Abtrennung der Benzene und Oktane für Dieselöl und des Heptans für Tolual zur Herstellung leichten Autobensins mit einer O.Z. von 74 nach Zugabe von 0,4 cem Blei verwendbar. Überschüssig gerechnet kann man auf diese Weise aus Kunzliendensin 30 - 35 % Flugbensin und ca. 4 - 5 % Heptan, d.h. auf das gesamte Kunzliendensin übertragen, ca. 100 cem 0 Bensin und 25 cem 0 Heptan herstellen. Die Versuche wurden ohne nennenswerten Aufwand an Arbeitskräften in den automatischen Kolonnen durchgeführt, die in der LT-Anlage aufgestellt waren.

- 1.) Der Beschäftigtenstand war im Monat Oktober 1942
- |                               |                |
|-------------------------------|----------------|
| OH - Betriebe                 | 1 603 Arbeiter |
| davon für die Verladung tätig | 67 Arbeiter    |
| EF-Betriebe                   | 719 Arbeiter.  |

004167

C. Aus den Betrieben ist zu berichten:

In der Syntheseanlage wurde einschliesslich Gasol eine Produktion von 5.247 t erreicht. Die spez. Ausbeute betrug 147,1 g/m<sup>3</sup>.

Produktionseinbußen entstanden vor allen durch Gaszufälle in der Wassergasanlage, die überwiegend durch Stromzufälle (infolge Fliegerangriffe ausserhalb des Werkes) bedingt waren.

In der Wassergasanlage haben die unzureichenden Überholungsmöglichkeiten zu einer Überalterung der Generatoren und damit in zunehmendem Masse zu Störungen geführt. Mit Inbetriebnahme der neuen Aggregate Anfang 1943 ist eine Besserung dieser Verhältnisse zu erwarten, da dann im Zusammenhang mit verkürzter Betriebszeit der Generatoren eine grössere Reserve gegeben ist.

In der Paraffinanlage wurden 143 t mit einem Schmelzpunkt unter 65° und 502 t mit einem Schmelzpunkt über 65° aus eigener Produktion sowie 126 t Hartwachs aus Hoerschware erzeugt, insgesamt 771 t.

In der Bohnerölanlage wurden 869 t Öl erzeugt, 847 t Fertigöl hergestellt und 1.079 t zum Versand gebracht. Die Mindererzeugung war verursacht durch die Überholungsarbeiten in der Spaltanlage gleich zu Monatsbeginn sowie durch Ausfälle in Satchlorbetrieb infolge Korrosionsschäden.

4.) Über die Tätigkeit unserer Laboratorien ist folgendes zu berichten:

Olefin-Analysen

Die neue Olefinbestimmungsmethode durch Anlagerung von Ozon (Ozonjodzahl, OJZ) wurde auf eine Anzahl verschiedener Primärprodukte angewendet. Hierbei wurde gefunden, dass die Methode Werte ergibt, welche sehr gut mit der verbesserten Jodzahl nach Cortese übereinstimmen, sofern die Produkte keinen nennenswerten Gehalt an Alkoholen enthalten (nicht über 3 %).

Auch die Methode zur Bestimmung der endständigen Doppelbindungen (EJZ) konnte <sup>Durchschnitt</sup> inzwischen soweit durchgebildet werden.

004388

den, dass nunmehr mit der systematischen Untersuchung unserer verschiedenen Primär- und Crackprodukte begonnen werden konnte.

#### Entschwefeln und Methanisieren von Kokerdügas

Die Anlage in Altenecken wurde mit bestem Erfolg weiter betrieben. In den städtischen Gaswerken in Düsseldorf wurden Versuche über die Entschwefelung und Methanisierung des dortigen Stadtgases mit Erfolg durchgeführt. Die Entschwefelung ging sehr glatt. Die Methanisierung lieferte ein Gas von ausserordentlich hohem Heizwert (69 % Methan, über 7.000 VE). Schwierigkeiten traten auf durch Kohlenstoffabscheidung, trotzdem konnte der Versuch über rund 500 Stunden störungsfrei durchgeführt werden.

Es wurde gefunden, dass als Entschwefelungskatalysator ebenso wie unser bisheriger Kupferkontakt auch der normale Kobaltblechkontakt der Katorfabrik verwendet werden kann. Die anfängliche Umsetzung des Kohlenoxyds zu Methan oder Kohlenstoff zu verhindern, ist es zweckmässig, den Katalysator vorher mit Schwefelwasserstoff zu schwefeln, was auch im unrefinierten Zustand sowie mit unserem technischen schwefelwasserstoffhaltigen Wasser gas erfolgen kann.

#### P.O.-Versuchsanlage

Es konnten in Aluminiumgefäss entgegen den früheren Feststellungen doch Emulgatoren mit guter Emulgierwirkung hergestellt werden, wobei Unterschiede in der Art der Herstellung, z.B. Verwendung von Kaliumcarbonat und Kalilauge in fester oder gelbter Form keine prinzipielle Veränderung der Emulgatoreigenschaften erbrachten.

#### LABORVERSUCHE

Die Versuche zur Herstellung von Emulsionschmierölen wurden weiter geführt und dabei als neue wesentliche Erkenntnisse gefunden, dass die Viskosität bei der Lagerung ansteigt, aber anscheinend einen Grenzwert ausreicht. Das Verhältnis von  $V_{30}$  zu  $V_{50}$  war bei den Ölen etwa 3 zu 1 wie bei den Emulsionschmierölen der Rheinania. Einige Möglichkeiten, die Eigenschaften der Öle zu verändern, wurden bereits festgestellt. <sup>Durchschnitt</sup> gehören dazu die Temperatur der Emulgierung mit Wasser

001120

und die Durchscheidung. Weitere Punkte, wie Art des Rohöls, Verseifungsgrad, Verseifungstemperatur und Veränderung des Emulgatormsatzes werden zur Zeit geprüft.

Herstellung von Fliegerbenzin aus einem rumänischen Erdölpro-  
dukt.

Aus einem rumänischen Autobenzin konnten durch destillative Aufarbeitung die verschiedensten Produkte herausfraktioniert und diese nach Oktanzahlen zu einem Fliegerbenzin guter Qualität zusammengefasst werden. Rechnet man mit einem Gesamtanfall von 600.000 t Benzin in Rumänien, so könnte man nach diesem Verfahren rd. 200.000 t Fliegerbenzin mit einer Oktanzahl von 91 nach Zusatz von 1,2 cem Blei herstellen. Es würden sich noch annähernd 150.000 t Dieselkraftstoffkomponenten ergeben und 220.000 t bzw. 120.000 t Autobenzin verbleiben.

Das Naphthen in einer Menge von ca. 25.000 t könnte evtl. in einer Aromatisierungsanlage in hochwertiges Toluol umgewandelt werden.

5.) Der Gefolgschaftsstand war im Monat September 1942

CH.-Betriebe	1.811 Arbeiter
davon für die Verladung tätig	82 Arbeiter
KV.-Betriebe	742 Arbeiter

Ges. M a r t i n

004170

4.) Über die Tätigkeit unserer Laboratorien ist folgendes zu berichten:

Olefin-synthese (Cobalt-Kontakt)

In abgelaufenen Berichtemonat kam eine Serie der Wassergaskreislauf-Anfahrversuche zum Abschluss, womit die Fahrweise für die Synthese-Anlage nach erfolgter Umstellung festgelegt wird.

Wir haben schon früher gefunden, dass eine "schlechte" Aufarbeitung des Gases, oft schon erkannt am  $H_2:CO$ -Verbrauchsverhältnis, zu unerwünschten Reaktionen unter Bildung von Produkten führt, z.B. viel Methan, wenig Olefine und, gegebenenfalls Kohlenstoffabscheidung, die eine aussichtsreiche Olefinsynthese von vornherein infrage stellen. Die Ursache hierfür liegt in der Fahrweise (meist schon in der Anfahrweise) und in der Eigenschaft des Kontaktes.

In Erkenntnis dieser Tatsache wurde der Untersuchung der Produkte aus den ersten Betr.-Tagen, insbesondere der Weiterverarbeitung zu Schmieröl, besondere Aufmerksamkeit geschenkt. Die Ergebnisse lassen deutlich die Allgemeinregel für die Olefinsynthese erkennen, dass mit einem guten Anlaufen des Kontaktes bzw. des Ofens die anfallenden Produkte, sowie die Aufarbeitung und Ausbeute in jeder Richtung befriedigen.

Die beste Anfahrweise ist:  
Restgaskreislauf, 7 Tage lang,  
Temperaturerniedrigung bis auf  $120^{\circ}C$ ; mit Beginn des Wassergaskreislaufbetriebes bei zunächst 50 % der Normalbelastung und Steigerung der Temperatur bis 65-70 %  $CO+H_2$ -Umsatz erreicht ist, dann folgende Steigerung der Belastung über 1,0 auf 1,35 und der Temperatur bis 65 %  $CO+H_2$ -Umsatz erreicht ist; alles unter Kreislaufführung 1 + 3.

Laberversuche: Katalytische Spaltung.

Die beiden, schon im vorigen Monatsbericht erwähnten Versuchsreihen: Prüfung der natürlichen Südschwefel-

00171

takte und Fr. fang der Frage, ob bei stufenweiser Temperaturerhöhung in einem Ofen der Olefingehalt ansteigt und damit in Labor und Betrieb vollkommen gleiche Resultate erzielt werden, konnten abgeschlossen werden. Die Versuche wurden sowohl mit synthetischen Aluminiumsilikat wie mit natürlich aktivierten Bleicherden durchgeführt. Die Umwandlung ist in beiden Fällen bei Steigerung der Temperatur etwas vergrößert. Die Kohlenstoffabscheidung, bezogen auf die Umwandlung, ist vermindert. Bei höheren Temperaturen wird weniger Benzol, d.h. mehr Gas, gebildet. Vergleicht man die Resultate mit natürlichen und synthetischen Kontakt so zeigt sich, dass bei synthetischen Kontakt der Kohlenstoff niedriger liegt; die Umwandlung liegt höher. Es ist beim synthetischen Kontakt mehr  $C_2$  gebildet; der Olefingehalt der gasförmigen Bestandteile ist kleiner.

### Clarbeiten

Bei den neuen Versuchen zur Druckalterung von Ölen wurde das Japanöl 1830 mit Inhibitor selbst 20 Atm. und 180° nicht angegriffen, bei 190° zeigte sich dagegen ein merklicher Angriff. Man kann feststellen, dass eine Steigerung des Druckes wesentlich geringeren Einfluss auf die Alterungsstabilität hat als eine Steigerung der Alterungstemperatur. Der Einfluss von Schwefel in verschiedenen Zusatzformen auf die Alterung wurde studiert. In Zusammenarbeit mit Dr. Goethel wurden für die Synthese eines Flugöles von Typ SS 2010, d.h. mit einer Polhöhe von 1,55 und einer Viskosität von 9 bis 10<sup>°E</sup>, eine Reihe von Proben, die wir aus dem Betrieb bekommen hatten näher untersucht. Die Fabrikation von Phenthiasin wurde in Angriff genommen. Durch Zugabe von Schmieröl zum Schmelkuchen hat sich eine wesentliche technische Verbesserung ergeben. Die mit dem so hergestellten Phenthiasin und mit dem auch von Dr. Goethel in Betrieb gebrauchten Benzol durchgeführten Synthesen ergaben sehr alterungsstabile Öle.

004379

Entschwefelung und Methanisieren von Kokereigas.

Die erste halbtechnische Tankstellen-Methanisierungsanlage für Kokereis in Altensachsen konnte auch während der Berichtszeit störungsfrei mit bestem Erfolg weiter betrieben werden. Die ursprünglich dort eingebauten Patronenöfen wurden inzwischen durch verbesserte Hochöfen ersetzt.

In Modellversuchen wurde festgestellt, dass die Kokereisgas-Methanisierung in eisernen Röhren von 20 bzw. 30 mm  $\phi$  ohne Schwierigkeit über 1.200 Betriebsstunden ohne Kontaktwechsel durchgeführt werden kann.

Versuche im Methanisierungskontakt Nickel durch Eisen zu ersetzen, hatten bisher keinen praktisch verwertbaren Erfolg. Jagegen konnte mit Eisen-Nickelkatalysatoren bereits bei 250° eine quantitative Konvertierung von Wassergas erreicht werden.

Unsere Labordauerversuche zur Entschwefelung von Kokereisgas mittels Kupferkatalysatoren haben jetzt eine Betriebsdauer von 3.700 Stunden erreicht und erzielen dabei noch eine Reinigung bis auf 1-2 g organisch gebundenen Schwefel pro 100 cbm.

3.) Der Gefolgschaftsstand war im Monat August 1942

a) GH.-Betriebe	1.777 Arbeiter
davon für die Verladung tätig	65 Arbeiter
b) KV.-Betriebe	759 Arbeiter.

gez. H a r t z e.



004172

des Vormonats.

Neben Ausfällen seitens der Stromversorgung (RVE) und der Wassergasanlage waren die Produktionseinschränkungen wiederum durch Reparaturarbeiten zur Beseitigung von Korrosionsschäden in der Mitteldruckanlage bedingt. Trotz Einants von franz. Arbeitern an Stelle der Polen ist der Stand der Ofenentleerung in der Mitteldrucksynthese noch nicht befriedigend.

In der Wassergasanlage führten mehrere Stromausfälle — in zwei Fällen als Folge von Fliegerangriffen — sowie mechanische Störungen an einzelnen Generatoren zu Gaseinschränkungen. Da die neu eingestellten Leute einer belgischen Firma nur zum geringen Teil Fachkräfte für die bei uns vorkommenden Arbeiten sind, ist noch eine längere Einarbeitungszeit erforderlich, bevor die Überholungsarbeiten zufriedenstellend geregelt sind.

In der Paraffinfabrik wurden 258 t mit einem Schmelzpunkt unter  $65^{\circ}$  und 491 t mit einem Schmelzpunkt über  $65^{\circ}$  aus eigener Produktion, sowie erneut 123 t Hartwachs aus Hoeschware hergestellt, insgesamt 872 t.

In der Schwefelöl-Anlage wurden 869 t Öl erzeugt, 551 t Fertigöl hergestellt und 506 t zum Versand gebracht. Reparaturen und einige Schwierigkeiten in der Entchlörungsanlage führten zu einer gewissen Einschränkung des Synthesebetriebs, so dass nicht alles anfallende Spalthenzin aufgearbeitet werden konnte und die Vorräte angestiegen sind. Bei einem Luftangriff verursachte ein Flakreplier die Beschädigung von zwei Tanks, wodurch 170 t Fertigöl verloren gingen und weitere 100 t erneut aufgearbeitet werden mussten.

- 4.) Über die Tätigkeit unserer Laboratorien ist folgendes zu berichten:

Paraffinuntersuchungen

Die Raffinationsversuche mit Riesenparaffin wurden erneut aufgenommen und einige bemerkenswerte Ergebnisse erzielt. Während das unbehandelte, als Destillations-

Zustand angefallene Hartparaffin s.T. schwer raffinierbar war und insbesondere mit Tonsilmenken von bis zu 25 % noch nicht rein weiss erhalten werden konnte, war es möglich durch eine Vorbehandlung, die mit sehr geringen Verlusten verbunden ist, die nachfolgende Tonsilbehandlung zu erleichtern. Die Vorbehandlung konnte s.B. mit 50 %iger Schwefelsäure vorgenommen werden.

Einige Untersuchungen über die Entflammbarkeit von paraffinetränkter Schlackenvolle zeigten, dass es außerordentlich schwierig ist, die im Betrieb beobachtete Entzündung im Labormaßstab zu reproduzieren. Nach den Laborergebnissen dürfte die Entzündung von paraffinetränktem Isolationsmaterial ohne Fremdzündung erst bei Temperaturen von oberhalb 300° eintreten. Ob bei den betrieblich festgestellten Entzündungen elektrische Entladungseine Rolle spielen, kann nicht entschieden werden.

#### Ölherstellung

Es wurden eine Reihe von Ölsynthesen mit Gasöl aus der Lubanlage durchgeführt, das 65 % Olefine enthält. Es wurden gerechnet auf das eingesetzte Gasöl, 32 % Öl gegeben mit einer Viskosität von 16° E und einer Polhöhe von 1,7. Es tritt eine außerordentlich heftige Reaktion ein, die einen Temperaturanstieg bis auf 80 - 90° trotz verhältnismässig intensiver Kühlung bedingt. Nicht studiert wurde die Möglichkeit, Phenthsin aus Diäthylalanin und Schwefel in der Synthese herzustellen. Die wirksame Inhibitor bildet sich nach bisher vorliegenden Versuchen nur, wenn sehr hohe Synthesetemperaturen angewendet werden. Es wurde ein technisch brauchbares Verfahren für die Herstellung von Phenthsin entwickelt, das die bisher bei der Herstellung des Inhibitors beobachteten Schwierigkeiten umgeht. In einer längeren Reihe wurde nochmals die Frage geprüft, ob eine Neutralisierung des Benzins nach der Vorbehandlung eine Verbesserung bringt. Die Versuche ergeben eine wirkliche Überlegenheit der neutralisierten Benzine, so dass die Neutralisierung für den Betrieb zu empfehlen ist. Zwei Borsch-Benzine, und zwar auf Synthesegas und auf Wassergasstromlauf gefahren, wurden auf ihre Eignung zur Öl-

synthese untersucht. In Übereinstimmung mit den halb-  
technischen Versuchen ergab sich nur das zum Wasserdampf  
verzestete Gas als brauchbar.

Drucksynthese

Es wurde ein Versuch durchgeführt zur Klärung der  
Frage, ob Synthesen mit unlaufendem Wasserdampf von  
10 bis 20 Atm. Druck zu k hien sind, wenn Wasserdampf  
und Synthesegas in Gleichstrom durch den Ofen gehen.  
Bei einer dem Druckofen entsprechenden Ofenkonstruktion  
konnte in Gleichstrom einwandfrei 70 % Umsetzung erreicht  
werden ohne wesentliche Methanbildung, im Gegenstrom  
 dagegen schlug die Synthese bei ca. 50 % Umsetzung  
 schon zur Methanbildung um. Nach diesen Versuchen be-  
 steht die Möglichkeit, beispielsweise Eisenerkatzsyn-  
 thesen in normalen Drucköfen zu fahren, die statt mit  
 Wasser mit unlaufendem Dampf gekühlt werden, wobei der  
 Dampf seine Wärme in der Regel an einen Ruthspeicher  
 abgeben kann. Es scheint auch durchaus möglich, best-  
 hende technische Anlagen unterrechtend umzubauen. Ob-  
 wohl die Versuche so durchgeführt wurden, dass sie  
 vermehrt technisch wehrschonlich einwandfrei auf Groß-  
 versuche übertragbar sind, wäre bei Interesse für diese  
 Art des Arbeitens doch noch eine halbtechnische Erpro-  
 bung empfehlenswert. Es sind noch einige abschließende  
 Versuche in Vorbereitung.

4.) Der Gefolgschaftstand vor im Monat Juli 1942:

Ch-Betriebe	1 773 Arbeiter
davon für die Verladung tätig	36 " "
IS-Betriebe	765 Arbeiter
und Arbeiter an den fahrd. Anlagen	316 " "

gez. M e r t i n

Im Winter nach die Zeit der Extraktion seit Ende des Monats  
wieder durch Hydrirungen ersetzt worden.

In der Fenschelverarbeitung konnten die Montagearbeiten in  
einer bedeutenden Form auch an der Fraktionierungseinrichtung prak-  
tisch zu integrieren und ein Teil bereits in Betrieb ge-  
nommen werden.

In der Fenschelverarbeitung wurden 136 t mit einem Schmelz-  
punkt unter  $65^{\circ}$  und 435 t mit einem Schmelzpunkt über  $65^{\circ}$   
aus eigener Produktion erzeugt, insgesamt 571 t.

In der Fenschelverarbeitung wurden 1.163 t Öl erzeugt, 1.134 t  
abgegeben, hergestellt und 1.000 t zum Versand gebracht.

6.) Die praktische Tätigkeit unserer Laboratorien ist folgendes zu be-  
zeichnen:

Zum Abschluss der Vergleichsversuche zwischen Kontakten  
auf Lautensbasis und aus Luzurnbas wurde auch bei den auf der  
Fabrikstelle hergestellten Kontakten eine bessere Reinigungs-  
wirkung der Kontakte auf Lautensbasis festgestellt. Eben-  
falls eine Feinreinigungswirkung der Erzeugnisse der hier aus  
Lautensbasis hergestellten Kontakte bei  $180^{\circ}$  eine wesentlich bes-  
sere Wirksamkeit. Während nach einer gewissen Vorlaufzeit  
der Erzeugnisse die Schmelze bei dieser Temperatur auf 0,3 g ge-  
schmolzen war und der Schmelzschmelzstoff unter 0,01 g blieb,  
schmolz der Luzurnbas-Kontakt nach der gleichen Zeit bereits  
einen Nachdruck von über 7 g organischen Schwefel. Erst bei  
Temperaturen über  $250^{\circ}$  trat die Reinigungswirkung des Luzurn-  
bas-Kontaktes ein und näherte sich derjenigen des Lautensbas-  
kontaktes. Die Überlegenheit der Feinreinigungskontakte auf  
Lautensbasis dürfte damit einwandfrei bewiesen sein.

Aufbereitung:

In abgelaufenen Berichtsmonat wurden weitere Versuchs-  
aufbereitungsverfahren durchgeführt. Zeitgleiche Öfen, 10  
und 15, mit den gleichen Kontakten gefüllt, wurden der glei-  
chen Vorbehandlung durch das Anfahren mit Reaktionsgas in Kreis-  
lauf unterzogen und nach 7 Betr.-Tagen auf Wassergas in  
Kreislauf umgestellt. Gegenüber den früheren Wassergas-  
aufbereitungsverfahren wurde hier zum Vorzug erhalten auf Wassergas  
die Temperatur bei Reaktionsgasbetrieb bis auf  $170^{\circ}$  C.  
gesenkt.

Durchschnitt

Spezial wurde bei der Umstellung auf den Wasser-gekühlten Auf-  
trieb zunächst mit 50% der Nennleistung gefahren, in der  
weiteren Zeit hat sich in der Leistung so erhöht, die schließlich  
auf die 100%ige Leistung erreicht war. Hierbei wurde der  
Auftrieb erst dann auf die nächst höhere Leistung gebracht,  
wenn durch die in der Vorperiode der CO<sub>2</sub>-Gehalt von 65 % er-  
reicht war.

Die Ergebnisse der vorst. Versuchsreihe sind in folgender Tabelle

Leistung	1,33
Temperatur	200° C
Leistung	1 + 2,6
CO <sub>2</sub> -Gehalt	67 %
Leistungsanfang	117 / 25 <sup>3</sup> Watt/h (CO <sub>2</sub> )

Ergebnisse

Im Versuchsbetrieb - 200° C - 67 Vol.-%

• Leistung 200 - 200° C 48 %

Der Verlauf dieser Versuche in den letzten 10 Betr.-Wochen  
lässt erkennen, dass die in der einmal vorerwähnten Mitteilung mit  
100% Leistung im Wasser-/Kocherofen, die zu fahren möglich sein wird.

Spezial wurde bei der Umstellung auf den Wassergesteinslauf-  
betrieb sofort mit dreifacher Leistung gefahren und erreichte  
bei 200° C den Gehalt von 65 %. Wenn auch Ausbauten und Erneue-  
ren der Vorläufe nicht so gut sind, wie bei den vorherbeschriebenen  
Versuchen in den 10, so kann eben diese Tatsache schon wegen der  
Möglichkeit, mit einer so geringen hohen Leistung aufzu-  
fahren, die sekundäre Leistung von Kontakt + Anfahrbedingung be-  
rechnet werden.

Aus den vielen Anfahrversuchen in den letzten Monaten und  
den hier beschriebenen kann man nun sagen, dass man durch die  
Anfahrbedingung "geringe Leistung in Anfang und dann Steigerung  
der Leistung" ein sicheres Mittel an die Hand gegeben hat, die  
Wassergesteinslaufanlage in Gang zu bringen.

Katalysator- und Methanisierungs-Anlage von Kokereize

Die Methanisierungs-Anlage für einen Durchsatz von rund 150 t/h ist im Laufe des Monats Juni in der Vorrichtung zunächst in Holztube-Probefläche aufgestellt und in Betrieb genommen. Die Versuche liefen erfolgreich, wobei einige operative Änderungen vorgenommen wurden.

Durch wurde die Anlage nach Ausräumen überführt, so die Anlage am 22.6. beendet war. Nach Einfüllung der Katalysator-Boxen konnte am 24.6. erstmalig an einer Constantstelle eine Methanisierung in Betrieb genommen werden. Seitdem läuft dort die Anlage störungsfrei und versorgt die dort befindlichen Kräfteanlagen mit einem Gas, welches frei ist von Kohlendioxid, Kohlenoxyd, Schwefel und Wasser, und dessen Heizwert von 4.500 auf 6.000 Btu erhöht wurde.

Es wurden auch weitere Arbeiten für die Oxo-Synthese, die Herstellung von Propylaldehyd für eine Spezialpropylaldehydherstellung sowie für die Synthese von trocknenden Ölen als Isobutylchlorid etc.

5.) Der besagte Istzustand war im Monat Juni 1942:

a) A.-Betriebe	1.702 Arbeiter
b) A.-Betriebe	57 Arbeiter
c) A.-Betriebe	772 Arbeiter.

Dr. Martin

9. Aus den Betrieben ist zu berichten:

In der Veresskesselanlage führten verschiedene mechanische Störungen insbesondere ein Bohreraden an einem Abhitzeessel sowie ein Magerer, durch Luftangriffe ausserhalb des Werkes verursachter Stromausfall zu Gas einschränkungen. Instandsetzungsarbeiten in der Ascheaufbereitungsanlage ergaben verschiedentlich Betriebsstörungen. Der La Mont Dampfkessel fiel infolge Störung in der Stromversorgung mehrere Male aus.

Trotz dieser Schwierigkeiten ergab sich in der Synthesanlage einschliesslich Gasol eine Produktion von 5.298 t entsprechend einer spez. Ausbeute von  $142,6 \text{ g/Km}^3$  Reaktionsgas. Von den Gasausfällungen wurde lediglich die Formaldehydsynthese betroffen. Die Mitteldecksynthese leidet nach wie vor unter dem durch Arbeitermangel, bzw. minderwertigen Arbeitspersonal, bedingten schleppenden Gang der Ofenentleerungen.

In der Paraffinfabrik wurden 401 t mit einem Schmelzpunkt unter  $65^\circ$  und 406 t mit einem Schmelzpunkt über  $65^\circ$  aus eigener Produktion erzeugt, insgesamt 807 t. Die Hoechst-Produktion geht zunehmend reiblos an das Hydrierwerk Fulda.

In der Schmierölanlage wurden 1.110 t Öl erzeugt, an Fertigöl 990 t hergestellt und 1.113 t zum Versand gebracht.

4.) Über die Tätigkeit unserer Laboratorien ist folgendes zu berichten:

Formaldehyd

In dem früher mitgeteilten Olefinsynthese-Versuch unter Acetylenzusatz zum Synthesegas ( $\text{CO} + \text{H}_2 = 58 \%$ ,  $\text{C}_2\text{H}_2 = 3 \%$ ,  $\text{H}_2/\text{CO} = 1,5$ ) kann nun nach Abschluss der Untersuchung der Produkte noch ergänzend folgendes mitgeteilt werden:

Die Oktanzahl des Benzoldestillats bis  $200^\circ\text{C}$  lag vor dem Acetylenzusatz bei 50 - 55, d.h. um 10 Punkte höher als normal, stieg aber dann bei Aufgabe des Acetylen bis auf 74 OZ an.

Die geringe Schmierölausbeute und die hohe VPH aus beiden Versuchsschritten, d.h. mit und ohne Zusatz von Acetylen, lassen in Verbindung mit der hohen Oktanzahl des Benzoldestillats unter Berücksichtigung der immerhin hohen Olefingehalte auf eine bestimmte Struktur der Olefine schliessen - Isomerie.

Die Untersuchung der Produkte gestattet eine Acetylenbilanz aufzustellen:

Entsprechend dem CO-Umsatz hätten aus der CO-Hydrierung 73,1 kg Primärprodukte entstehen müssen.

Die aufgegebenen Acetylenmenge betrug in der gleichen Zeit 112,1 kg d.h. das 1,5-fache von dem, was an Primärprodukten durch die CO-Hydrierung gebildet wurde.

Das eingegebene Acetylen wurde neben der CO-Hydrierung restlos polymerisiert bzw. hydriert. Nebenwerte Iso-Gasolkohlenwasserstoffe entstanden nicht.

Das aufgegebenen Acetylen wurde verarbeitet zu

$C_2H_6$	19,7 %
$C_3H_8$	10,9 %
$C_4H_{10}$	0,1 %
$10C_4H_{10}$	0,9 %
$C_2H_4$	3,1 %
$C_3H_6$	10,5 %
$C_4H_8$	8,6 %
$10C_4H_8$	2,1 %
flüssig. PP ( $C_5$ u. Höhere)	44,1 %

Der Gehalt an sauerstoffhaltigen Produkten in den flüssigen PP betrug 3 - 4 %; es handelt sich hierbei hauptsächlich um Aldehyde und Ketone. Säuren, Ester und Alkohole waren nur in Spuren vorhanden und betragen zusammen weniger als 1 % der gesamten flüssigen Produkte.

Die mittels Äther herausgebrachten wasserlöslichen Produkte betragen 37 g/l Reaktionswasser und sind so etwa das 3-fache von dem, was normalerweise bei der Synthese gefunden wird.

### Polymerisation

Der Dauer Versuch über Polykontakt aus Sterobenzol und 94%iger Phosphorsäure ohne Trocknung wurde nach 1.170 Stunden abgebrochen. Bis zu dieser Zeit hatte der Kontakt 1.660 l Polybenzol geliefert. Die Umwandlung betrug zum Schluss 70 % des Einsatzolefins.

Das Anfahren der Poly-Anlagen bei der Deurag in Hannover und bei Krupp in Vame-Nickel wurde von uns überwacht. Unser Polykontakt benötigt eine etwa 25° höhere Temperatur als der Original-UPO-Kontakt bei geringolefinischen Produkten. So zeigt der Original-



Kontakt bei  $140^{\circ} = 50$ , bei  $170^{\circ} = 80$  und bei  $200^{\circ} = 90\%$ ige Polymerisation, während unser Kontakt, der härter ist und weniger zum Verkacken neigt, bei  $140^{\circ} = 20$ , bei  $170^{\circ} = 40$  und bei  $200^{\circ} = 60 - 65\%$ ige Polymerisation gibt. Man sieht, dass die Werte des Ipatieff-Kontaktes bei etwa  $25^{\circ}$  C höheren Temperaturen erreicht werden. Beim Anfahren der Grossanlagen musste eine sehr vorsichtige Wärmewirtschaft getrieben werden, um das Anfahren zu erreichen. Bei der Deurag wurde noch kein endgültiges Anfahren erreicht, da die Poly-Anlage aus betrieblichen Gründen im Anfahren wieder abgesetzt werden musste. Bei den ungünstigen Dampfverhältnissen auf der Deurag machte hier das Anfahren einige Schwierigkeiten, wenn auch der ganze Verlauf so war, dass die Temperatur anstieg und bei längerer Durchführung voraussichtlich die Anlage gut in Betrieb gekommen wäre. Bei den besseren Dampfverhältnissen von Krupp gelang das Anfahren verhältnismässig einfach.

#### Alkoholversuche

Mit 65 % Propylengehalt in Gegensatz zu den in vorigen Monatsbericht berichteten 90 % Propylengehalt wurde bei 75%iger Schwefelsäure, unabhängig davon, ob die Anfangstemperatur 20, 60 oder  $80^{\circ}$  betrug, für 65%ige Anfarbeitung 40 Minuten Rührzeit festgestellt. Nach 20 Minuten wurden 50 %, nach 30 Min. 75 % und nach 40 Min. 85 % Umsetzung gefunden. Das Molverhältnis Schwefelsäure: Propylen war 1:1. Die Polybenzinsbildung blieb immer unter 5 %. Bei 65 %iger Säure wurde ein deutlicher Einfluss der Temperatur bemerkbar. Bei einer Stunde Rührdauer wurden bei  $40^{\circ} = 35$  %, bei  $60^{\circ} = 75$  % und bei  $80 - 90^{\circ} = 80$  % der Olefine umgesetzt. Bei 10%iger Schwefelsäure war trotz Molverhältnis 2:1 auch bei zweistündiger Rührdauer bei  $60^{\circ}$  nur 40 % Anfarbeitung erreichbar.

#### Schwefelversuche

Mit Primärmaterial aus der Druckversuchsanlage wurden 7 Versuchssynthesen durchgeführt. Eine Reihe von Synthesen wurden unter Zusatz von Schwefel und Diphenylamin durchgeführt. Die entstehenden Öle hatten guten Kupfertest sowie hohe Sauerstoffbeständigkeit. Geruch, N.I. und V.I. waren auch in Ordnung. Auch der Zusatz von Schwefel in Form von Schwefelchlorür bei der Synthese ergab bei  $140^{\circ}$  C gute alterungsbeständige Öle, während bei  $160^{\circ}$  das Öl die Alterung nicht mehr aushielt. In der kontinuierlichen Katalytischbehandlungsapparatur wurde Benzol mit variierenden Mengen Katalysator behandelt. Die Verringerung der Menge von

004325

10 : 10 auf 10 : 2,5 Öl : Zinkchlorid ergab noch keine Änderung der CS-Zahlen. Weiterhin wurde die Anarbeitung der Alkoholschicht durch Wasserdüchse näher studiert.

Die Frage der Herstellung von Heissdampfzylinderöl aus Eisenkontaktbenzinen, die für Frankreich interessant ist, wurde geprüft, indem das Ausgangsprodukt in mehrere Fraktionen unterteilt polymerisiert wurde. Die Versuche geben einen Überblick über die mögliche Ausbeute.

3.) Der Gefolgschaftszustand war im Monat Mai 1948:

a) CH.-Betriebe	1.758 Arbeiter
davon für die Verladung tätig	63 Arbeiter
b) K.V.-Betriebe	604 Arbeiter

ges. H a r t i n

004182

In der Synthese ergab sich einschl. Gasol eine Produktion von 5.298 t entsprechend einer spez. Ausbeute von  $144,6 \text{ g/Nm}^3$  Nutgas.

Durch Störungen in der Wassergasanlage und verschiedentliche Spannungseinbrüche in Netz waren kurzfristige Gaseinschränkungen in beiden Synthesenanlagen bedingt. Korrosionsschäden machten verschiedentlich Reparaturen an der Kondensationsanlage der 3. Synthesestufe erforderlich. Die Ofenentleerungen leiden sehr unter dem Mangel an Arbeitskräften, der auch durch stärkeren Einsatz von polnischen Strafgefangenen nur unzureichend behoben werden konnte.

In der Paraffinfabrik wurden 450 t mit einem Schmelzpunkt unter  $65^\circ$  und 489 t mit einem Schmelzpunkt über  $65^\circ$  aus eigener Produktion und 125 t Hartwachs für Hoesch erzeugt, insgesamt 1.064 t.

In der Schmierölfabrik wurden 897 t Schmieröl erzeugt, an Fertiger 885 t hergestellt und 877 t zum Versand gebracht. Die nach den Brandschäden im Februar und durch die Erzeugung von Sonderdieselmotorkraftstoff für die Luftwaffe eingetretenen Verhältnisse in der Fraktionierungsanlage haben zu einer Verschlechterung der Siedelage des Spalteinsatzmaterials und zu einer Verminderung der Spalteinsatzmengen geführt. Hierdurch wurde die Schmierölproduktion beeinträchtigt.

4.) Über die Tätigkeit unserer Laboratorien ist folgendes zu berichten:

Normaldruck

Der Normaldrucksyntheserversuch zur Erzeugung olefinreicher Produkte in einem typgerechten Lamellenofen bei Einsatz eines Frischgases mit einem Nutgasgehalt ( $\text{CO}+\text{H}_2$ ) von rund 58 % und einem  $\text{H}_2/\text{CO}$ -Verhältnis von rd. 1,5 wurde nach 750 Betriebsstunden durch eine Zwischenbelegung des Kontaktes mit  $\text{H}_2$   $\text{N}_2$  bei  $200^\circ\text{C}$  für 48 Stunden unterbrochen, die einen bestimmten Erfolg hatte:

In den letzten 3 Tagen vor der Hydrierung betrug bei einer Temperatur von  $197^\circ\text{C}$  der  $\text{CO}+\text{H}_2$ -Umsatz im Tage 448  $\text{Nm}^3$ , wohingegen in den ersten 3 Tagen nach der Hydrierung bei einer Temperatur von nur  $191^\circ\text{C}$  der  $\text{CO}+\text{H}_2$ -Umsatz 473  $\text{Nm}^3$  im Tage war.

Es konnte bei diesem Versuch sowohl beim Anfahren als auch beim Wiederanfahren nach der Zwischenbelegung festgestellt werden, dass der Olefingehalt in den flüssigen Produkten zu-nehmend niedriger liegt und erst im Verlauf von etwa 6 Tagen entgegen unseren früheren Beobachtungen aus der Mitteldrucksynthese ansteigt, um dann in einer bestimmten Höhe zu verbleiben.

### Massenbilanz

Über den weiteren Verlauf von Ofen 14a - 4,5 m Drucklamellenofen - ist zu sagen, dass die notwendiggewordene Temperaturerhöhung von 251 auf 257° C nach 97 Betriebstagen ohne Erfolg war. Der zuletzt bis auf 65 % abgefallene CO+H<sub>2</sub>-Umsatz konnte zwar wieder auf 72 % geholt werden, jedoch stieg hierdurch wesentlich nur die Methanbildung bei gleichzeitiger starker Verschiebung der Siedelage des Gesamtproduktes zum Benzol. Die Massnahme dieser Temperaturerhöhung war somit im Hinblick auf Ausbeute und Charakter der Produkte nur von Nachteil. Wir können jetzt nach Abschluss der Untersuchungen der flüssigen Produkte ein umfassendes Bild über die ersten 80 Betriebe dieses Ofens mitteilen (einstufig):

Temperatur	konstant	251° C
Belastung		normal
Gasdruck		20 atü
Kreislauf		1 + 2,5
CO + H <sub>2</sub> -Umsatz		72,3 %
CO + H <sub>2</sub> -Verfl.-Grad analyt.		55,7 %
<u>Ausbeute an flüss. PP</u>		
g/Nm <sup>3</sup> Nutzas (CO+H <sub>2</sub> )		114
<u>Ausbeute an Gasol</u>		
g/Nm <sup>3</sup> Nutzas (CO+H <sub>2</sub> )		13
<u>Gesamtausbeute</u> g/Nm <sup>3</sup> Nutzas (CO+H <sub>2</sub> )		127
H <sub>2</sub> /CO-Verbr.-Verh.		1,25
CH <sub>4</sub> bez. auf CO-Umsatz		9,4 %

### Siedelage des Gesamtproduktes:

Gasol (C <sub>3</sub> +C <sub>4</sub> )		10 Gew.-%
Benzol	-200° C	35 "
Öl	200-320° C	16 "
Wachparaffin	320-460° C	19 "
Hartparaffin oberh.	460° C	20 "

Ges. Paraffin oberh.	320° C	39 Gew.-%
Tafelparaffin aus der Fraktion	320-460 ° C	3,5 "

### Alkoholverseifung

Zur Klärung der Frage "Absorption und Verseifung von hocholefinischen, d.h. ca. 90 %igen,  $C_3$ -Fraktionen aus der katalytischen Cracking" wurden eine Reihe von Versuchen durchgeführt, die bisher folgendes ergaben:

- a) Voraussichtlich wird für die Absorption eine 65 %ige Schwefelsäure bei Zimmertemperatur genügen. Man kann also die Hochkonzentrierung der Schwefelsäure sparen.
- b) Die Temperatur steigt von 25 - 30° auf 65 - 70°, der Druck von 14 auf 28 - 30 atü.
- c) Die Reaktionszeit beträgt höchstens 40 Minuten, die Umsetzung der Olefine beträgt bis 95 %.
- d) Die Polytenzinsbildung schwankt zwischen 1 bis 2 %.
- e) Man kommt mit einem Molverhältnis von 0,65  $H_2SO_4$  auf 1-  $C_3H_6$  aus. Es muss also schon eine intermolekulare Verseifung der iso-Propylester zu Alkohol stattfinden.

f) Die Verseifung in einer einfachen Wasserdampfdestillation ergab über 90 % Ausbeute. Die Produkte der einzelnen Fraktionen wurden getrennt abgenommen und aus Brechungsindex und Dichte der  $H_2O$ -Gehalt bestimmt. Da beide Kurven eine exakte Übereinstimmung gaben, ist gleichzeitig die Anwesenheit von Äther in diesen Fraktionen ausgeschlossen. Nur die 1. Fraktion fällt aus den Rahmen. Die Ätherbildung beträgt hiernach unter 5 %.

### Verfestigung von Bensen

In Zusammenarbeit mit Herrn Dr. Fuardo wurde eine systematische Reihe durchgeführt, um die Wirkung der Einzelverfestigungskomponenten zu erkennen. Hier zeigt sich eindeutig der Überlegens Effekt des Fuardo'schen Gemisches. Beim Auspressen mit einer gewöhnlichen Fruchtresse erhält man beim ersten Gang schon 60 % des Bensen in flüssiger Form. Die Verdunstungskurven der Bensenkuchen werden auf ihre Abgabe an Wasser und Bensen näher untersucht.

004170

Neben den laufenden Überwachungsuntersuchungen der Gaserzeugung, Gasaufbereitung, der Synthese und der Gasolgewinnung wurden folgende Versuche und Untersuchungen durchgeführt.

#### Gasreinigung

Vergleichsversuche mit Massen der Brabag Schwarzhöhe mit 67 % Porosität und unserer Feinreinigungsmasse mit 50 % Porosität zeigten, dass mit Wassergas (ca. 20 g org. Schwefel/100 m<sup>3</sup>) bei Temperaturen unter 150° nur kurzfristige Reinigungserfolge erzielt werden konnten. Die Brabagmasse zeigte bei 100 bis 130° erg. Schwefel Durchbrüche von 0,35 bis 0,22 g, während bei gleicher Belastung und Temperatur unsere Feinreinigungsmassen 0,40 und 0,32 g org. Schwefel unersetzt liess.

Auch im weiteren Verlauf der Temperatursteigerung zeigte die Brabagmasse nur Schwefelgehalte von unter 0,05 g/100 m<sup>3</sup> im Reingas, während mit unserer Masse nur Reinheitswerte von 0,1 bis 0,2 g erzielt wurden. Diese Versuche werden bei 250° und hohen Temperaturen fortgesetzt.

Da die gute Reinigungswirkung der Brabagmassen anscheinend weniger auf die Herstellungsart als auf die Verwendung von Lantamasse anstelle von Loxmasse zurückzuführen ist, wurden Versuche mit unter gleichen Bedingungen hergestellten Massen auf Lox- und Lantamasse-Grundlage angestellt. Die Porosität der Lanta-Feinreinigungsmassen beträgt 64,4 %, die der Lox-Feinreinigungsmasse 57,8 %. Schon jetzt kann gesagt werden, dass die erstere Masse im Temperaturbereich von 180 bis 250° der Loxmasse überlegen ist. Diese Versuche laufen noch weiter.

Weiter wurden erneute Vergleichsversuche über den Einfluss der Korngrösse bei normaler Feinreinigungsmasse mit den Korngrössen 1 - 3 und 7 - 8 mm begonnen.

#### Katzenolie

##### a) Fe-Kontakte

Für Verbilligung der Fe-Kontaktherstellung wurde die Fällung mit einem Gemisch aus K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> und Ca(OH)<sub>2</sub> an Stelle der KOH versucht. Es zeigte sich, dass nun bei Einhaltung eines bestimmten Verhältnisses von Pottasche zu Ätskalk Kontakte guter Wirksamkeit erhalten werden können. Ob die Produkteinzusammensetzung durch diese Fällweise geändert wird, wird noch

001157

Eine grössere Versuchsserie zur Überprüfung der verschiedenen Reduktionsbedingungen ergab bei druckloser Prüfung erneut, dass die  $H_2$ -Reduktion bei  $300^\circ$  den anderen Reduktionsarten mindestens gleichwertig, wenn nicht überlegen ist. Als Vergleichsreduktionen wurden herangezogen: direkte Anfahrt mit Wassergas, Reduktion mit Wassergas, Veroxyddation mit Luft und anschliessende Reduktion mit Wassergas oder Wasserstoff.

Co-Kontakte

Die Untersuchungen über den Einfluss der Röstgur auf die Aktivität des Co-Kontaktes wurden fortgesetzt mit besonderer Berücksichtigung der Vergasung bei der Synthese.

Eine Überprüfung des Einflusses der Alkalität bei der Co-Fällung bestätigte die bereits früher bekannte Feststellung, dass die Aktivität entsprechend der Fällung - schwach alkalisch-neutral - schwach sauer - abnimmt. 10 g normaler Kontakt mit  $H_2O$  ausgekocht verbrauchen 7 - 8  $cm^3 \frac{H_2}{10}$  HCl. Bei einem Verbrauch von 3 - 4  $cm^3 \frac{H_2}{10}$  HCl ist eine deutliche Aktivitätsminderung erkennbar.

Ni-Kontakte

Für die geplante Methanisierung wurde halbertechnisch die erforderliche Ni-Kontaktmenge fertiggestellt, einschliesslich der benötigten Reserve, nämlich 500 l.

Mitteldruck-Synthese

Die Druckprüfung des mit 100 % nachgelegter Kieselgur hergestellten paraffinbildenden Fe-Kontaktes erbrachte ein besonders interessantes Ergebnis. Es zeigte sich eine in der Eisen-Synthese bis jetzt noch nicht erreichte Verschiebung des Aufarbeitungsverhältnisses nach der Seite des  $H_2$ -Verbrauches. Diese Verschiebung wird deutlich bei folgender Gegenüberstellung:

Kieselguraugabe:	100 % vorgelegt:	100 % nachgelegt:
CO zu $CO_2$ umgesetzt	32 %	25 %
CO zu $CH_4$ "	5 %	11 %
Vertragsverhältnis $CO:H_2$	1:1,1	1:1,5
Verhältnis		
Flüssige Produkte : gebildeten Wasser	1:0,77	1:1,08

Die Prüfung der Kontakte mit gemischten Trägern macht immer deutlicher, dass hier ein neues Gebiet mit vielfachen Möglichkeiten eröffnet wurde. Die ausserordentliche Änderungsmöglichkeit z.B. hinsichtlich der Produkte geht aus den folgenden Zahlen hervor, die unter gleichen Füllungs- und Synthesebedingungen gewonnen wurden:

Träger:	Kieselgur:	Kieselgur und Permutit:
Benzin - 200°	23 %	78 %
Ol 200° - 320°	20 %	15 %
Paraffin > 320°	55 %	7 %

#### Erschwern und Methanisieren von Kokereigas

Die beiden ersten Kupfermischkontakte sind jetzt bereits 3.500 Stunden lang ununterbrochen in Betrieb und reinigen noch bis auf 0,7 - 1,5 g S/100 cbm.

Ein nur aus Kupfer und Kieselgur bestehender Katalysator reinigt noch nach einer Betriebsdauer von über 2.000 Stunden unverändert gut bis auf weniger als 0,5 g S/100 cbm (ausgetretete Schicht).

Unreduziert angewendete Kupfermischkontakte scheinen weniger gut zu reinigen.

Ein normaler Kupfermischkontakt, welcher nur mit der dreifachen Beanspruchung (bzw. auf die Benzol-Synthese) gefahren wird, reinigt noch nach 800 Betriebsstunden bis auf 0,1 g S/100 cbm.

In einem halbertechnischen Methanisierungsversuch wurde erstmalig eine Betriebsdauer von 1.000 Stunden bei dem Nickelkontakt erreicht. Hierbei wurde der Kupferkontakt mit der 10fachen und der Nickelkontakt (3 mm Padonkorn) mit der 16fachen Beanspruchung gefahren.

#### Verschiedene Versuche

Ein neuartiges Syntheseprodukt von Hoersch wurde genau analysiert und zeigte einen hohen Gehalt an CO-Gruppen. Diese liessen sich nur teilweise zu Säuren oxydieren, dagegen vollständig zu Alkoholen.



004130

### Oxo-Synthese

Es wurden hergestellt 676 kg Rohaldehyde und Rohalkohole. Abgeliefert wurden ferner 63 kg reine Einzelalkohole der Molekülgrößen C<sub>7</sub> - C<sub>11</sub>.

Die Versuche über die Regeneration des Propylaldehyd-Kontaktes durch Behandeln mit Wasserstoff bei höherer Temperatur wurden mit bestem Erfolg fortgeführt.

Die Haltwerte-Lebensdauer eines regenerierten Kontaktes liegt mit etwa 6 Stunden grössenordnungsmässig ebenso günstig wie die frischer Kontakte.

### Herstellung von Alkylnitrat

Es wurden grössere Mengen von hochsündwilligen Treibstoffen aus exakten Primär-Produkten durch Nitrieren hergestellt.

Der Gefolgeschäftsstand war im Monat April:

a) alte KCH-Betriebe	1.769 Arbeiter
davon für die Verladung tätig	70 Arbeiter
b) K.V.-Betriebe	814 Arbeiter

ges. M a r t i n

Über die Tätigkeit der Laboratorien ist folgendes zu berichten:

In Gegensatz zur Literatur wurde gefunden, dass Granosil als Spaltkatalysator durch kurzzeitige Temperung bei  $900^{\circ}$  in seiner Aktivität in keiner Weise geschädigt wird; nach der Literatur soll es seine Aktivität zu über 90 % verlieren. Dagegen wurde gleichfalls in Gegensatz zur Literatur bei synthetischen Kontakten ein Abfall der Aktivität auf etwa die Hälfte gefunden. Eine Versuchsreihe, in der Kontakte aus Aluminiumoxyd mit verschiedenen  $SiO_2$ -Gehalt untersucht werden, wurde begonnen.

#### Verfestigung von Benzol

In Zusammenarbeit mit Herrn Dr. Fuardo wurde eine systematische Reihe ausgearbeitet, um die Wirkung der Einzelkomponenten, die Dr. Fuardo zur Zumischung gebraucht, genau zu studieren.

#### Entbleiung von Benzol

Auf Veranlassung des O.K.H. sollen Versuche zur Entbleiung von Benzol durchgeführt werden. Es wurde mit einer Reihe von Handversuchen begonnen, die auch schon einen gewissen Erfolg hatten.

#### Regenerierung von Aromatisierungskontakt

Der Bedarfsaufschluss des Kontaktes zeigt keine besonderen Schwierigkeiten. Der Angriff auf das Bioromal scheint sehr gering zu sein, jedenfalls bedeutend geringer als der Angriff auf Nickel. Die Trennung der Aluminatlösung vom Chromoxyd geht glatt beim Absentrifugieren. Das  $Al_2O_3$ , aus der Lösung wieder ausgefällt, hat die übliche von uns auspräparierte Konsistenz. Das Chromoxyd hat einen Reinigungsgrad von 77 %  $Cr_2O_3$  23 %  $Al_2O_3$ . Der Aufschluss mit Salpetersäure geht langsam. Es wird an der Herstellung einer grösseren Menge regenerierten Material gearbeitet.

#### Aromatisierung

Die zurzeit laufenden Dauerversuche ergaben nach einem gewissen Abfall der Spitzenaktivität nunmehr konstante Ergebnisse. Die Kontakte mit 10 % Chromoxydgehalt sind anscheinend etwas weniger aktiv als die mit 20 %.

Analytisches

Die Oxydation von Olefinen zu Carbonsäuren ist praktisch abgeschlossen.. Ein Bericht befindet sich in Vorbereitung.

Die kolorimetrische Analyse von Kobalt und Kobalt-Kontakten sowie Lösungen mit geringem Co-Gehalt wurde auf ihre Brauchbarkeit für die speziellen Zwecke des Kobaltüberwachungs-Laboratoriums geprüft. Es scheint möglich zu sein, hier in gewissen Umfang durch Einführung der kolorimetrischen Methode Arbeit zu sparen.

Die selektive Hydrierjodzahl wurde weiter durchgebildet als Vergleichsmethode zu den Jodzahlmethoden.

Versuche

Die Dauer-versuch-Verbehandlung von Kreislaufbenzin 60-200°C über Aluminiumhydroxyd wurde während des ganzen Monats in 3 Schichten durchgeführt. Die Versuche waren absolut befriedigend. Die OH-Zahl lag unter 0,5, die Ölausbeuten auch am Ende der Fahrperiode zum Teil noch bei 56-58 %, jedenfalls ganz unverändert hoch. Die Polhöhe betrug zwischen 1,67 und 1,62. Sie wurde mit der Alterung des Kontaktes eher besser als schlechter. In ganzen leistete der Kontakt bisher pro kg Kontakt 1,320 l Benzin. Die Temperatur betrug ca. 290°C.

Die Frage der Herstellung von Winteröl wurde aufgenommen. Ein Betriebsöl wurde in grösseren Masstabe in der Lurgi-Anlage in 4 verschiedene Destillatfraktionen und in einen Rückstand zerlegt. Gleichzeitig wurde dasselbe Öl in der Molekulardestillation zerlegt, um so einen Vergleich zwischen dem Arbeiten der Lurgi-Destillation und der Molekular-Destillation zu gewinnen. Andere Öle wurden sodann im Laboratorium hergestellt und zur Molekulardestillation gegeben, um die für die zukünftige Ölplanung notwendigen Vorstudien zu erledigen.

Olefinerthese

Die Möglichkeit zur Erzeugung von olefinreichen Produkten in der Niederdrucksynthese wurde in einem typgerechten Normaldruck-Lamellenofen geprüft.

Das verwendete Synthesegas hatte einen Nutsgasgehalt (CO+H<sub>2</sub>) von 57,2 %, das H<sub>2</sub>/CO-Verhältnis lag bei 1,5.

Der Ofen wurde zunächst mit einem Restgas, das rd. 75 %

inerte Bestandteile enthielt, angefahren und nach 148 Betr.-Stunden auf Sygas II ( $\text{CO} + \text{H}_2 = 55 - 60 \%$ ) umgestellt und brachte bis zur 749. Betr. Stunde folgendes Ergebnis:

Belastung	1,45 auf Vol.	
Gasdruck	1.200 mm WS	
Temperatur	191 - 197,4°C im $\phi$ 196°C	
Sygas II <sup>*)</sup>	Restgas	
CO	22,8 %	17,8 %
H <sub>2</sub>	34,4 %	18,5 %
Kontraktion	29,5 %	
CO + H <sub>2</sub> -Umsatz	55,4 %	
<u>Ausbeute</u>		
an flüss. PP	78,2 g/Nm <sup>3</sup>	Nutzgas (CO+H <sub>2</sub> )
" Gasol	23,0 g/Nm <sup>3</sup>	" "
<u>Siedefläche</u> der flüss. PP		<u>Olefine SPL</u>
B1	- 200°C	68 Gew.%
C1	200-320°C	23 "
Paraffin oberh.	320°C	9 "
		53,6 Vol.%
		22,5 "

<sup>\*)</sup>Die Sygaszusammensetzung wurde durch Mischen von Restgas RB, ND-Synthesegas und Wassergas erreicht.

### Eisensynthese

Ofen 14a- Druckkammerofen von 4,5 m Länge - wurde, wie zuvor, bei gleichbleibender Temperatur von 251°C mit Wassergas im Kreislauf 1 + 2,5 gefahren und brachte in der Zeit von 61. - 80. Betr.-Tag folgendes Ergebnis:

Belastung	normal
Gasdruck	20 atü
Kreislauf	1 + 2,5
CO + H <sub>2</sub> -Umsatz	72 %
CO + H <sub>2</sub> -Verfl.-Grad analyt.	52 %
Ausbeute an flüss. PP	
g/Nm <sup>3</sup> Nutzgas (CO+H <sub>2</sub> )	103
H <sub>2</sub> /CO-Verdr.-Verh.	1,25
CH <sub>4</sub> bes. auf CO-Umsatz	13 %

Der Gefolgschaftsstand betrug im Monat März 1942  
1.769 Arbeiter, davon für die Vorladung tätig 65 Arbeiter.  
gez. H a g e m a n n

Ausser den erwähnten Gasausfällen im RWE-Netz entstanden in der Vannergasanlage zeitweise Schwierigkeiten durch die schwankende Kokskorngrösse der Lieferungen von Scholven. Die Überholungsarbeiten an den Generatoren leiden zunehmend unter dem Mangel an genügend geeigneten Facharbeitern.

In der Berginveredlung konnten besondere Massnahmen getroffen werden, um in Zukunft einen den Qualitätsanforderungen des RHM entsprechenden und von uns entwickelten Flugdieselmotorkraftstoff herzustellen, mit dessen Versand gegen Monatsende begonnen werden konnte.

In der Paraffinfabrik wurden 389 t Produkt mit einem Schmelzpunkt unter  $65^{\circ}$  und 428 t mit einem Schmelzpunkt über  $65^{\circ}$  aus eigener Produktion und 241 t Hartwachs für Hoesch erzeugt, insgesamt 1.057. Die Anlieferungen von Hoesch sind infolge Abweigung grösserer Mengen an Pöhlitz beträchtlich zurückgegangen.

In der Schmierölfabrik wurden 1.024 t Schmieröl erzeugt, an Fertigöl 1.198 t hergestellt und 1.252 t zum Versand gebracht.

Über die Tätigkeit unserer Laboratorien ist folgendes zu berichten:

#### Paraffinoxidation

Im Monat März wurden 1.997 kg Hartparaffin in die Oxydation eingesetzt und daraus 1.486 kg OP 3 = 93 % Ausbeute erhalten.

Die Farbe der erhaltenen Oxydationsprodukte ist fast weiss, da nunmehr mit einwandfreien Auswasch- und Trockengefässen gearbeitet wird.

Eine neue Versuchsreihe wurde begonnen und dabei Paraffingatsch der Paraffinanlage als Einsatzmaterial benutzt. Es handelt sich hier um das gleiche Material was in Witten zur Herstellung von Seifenfettäuren herangezogen wird. Unter den üblichen Bedingungen wurde mit einer Ausbeute von 86 % ein Material erhalten, dessen NZ bei 75 und VZ bei 96 lag. Es scheint möglich, durch genaue Überwachung des Waschprozesses und evtl. Zusatz grösserer Mengen Kochsalz, beim Auswaschen die Ausbeute wesentlich zu erhöhen, da bei einzelnen Waschwasserproben durch starken Kochsalzzusatz solche Mengen an Oxydationsprodukt ausgesalzen werden konnten, so dass sich eine Ausbeuteerhöhung auf die Gesamtmenge bezogen von 6 - 10 % ergab.

004162

### Herstellung von Alkoholen aus Fettsäuren

Zur Herstellung von Alkoholen wurde sowohl OP 3 als auch die daraus hergestellten reinen Fettsäuren mit Natrium in Benzindlösung reduziert. Vor der Reduktion wurden die entsprechenden Athylester hergestellt. Nach anfänglichen Schwierigkeiten ging die Reduktion glatt und es wurden Alkohole erhalten, die eine mittlere C-Zahl von etwa 27 aufwiesen. Sowohl der paraffinhaltige, als auch der reine Alkohol waren zur Herstellung von Emulsionen in verhältnismässig geringen Konzentrationen brauchbar.

### Vergleichsversuche

Die Vergleichsversuche zwischen normaler Feinreinigungsmasse, einer Masse auf Natriumbicarbonatbasis und der hochporösen Masse von Brabag-Schwarzhelde, haben auch mit unserem Wassergas, d.h. auch mit hohem organischen Schwefelgehalt (15-25 g/100 m<sup>3</sup>) bei Temperaturen von 180° bis 300° den günstigen Einfluss der hohen Porosität gezeigt.

Die Versuche zeigen, dass die hochporöse Masse der Brabag-Schwarzhelde bei Temperaturen von 180 bis 275° ein etwas besseres Reinigungsergebnis aufweist als die anderen Massen, doch werden diese Vorteile durch das geringere Schüttgewicht und die unzulängliche Kornhärte bei weitem ausgeglichen.

Ein Betrieb bei extrem niedrigen Temperaturen ist bei schwefelreichem Wassergas ebenfalls nicht durchzuführen.

### Kohlmann-Masse

Eine Kohlmann-Masse, die im Grossbetrieb schon eine normale Fahrzeit von rund 2 Jahren hinter sich hatte, wurde von Kohlmann regeneriert, d.h. neu gefornt. Ein Laborversuch zeigte, dass diese Masse erst bei der Temperatur voll zur Wirksamkeit kommt, bei der sie auch während der ersten Fahrperiode gearbeitet hat. Bei 450° wurden nur 67 % CO-Umsatz erreicht, während bei 500° der CO-Umsatz über 85 % lag.

Der Gefolgschaftstand war im Monat März 1942 821 Arbeiter.

001161

10 - 20 mm erzeugt.

Der Produktionsausfall wurde in der Hauptsache durch grössere Störungen an den Mischern hervorgerufen, wobei zeitweise ein Trockner völlig ausfiel. Eine weitere Einschränkung trat vorübergehend durch Mangel an Bedienungsmannschaft ein, der durch eine ungewöhnlich hohe Krankheitsziffer bedingt war.

Über die Tätigkeit der Laboratorien ist folgendes zu berichten:

#### Cogasinverbehandlung

Die Vorbehandlung mit Aluminiumhydroxyd, die nötig ist, um die sauerstoffhaltigen Verbindungen im Cogasin vor der Kondensation mit Aluminiumchlorid zu beseitigen, wurde insofern vereinfacht, als es sich herausstellte, dass der Kontakt in Dauerversuch ein Woche und länger gefahren werden kann, ohne dass er ausgebrannt werden muss. Nach dem Ausbrennen ist ein vorsichtiges Anfahren notwendig, da der Kontakt in Anfang zur Isomerisierung neigt. Später kann der Kontakt bei 320° gefahren werden praktisch ohne jede Isomerisierung. Es stellte sich heraus, dass zumindest bei Benzinen, die von Anfang an eine nicht sehr hohe Neutralisationszahl hatten, eine Nachneutralisation nach der Vorbehandlung unnötig ist.

#### Zinkchloridverbehandlung

Die Vorbehandlung mit Zinkchlorid wurde gleichfalls weitergeführt und auch hier die Frage, ob Nachneutralisieren nötig ist oder nicht, geprüft. Auch hier erwies sie sich als unnötig. Bei Dauerversuchen erkennt man, dass die Zinkchlorid-Kaltbehandlung in der Polhöhe etwas bessere Öle gibt als die Aluminiumhydroxyd-Behandlung. Eine Reihe von Versuchen zur Klärung der Frage, ob die Herstellung eines Brightstecks, wie er von RLM verlangt wird, möglich ist, wurden aufgenommen.

#### Einwirkensschwefeln und Methanisieren von Kokereigas

Der von uns entwickelte neue Kupferkontakt zur Zersetzung der organischen Schwefelverbindungen erwies sich als

001166

wirksam, dass keiner dieser Katalysatoren bisher eine Regeneration nötig hatte. Die längste Betriebsdauer beträgt bisher 2100 Stunden ohne Nachlassen der Aktivität.

### Oxid-Synthese

Nachdem die Ergebnisse zur Erzeugung von Propylaldehyd mit Kobaltkarbonyl als Katalysatoren keine durchschlagenden Vorteile gegenüber den Arbeiten mit festen Katalysatoren gebracht hatten, wurde zur Anwendung neuer Kobaltkatalysatoren übergegangen, nämlich zu trägerfreien Kobalt-Thorium-Kontakten. Hiermit wurden die günstigsten Versuchsbedingungen ermittelt. Das beste Temperaturgebiet lag zwischen 115 und 125°.

Ein derartiger Kontakt konnte durch Behandeln mit Wasserstoff bei 250° bisher dreimal regeneriert und dabei auf seine alte Leistungsfähigkeit gebracht werden.

Versuche in einem unserer beiden 120 l-Öfen zeigten, dass es ohne weiteres möglich ist, dass Äthylen vollständig aufzuarbeiten, ohne dass erschwerende Versuchsbedingungen angewendet werden müssen

### Herstellung von Alkylnitraten

Es wurden Nitrats verschiedener Alkohole hergestellt und auf ihre Zündwilligkeit im Dieselpetrol untersucht. Ferner wurden Nitrats von Isolen und Schmierölkohlen hergestellt.

Der Gefolgschaftsstand betrug im Monat Februar 1942 1.764 Arbeiter, davon für die Verladung tätig 60 Arbeiter.

gez. M a r t i n



09/196

Über die Tätigkeit der Laboratorien ist folgendes zu berichten:

Olefinoxydation

In Ofen 10, ein 4 m Doppelrohröfen wurde der Dauerversuch mit Wassergas im Kreislauf bei 7 atm. aufgenommen, wobei die Belastung anfänglich hoch gehalten und dann im weiteren Verlauf des Versuches gesenkt wird, um so nach 6 Monaten Laufzeit auf eine mittlere Belastung von 1.140 Nm<sup>3</sup> Wassergas / Ofen R B und Stunde zu kommen

Der Ofen wurde nicht wie bisher mit Restgas RE, sondern sofort bei hoher Belastung mit Wassergas im Kreislauf angefahren, wobei unter vorsichtiger Steigerung der Temperatur nach 33 Betr. Tdn. der gewünschte CO-H<sub>2</sub>-Umsatz von 65 % erreicht war.

206 Betr.Tdn. lief der Ofen störungsfrei durch und zeigte in Hinblick auf die Produktenqualität ein vollbefriedigendes Ergebnis:

So betrug z. B. der Olefingehalt SPL im Kondensatillat - 200°C = 73 Vol. % u. im Glicentillat 200°C - 320°C = 52 %

Dieser hohe Olefingehalt erklärt sich durch die anfänglich bei einem frischen Kobalt ohnehin stärkere Olefinbildung, die naturgemäss unter Anwendung von Wassergas vom ersten Betriebstage an noch um so stärker sein muss. Es ist jedoch bei uns seit langen bekannt, dass dieser hohe Olefingehalt nur in den ersten Betriebstagen gehalten werden kann und mit Alterwerden des Kontaktes abfällt, um dann nach etwa 3 Wochen einen hinreichend konstanten Wert anzunehmen.

Maschinenhege

Ofen 14a - Druckkathodensofen von 4,5 m Länge - wurde mit seiner 3. Pullung bis heute (35. Betr. Tag) bei gleichbleibender Temperatur von 251°C mit Wassergas im Kreislauf gefahren und zeigte in dieser Zeit folgendes Bild:

Belastung	normal
Druck	20 atm
Kreislauf	1 + 2,5
CO + H <sub>2</sub> -Ums.	71 %
CO + H <sub>2</sub> -Verfl.-Grad an.	37,4 %

Ausbeute an flüchtig PP	
2/300-Mittelmann (CO+H <sub>2</sub> )	120 g dazu 8-10 g Gasol,
H <sub>2</sub> CO - Verbrauchsvorh.	1,25
CH <sub>4</sub> bez. auf CO-Umsatz	7-8 %

Temperatur, Umsatz und Ausbeute sind über 34 Tage unverändert geblieben, der anfänglich besonders hohe Paraffingehalt ist langsam abgesunken.

Str.-Tag Gew.-% Paraffin oberhalb 320° C  
v. Gesamtflüssigprodukt -----

001193

10.	64
17.	61
24.	56
32.	49

### Methanisierung von Kokereigas

Um Kokereigas mittels Nickelkontakt methanisieren zu können, wurden zahlreiche Versuche zur vorherigen Entschwefelung des Gases durchgeführt. Diese Versuche waren bis vor kurzem erfolglos. Neerdings ist es nun gelungen, mittels neuartiger Kupfer-Fällungskatalysatoren Kokereigas im Dauerbetrieb genügend weitgehend zu entschwefeln. Damit konnte die Aufgabe der Methanisierung grundsätzlich als gelöst betrachtet und im halbtechnischen Masstab in Angriff genommen werden.

Die nachfolgend beschriebenen Versuche über die Entschwefelung von Kokereigas litten stark unter Schwefelwasserstoff-Durchbrüchen in unseren Ausgangsgas, das infolge Alters der Reinigungsstation oft nicht frei von Schwefelwasserstoff war. Wir haben z.B. 38 - 165 g Gesamt-Schwefel in 100 m<sup>3</sup> festgestellt.

Unser neuer Cu-Al-Fgr-Kator zur Zersetzung von organischen Schwefelverbindungen konnte in mehreren Versuchen bereits über 1.000 bzw. 1.300 Betriebsstunden gebracht werden, ohne dass ein Nachlassen der sehr guten katalytischen Wirksamkeit beobachtet wurde. Die Reinigung erfolgt bis auf weniger als 0,5 g Schwefel in 100 m<sup>3</sup>.

Es wurde ferner durch Beladen unseres Kokereigases mit Cyanwasserstoff festgestellt, dass die Behandlung mit unserem Cu-Kontakt gleichzeitig auch 93 - 97 % des vorhandenen Cyanwasserstoffs zersetzt; ein Umstand, welcher für die Anwendung dieser Reinigung in Freilgas-Anlagen von entscheidender Bedeutung ist. Auch ein halbtechnischer Versuch konnte mit seiner Reinigungsstufe bereits störungslos über mehr als 1.500 Stunden gebracht werden. Die daran angegeschlossene Methanisierung mittels Ni-Kontakt ergab bei der ersten Pullung eine Lebensdauer von

rund 600 Stunden und bei der zweiten Pullung rund 500 Stunden. Massnahmen zur Verlängerung der Lebensdauer der Ni-Stufe sind in Gange.

Ein Teil des halttechnisch gereinigten Kokereisgases wurde abgeleitet und bei 6 atü über einen normalen Co-Kat. geschickt. Es zeigt sich, dass unter diesen Bedingungen bei relativ hoher Belastung flüssige Produkte in einer, bezogen auf das vorhandene Kohlenoxyd, guten Ausbeute erhalten werden können, welche jedoch zu über 90 % aus gesättigten Benz. ein besteht.

### Co-Synthese

Ausgehend von Äthylen.

Besondere Versuche wurden über die Regenerierbarkeit des Katalysators gemacht. Es wurde festgestellt, dass der Reaktionswert des Kobaltkatalysators auch nach mehrstündigen Fahrten mit Wasserstoff-Äthylengemischen nicht absinkt, dass aber trotzdem die katalytische Wirksamkeit zur Durchführung der Co-Synthese beeinträchtigt ist und dass diese auch durch eine einfache Wasserstoffbehandlung bei 180° nicht auf ihre alte Höhe gebracht werden kann, dagegen bei höherer Temperatur.

Mittels Karbonyl als Katalysator.

Die Herstellung von Propylaldehyd aus Äthylengemischen mittels einer Lösung von Kobalt-Karbonyl als Katalysator in hydrierendem Benzol ergibt in halttechnischen Massenstab grössenordnungsweisig die gleiche Ausbeute wie die Anwendung von festen Katalysatoren.

Ausgehend von höheren Olefinen.

Es wurden 252 kg Koh-Fettalkohole hergestellt.

Ausgehend von Äthylengemischen.

Nach mehreren Vorversuchen konnte schliesslich die Herstellung von Propylaldehyd in kontinuierlicher Fahrweise mittels Karbonyl-Lösung als Katalysator in einem 10-stündigen Dauerversuch mit Ausbeuten verwirklicht werden, welche grössenordnungsweisig ebenso gut lagen, wie die besten der früher mit festen Katalysatoren erhaltenen Werte. Bei der Kontraktion von 80 % wurden rund 50 % des Äthylens in C<sub>3</sub>-al umgewandelt.

000100

Herstellung von Kohlenkarbonyl.

Modellversuche mit verschiedenen Gasmischungen.

Halbtechnische Erzeugung.

Als günstigste Temperatur wurde 130 - 140° ermittelt. Bei höheren Temperaturen geht die Ausbeute zurück.

Herstellung hochauswilliger Dieseltreibstoffe.

Hochauswillige Dieseltreibstoffe lassen sich aus unseren synthetischen Dieseln durch Nitrierung herstellen. Man kann sowohl die olefinhaltigen Öle unmittelbar nitrieren als auch nach vorausgegangener Überführung der Olefine in Alkohole mittels Oxo-Synthese. Es wurde weiter gefunden, dass diese Nitrierung nicht nur mit rauchender Salpetersäure, sondern auch mit Salpeter-Schwefelsäure durchgeführt werden kann. Die Nitrierung von alkoholisiertem Dieseln mit Nitriersäure verläuft sehr glatt. Unser normales Dieseln liefert durch direkte Nitrierung einen Dieseltreibstoff mit der Cetanzahl rund 170, nach vorausgegangener Alkoholisierung jedoch Cetanzahlen von 200 - 300. Die Cetanzahlen der reinen Alkylnitrate liegen bei 400 - 500.

Der Gefolgschaftsstand betrug im Monat Januar 1942 1.764 Arbeiter, davon für die Verladung tätig 69 Arbeiter.

gez. M a r t i n

004230

durch den wieder zunehmenden Mangel an Facharbeitern nicht programmässig vor sich gehen kann. Um nur den allernotwendigsten Ersatz für Eingesogene und Kranke für den Betrieb zu beschaffen, mussten aus anderen Anlagen die letzten noch verfügbaren männlichen Arbeitskräfte herausgesogen werden.

Die Asphaltenaufbereitungsanlage konnte aus Mangel an Bedienungspersonal nicht betrieben werden, so dass weiterhin täglich etwa 30 t Rückgewinnungskoks ausfallen.

In der Synthese-Anlage ergab sich einschliesslich Gasol eine Produktion von 5.078 t, entsprechend eines spez. Ausbeute von  $140 \text{ g/m}^3$  Nutzgas. Die Verminderung ist durch die genannten Störungen bedingt.

In der Paraffin-Fabrik wurden 250 t Produkte mit einem Schmelzpunkt unter  $65^\circ$  und 325 t mit einem Schmelzpunkt über  $65^\circ$  aus eigener Produktion und 404 t Hartwachs für Miesch erzeugt, insgesamt 979 t. Von Miesch wurden 470 t Rohprodukt angeliefert.

Störungen teilweise durch Frost in der Vakuumdestillation verminderten die Erzeugung.

In der Schmierölfabrik wurden 1.052 t Schmieröl erzeugt, an Fertigöl 936 t hergestellt und 746 t zum Versand gebracht.

Über die Tätigkeit unserer Laboratorien ist folgendes zu berichten:

#### Hochtemperaturraffination von Benzin

In Rahmen der Untersuchungen über verschiedene Kontaktstoffe wurde nochmals die Veränderung der Oktanzahl bei Steigerung der Temperaturen auf über  $300^\circ$  geprüft. Dabei zeigte sich wieder, wie schon bei früheren Untersuchungen, dass oberhalb  $300^\circ$  eine erhebliche Gasbildung einsetzt. Bei  $400^\circ$  z. B. 5 %,  $450^\circ$  7 %, während die Oktanzahl zwar bis  $400^\circ$  noch ansteigt, dann aber wieder abfällt. Z.B. beträgt die Oktanzahl für ein bestimmtes Benzin bei  $300^\circ$  71,6 und bei  $400^\circ$  74,5 und bei  $450^\circ$  72. Diese Beobachtung wurde für verschiedene Kontaktstoffe gemacht.

Die Produktion der P.O.-Versuchsanlage betrug im Januar 1.500 kg Oxydationsprodukt die aus insgesamt 1.650 kg Pa-

004201

raffin hergestellt wurden.

Aus den vorhandenen Oxydationsprodukten wurden insgesamt 1.216,5 kg Emulgator hergestellt. Die Ausbeute bei der Emulgatorherstellung betrug 98 %.

Bisher sind bei den Versuchen stets 15 l Nitrosylschwefelsäure auf 75 kg Produkt eingesetzt worden. Einige Versuche, die mit geringeren Mengen durchgeführt wurden, ergaben noch kein abschliessendes Bild. Es ist aber anscheinend möglich, die Menge noch weiter zu reduzieren. Weitere Versuche hierüber sind noch geplant.

Die beiden letzten Versuche wurden mit rohem Hartparaffin durchgeführt, wobei das gleiche helle Produkt erhalten wurde wie mit raffinierten. Die Versuche werden noch fortgesetzt, doch ist es sehr wahrscheinlich, dass man nicht nur mit raffinierten sondern auch mit rohem Hartparaffin arbeiten kann. Allerdings zeigte sich bei diesen und auch bei anderen Versuchen, dass die fertigen Säuren ausserordentlich empfindlich sind gegen die geringsten Spuren von Eisen, speziell beim Auswaschen. Grössere Fehlstellen in der Emaille des Auswaschers zeigten sich sofort in steigender Dunkelfärbung der Endprodukte.

Der Gefolgschaftsstand war im Monat Januar 1942 798 Arbeiter.

gez. M a r t i n

Es gelang die Stickstoffproduktion auf 4.083 t N zu halten. Nicht nur Energiemangel auch durch Kalkmangel sowie besonders gegen Ende des Monats durch unzureichende Bereitstellung von Druckkesselwagen zur Unterbringung der laufenden Produktion an fl. Ammoniak zum Versand nach Louna und dergl. war eine höhere Erzeugung nicht möglich.

Anfang Dezember wurde ein Teil der neuen Kalkammonsalpeter-Produktionsanlage (System 1) in Betrieb genommen. Einige technische Schwierigkeiten u.a. bei der Kalkdesierung und der Einstellung eines gleichmäßigen N-Gehaltes im Kalkammonsalpeter sind noch zu überwinden. Die Kalkammonsalpeterproduktion ist zum größten Teil von der uns zur Verfügung stehenden und gelieferten Kalkmenge abhängig. Die bestellte eigene Kalkmüllerei ist aber erst im Laufe 1942 fertig zu stellen.

Der Versand an technischem Ammonitrat erreichte nur 232 t N, entsprach also nicht der im Programm vorgesehene Menge von 900 t N. Die Wagengestellung für den Düngemittelversand war unzureichend, von 1.507 angeforderten Wagen wurden nur 520 gestellt. An die I.G. wurden 1.119 t fl. Ammoniak zur Verarbeitung auf Düngesalz versandt.

In der Katerfabrik wurden 111 Ofenfüllungen Kontakmasse erzeugt und 113 Ofenfüllungen versandt.

Der Gesamteinsatz in die Regenerierung betrug

105,5 t Kobalt

5,0 t Thoriumoxyd

8,0 t Magnesiumoxyd.

Die Aufarbeitung des Eisentheriumschlammes der Katerfabrik Lützkendorf wurde fortgesetzt.

Es wurden 974 t Feinreinigungssasse in einer Körnung 10-20 mm erzeugt.

Über die Tätigkeit der Laboratorien ist folgendes zu berichten

#### Polymerisation

Wie schon im vorigen Monatsbericht erwähnt, wurde ein neuer Polymerisationskontakt entwickelt, der von der bisher bekanntgewordenen HOP-Anordnung unabhängig ist. Der Kontakt zeigt bisher hervorragende Polymerisationseigenschaften. Ein erster Kontakt leistete 520 l Polybenzin / kg Kontakt, ein neu angesetzter Kontakt scheint aber diese Leistung ganz wesentlich zu überschreiten.

004283

### Olefinisierungen

Für die Einstufen-Dehydrierung mittels Brom wurde eine Reihe von Kontaktversuchen durchgeführt, wobei brauchbare und verhältnismäßig billig zu beschaffende und sehr beständige Kontakte gefunden wurden. Da Nebenproduktbildung praktisch bei dieser Art der Bromierung nicht eintritt, können Ausbeuten von 90 und über 90 % als gesichert gelten. Die Konzentration der Olefine lässt sich auf 40 % und wahrscheinlich höher steigern. Bei der Olefinisierung von Cetan wurden auch 35 Vol.-% Ausbeute erhalten. Lediglich die Kohlenstoffmengen sind hier etwas höher.

### Merag-Versuche

Die im Auftrage der Merag durchgeführten Untersuchungen an Fachelbrønner und an Reidbreck-Benzin konnten abgeschlossen werden. Es war verlangt worden, die Benzine durch geeignete Behandlung auf eine O.Z. von 75 zu bringen. Es gelang, Oktanzahlen von 80 - 85 zu erreichen bei Flüssigkeitsanteilen, die zwischen 85 und 88 Gew.-% lagen. Ähnliche Versuche mit Runnien-Benzin sind in Arbeit.

### Feinfraktionierung

Die Möglichkeit, durch Polymerisation aus definierten Olefinen möglichst hochwertige Öle zu erzielen, wurde an der C<sub>7</sub>- und C<sub>8</sub>-Fraktion weiter geprüft. Bei beiden Fraktionen wurden die Werte, die für α-Olefine zu erwarten sind, erreicht, wobei auch recht gute Ausbeuten erzielt werden konnten. Durch den Kintau einer Feinfraktionierung ist die Möglichkeit hierdurch geschaffen worden, hochwertige Schmieröle aus besonderen Fraktionen herzustellen.

Der Gefolgschaftstand betrug im Monat Dezember 1941 1.801 Arbeiter, davon für die Verladung tätig 58 Arbeiter.

Gen. M a r t i n



### Methanisierung

a) Die trockene Methanisierung d.h. die quantitative Überführung von Kohlenoxyd und Wasserstoff in Kohlendioxyd und Methan konnte mit unserem neuen Eisen-Nickel-Mischkontakt auch bei 10 atü in Dauerversuch verwirklicht werden.

b) Desgleichen wurde die nasse Methanisierung (Überführung von Kohlenoxyd und Wasserstoff in Methan unter Wasserbildung) mittels eines Nickel-Magnesium-Kontaktes bei 10-15 atü in Dauerversuchen quantitativ durchgeführt.

Beide Methanisierungsarten sind in der üblichen Weise temperaturempfindlich und daher gegen Überhitzung zu schützen.

c) Konvertierung von Wassergas gelang bereits bei 300° nahezu quantitativ mit einem Eisen-Nickel-Katalysator und einer Sättigung des Gases mit Wasserdampf bei ca. 90°.

Der Gefolgschaftsstand betrug im Monat November 1941 1.798 Arbeiter, davon für die Vorladung tätig 65 Arbeiter.

gos. Martin

004256

Am) Nutzens. Die von der Stromversorgungseite und von der Wasserversorgung verursachten Ausfälle und Störungen waren die Ursache zu einer gewissen Produktionseinbusse.

Vie bereits in vorigen Monatsbericht erwähnt, lassen die Kontakte in der Mitteldruckanlage eine wesentlich höhere Belastung zu als bisher angenommen wurde. Der Gasdurchsatz und die Produktion können daher in dieser Synthesanlage wesentlich gesteigert werden, nachdem nunmehr von der Verdichterseite her normale Förderleistungen erzielt werden. Die ursprünglich für eine geringere Gasbelastung vorgesehene Kondensationsanlage der Synthesstufe 3 der Mitteldruckanlage muss dementsprechend vergrößert werden. Die Arbeiten hierzu sind im Gange.

In den anderen beiden Kondensationsstufen der Mitteldruckanlage traten nach nunmehr 17 Monaten Betriebszeit Undichtigkeiten infolge von Korrosionen auch an messingplattierten Kühröhren auf. Für den weiteren Einbau sind daher Röhren mit Kupferüberzug vorgesehen.

In der Paraffinfabrik wurden 347 t mit einem Schmelzpunkt unter  $65^{\circ}$  und 593 t mit einem Schmelzpunkt über  $65^{\circ}$  aus eigener Produktion und 480 t Hartwachs für Moench erzeugt, insgesamt 1.420 t.

Nach Erstellung einer weiteren von der Katerfabrik übernommenen Valse können sowohl das Hartwachs von Moench als auch das eigene sowie das Kontaktparaffin sauber auseinander gehalten werden. Die Verarbeitbarkeit hat sich damit auf 12-1500 Note an über  $65^{\circ}$  schmelzenden Paraffinen erhöht.

In der Schmierölanlage wurden 1.129 t Schmieröl erzeugt, an Fertigöl 977 t hergestellt und 865 t zum Versand gebracht.

Über die Tätigkeit unserer Laboratorien ist folgendes zu berichten:

#### Benzinuntersuchungen

Elaschkontaktbenzin aus der DVA wurde auf seine Blei-, Benzol- und Alkoholenpfindlichkeit geprüft, die sich als genau so hoch erwies, wie bei unseren normalen Koblitzbenzinen. Desgleichen wurde die Abhängigkeit der Octanzahl des Elaskan-

Iskthensina von seinem Siederverhalten geprüft und hier ähnliche Kurven erhalten wie wir sie von anderen Synthesobenzinen her kennen.

Bei der Überprüfung der Oktanzahlerrhöhung von A.K.-Benzin gegenüber Blei, Eisenacetyl und Mischungen von Blei und Eisenacetyl zeigte sich, dass mit jedem einzelnen der Stoffe gleichartigen Erhöhungen eintraten, während bei gemeinsamer Verwendung nur Blei wirksam war.

#### Paraffinparaffin

Von den bei der Paraffinfabrik anfallenden Hartwachsen wurden besonders bei den Kontaktparaffinen die Siedeanalyse und sonstige Überprüfungen vorgenommen, um festzustellen, ob sie den Hartwachsen entsprechen. Bei dem normalen RB-Hartwachs wurde durch den Zusatz von Destillat höhere Anteile als 10 % an unter  $450^{\circ}$  siedenden Anteilen festgestellt. Auch die Erstarrungspunkte lagen meist unter  $90^{\circ}$ , während die Penetrometerschalen zwischen 5-10 blieben.

Die Untersuchung des aus blafrem Weichparaffin mit Schmelzpunkt  $40^{\circ}$  und Hartwachs im Verhältnis 70 : 30 hergestellte plastischen Wachses ergab einen Erstarrungspunkt von ungefähr  $25^{\circ}$  mit einem in dieser Nähe liegenden Fluss- und Tropfpunkt. Durch Siedeanalyse im Vakuum bis  $450^{\circ}$  wurden 70 % Destillat abgetrennt, das fast vollständig dem zur Mischung verwandten Weichparaffin entsprach, während der Rückstand wieder die ursprünglichen Hartwachseneigenschaften hatte. Man kann also aus dem plastischen Paraffin durch Destillation erkennen, aus welchen Bestandteilen es zusammengesetzt ist, ohne dass sich allerdings daraus ergibt, wie das Weichparaffin hergestellt ist.

Bei der Bestimmung der Erstarrungspunkte von Mischungen aus Weichparaffin und Hartwachs ergab sich wieder die bereits früher gefundene Gesetzmäßigkeit, dass geringe Zusätze von Hartwachs den Erstarrungspunkt stärker erhöhen, als es dem arithmetischen Mittel entspricht.

Paraffinoxidation

704208

An 2. November wurde die Versuchsanlage angefahren. Bei insgesamt 14 Versuchen im November wurden 860 kg Oxydationsprodukt hergestellt. Die Ergebnisse zeigten, dass die Reaktion offensichtlich chemisch in Ordnung ist, so dass die erhaltenen Produkte in ihren Eigenschaften denen der Laborversuche entsprechen.

Während die Reaktion selbst und auch Auswaschung und Trocknung nach Überwindung geringer Schwierigkeiten störungsfrei durchgeführt werden konnte, muss apparativ noch einiges geklärt werden, insbesondere stellte sich heraus, dass die verwendete Emaille nicht den Anforderungen entspricht, die an sie zu stellen waren, speziell an den Stellen, wo mit Salpetersäure und feuchter Nitrose zu rechnen ist.

Der Beschäftigungsstand war im Monat November 1941 792 Arbeiter.

gez. Martin.

Die eigene Stromerzeugung betrug im Monat Oktober 1941

	5.084.050 kWh
Fremdstrombezug von RWE	18.027.000 kWh
Fremdstrombezug von der GHH	<u>640 kWh</u>
Gesamtstrom	23.111.690 kWh
	*****

Die für kurze Zeit angefahrne Montansalpeterproduktion wurde am 3.10.1941 endgültig eingestellt, da die noch verfügbare Schwefelsäure restlos verbraucht war. Der Stickstoff wurde soweit als möglich zu Kalkammonsalpeter verarbeitet.

Nachdem die für die Kalkmahlung beschaffte Kugelmühle in Betrieb genommen war, ~~wurden~~ insgesamt 670 t Kalksplitt in der Korngröße 15 - 35 mm selbst gemahlen.

An die I.G. wurden 984 t fl. Ammoniak zur Verarbeitung auf Königssalz versandt.

Es wurden 115 Ofenfüllungen Kontaktnasse erzeugt und 115 Ofenfüllungen versandt.

Die von der Wabag gelieferte Voll-Entsalzungsanlage mit einer Stundenleistung von 5 m<sup>3</sup> Wasser wurde in der Katorfabrik in Betrieb genommen und ein tatsächlicher Restsalzgehalt von etwa 2 mg in entsalzten Wasser erreicht.

Der Gesamteinsatz in die Regenerierung betrug

107,7 t Kobalt

7,3 t Thoriumoxyd

8,4 t Magnesiumoxyd

In der Thorium-Station wurden 2,2 t ThO<sub>2</sub> aus der Aufarbeitung des von der Katorfabrik Lützkendorf übersandten Eisen-Thoriumschlammes mit durchgesetzt.

Es wurden 960 t Feinreinigungsmasse in einer Körnung von 10 - 20 mm erzeugt.

Über die Tätigkeit unserer Laboratorien ist folgendes zu berichten:

#### Eisensynthese

In Ofen 14a, neuer Drucklamellenofen von 4,5 m Länge, wurde der Eisenkontakt P. 1480 eingesetzt. Der Ofen wurde mit Wassergas im Kreislauf bei allmählicher Steigerung der Temperatur angefahren und zeigte in dieser Zeit des Anfahrens ein

vollkommen normales Verhalten, wie dieses von den bei uns gefahrenen Eisenkontakten allgemein gesagt werden kann. So wie die früheren Eisenkontaktfen zeigte auch dieser Ofen in der Anfahrzeit niemals die Neigung zur höheren Vergasung. Der Ofen erreichte nach 97 Betr.-Stunden  $257^{\circ}\text{C}$  und brachte hierbei einen  $\text{CO} + \text{H}_2$ -Umsatz von 62 - 63 %, der bis heute, 201. Betr.-Stunde, bei der gleichen Temperatur gehalten werden konnte. Die Methanbildung betrug hierbei rd. 10 % von umgesetzten  $\text{CO}$ . Der Ofen ist noch nicht abgesättigt, weshalb über Ausbeute und Siedelage der Gesamtprodukte noch nichts gesagt werden kann. Es sei aber erwähnt, dass der seit einigen Tagen ausbrechende Paraffingatsch vollkommen weiss und somit frei von jeglichen Kontaktbestandteilen ist. Etwas hoch liegt für den Umsatz von 62 - 63 % die Temperatur mit  $257^{\circ}\text{C}$ .

#### Schnigsynthese

Eine grössere Menge Benzol aus Ofen 10, 11. Füllung, Kobaltkontakt-Vassergas-Kreislauf 1 + 3 wurde mit Natrium vorbehandelt. Es ergab sich über 10 Synthesen ein einwandfreier Verlauf, gute Neubildung von dünnflüssigen Kontaktöl und gleichmässige Ausbeute von ca. 54 % bei einer Polhöhe von 1,63.

Es wurde eine Mikrosynthese entwickelt, um schon mit 100 g Benzol sowohl Ausbeute wie Qualität der erhaltenen Öle bestimmen zu können. Die Abweichung gegenüber der Grosssynthese lassen sich bei sorgfältigen Arbeiten auf 1 % herabdrücken. Die Synthese erleichtert ausserordentlich das Studium der Ölbildung aus Benzolen, die wegen der Schwierigkeit der Herstellung nur in kleinen Mengen zur Verfügung stehen.

#### Polymerisation

Es wurden 4 000 kg Poly-Kontakt in der neu errichteten Kontaktanlage hergestellt. Die Anlage wies eine Reihe von konstruktiven Kinderkrankheiten auf, wie schlechte Befestigung der Motoren, Unzugänglichkeit einzelner Apparaturen usw., die erst beseitigt werden mussten. Trotzdem war es durch gewisse Änderungen des Herstellungsverfahrens möglich, die Krupp zugesagten Kontaktmengen rechtzeitig zu liefern. Der Einbau des Kontaktes bei Krupp wird allerdings erst im Januar erfolgen. Eine Durchschrittsprobe aus der Krupp-Lieferung wurde in Dauerbetrieb auf

seine Polymerisationseigenschaften untersucht. Bis zur Erzeugung von 800 l Polybenzin pro kg Kontakt nahm die Aktivität praktisch nicht ab. Dann setzt eine Aktivitätsabnahme ein, die sich bis 1 100 l Benzin/kg Kontakt laufend steigerte, so dass der Kontakt dann nur noch etwa die Hälfte der Olefine umsetzte.

#### Nerag-Versuche

Durch Anwendung einer Mischung von Aromatisierungs- und Spaltkontakt gelang es, die uns von Nerag übergebenen Reidbrook-Benzine bei 85 % Flüssigausbau bis auf eine O.Z. von 85 zu bringen. Es wird eine größere Menge dieser Benzine zwecks näherer Untersuchung hergestellt.

#### Methanisierung

Mittels eines Ni-Kontaktes 100 Ni, 15 MgO, 50 Kgr konnten Kohlenoxyd und Kohlendioxyd im Kokereigas 700 Std. lang mit 50-facher Beaufschlagung quantitativ methanisiert werden. Ebenso günstige Ergebnisse wurden bei 15 atü erhalten.

Bei anderen Versuchen dieser Art wurde festgestellt, dass in Erdgas Nickelcarbonyl auftritt, sobald die Methanisierung des Kohlenoxyds nicht quantitativ verläuft.

#### Trägere Methanisierung

Die Methanisierung kohlenoxydhaltiger Gase konnte bisher praktisch nur unter Wasser-Bildung durchgeführt werden. Es wurde nun gefunden, dass bestimmte Katalysatoren die Methanisierung quantitativ unter Bildung von Kohlendioxyd bewirken können.

Ein gut methanisierender Kontakt (100 Ni, 15 MgO, 100 Kgr) und ein gut konvertierender Kontakt (100 Fe, 50 Cu, 30 CaO, 100 Kgr) wurden getrennt reduziert und dann innig vermischt. Über dieses Gemisch wurde bei 195° Wassergas bei normaler Beaufschlagung geschickt. Das Kohlenoxyd wurde quantitativ in Methan und Kohlendioxyd umgewandelt.

#### Struktur-Analyse der Dieselöl-Kohlenwasserstoffe mittels Isomeren-Trennung

Für die Herstellung von Fettalkoholen ist eine wesentlich bessere Kenntnis der Struktur unserer synthetischen Dieselöl-Kohlenwasserstoffe als bisher dringend erforderlich. Eine zu diesem Zweck nach Ludwigshafen einberufene Besprechung der Ana-

lytiker der I.G., von Henkel und von RCH brachte keinen Fortschritt, in keine grundsätzlich neuen Analysen-Methoden bekannt gegeben wurden.

Es waris daher begnennen, den erwünschten Aufschluss mit den uns zur Verfügung stehenden Hilfsmitteln auf folgende Weise zu erlangen:

Es wird angenommen, dass die Struktur im Bereich von  $C_{10}$  -  $C_{12}$  bei allen Molekülgrößen grundsätzlich ähnlich ist, und dass daher Schlüsse von der Beschaffenheit einer Molekülgröße auf die übrigen gemacht werden können. Dann genügt die genaue Untersuchung einer einzigen Molekülgröße (Leitfraktion). Hierfür wurde  $C_{11}$  ausgewählt, in hiermit einerseits bereits Fettsalkohole erhalten werden und andererseits noch eine scharfe Fraktionierung ohne Vakuum möglich ist.

So eine  $C_{11}$ -Fraktion von Kracköl und von Primär-Produkt wurde durch sorgfältigste Destillation in rund 130 Fraktionen zerlegt. Die Untersuchung ergab, dass hiermit bereits eine völlig ausreichende Trennung der geradkettigen, so-wach verzweigten und der am stärksten verzweigten Kohlenwasserstoffe gelungen war. Diese Fraktionen wurden mit allen uns zur Verfügung stehenden analytischen und präparativen Methoden untersucht und weiterverarbeitet. Das Ergebnis ist, dass wir heute bereits einen ganz kleinen Einblick in die Strukturverhältnisse der Schweröle haben. In beiden Fällen beträgt der Anteil an geradkettigen Kohlenwasserstoffen nur  $\frac{1}{2}$  -  $\frac{1}{3}$ . In dem Kracköl waren besonders stark verzweigte Anteile enthalten, welche in dem Primär-Öl fehlen. Aus diesen stark verzweigten Anteilen konnten durch Oxo-Synthese  $C_{12}$ -Alkohole mit dem aussergewöhnlich tiefen Stockpunkt -  $51^{\circ}C$  erhalten werden!

Der Gefolgschaftsstand war im Monat Oktober 1941 1771 Arbeiter, davon für die Verladung tätig 74 Arbeiter.

gez. M a r t i