

Herrn Prof. Dr. F. H.

22. Tätigkeitsbericht des Versuchslaboratoriums für den
Monat September 1944.

1. Allgemeine Arbeitsmöglichkeiten.

Während die Arbeiten in Kolten noch wie vor durch die Auswirkungen von Luftangriffen beeinträchtigt wurden, konnte in unserer Ausweichstelle in Rees überraschend schnell ein geordneter Betrieb in Gang gebracht werden, wie nachstehende Übersicht zeigt:

- 16.9. Beginn der Verlagerung;
- 17.9. Anfahren des ersten VersuchsOfens, Inbetriebnahme der Gasanalyse;
- 17.9. Inbetriebnahme der Labor-Synthesen;
- 18.9. Inbetriebnahme der halotechnischen Katalysierung;
- 18.9. Anfahren eines Dreistufen-Mitteldruckkatalysators;
- 19.9. Anfahren des luftgekühlten Ofens.

Die allgemeinen Erfahrungen, welche mit dieser Verlagerung gemacht wurden, sind als besonders gut zu bezeichnen. Die Arbeitsleistung dieser geschlossenen Gruppe ist im Verhältnis höher als alles dies in Kolten der Fall gewesen wäre.

Der Gefolgschaftszustand im Rees beträgt 1 Chemiker (Lenke), 4 Laboranten und Betriebsarbeiter und 9 in Rees ungenommene weibliche Hilfskräfte.

In der Berichtszeit wurden fünf Gefolgschaftsmitglieder zur Wehrmacht eingezogen.

2. Verbesserung des Aufarbeitungsverhältnisses bei Eisenkatalysatoren

Es wurde geprüft, wie weit das Aufarbeitungsverhältnis durch verschiedene Massnahmen verbessert werden kann, z.B. durch Übergang auf Ammoniakabfällung, Anwendung von Magnesia statt Kieselgur als Träger usw.

Bei der Prüfung der Abhängigkeit des Aufarbeitungsverhältnisses von Wassergehalt des Gases wurde bei Normaldruckversuchen folgendes gefunden:

Gasart	Koks gas	Sy-Gas	Wassergas
CO ₂ I, in Sy-Gas	1 : 10	1 : 2	1 : 1,3
CO ₂ I, in H ₂ -Verbrauch, I	1 : 1,9	1 : 0,8	1 : 0,5

3. Vergleichsverhältnis von Rees (Lenke, Hantsch).

a) Der günstige Einfluss der Wasserstoffbehandlung unregulierter Eisenkatalysatoren unter Anwendung hoher Strömungsgeschwindigkeiten konnte bestätigt werden. Eine derartige Behandlung ergab bei 220 nach sechs Stunden, also Bedingungen, welche in Synthesen selbst erfüllt werden könnten, einen Katalysator, welcher bei Normaldruck und 220 einen Umsatz von etwa 60% ergab, allerdings bei noch unzufriedenstellendem Verbrauchsverhältnis.

b) Rheinpreussen hatte bekannt gegeben, quartäre Eisenkatalysatoren entwickelt zu haben, welche idatande auf hohem unter Wasserbild druck arbeiten. Es stellte sich aber heraus, dass die bekannt gegebenen Rheinpreussen-Ergebnisse unter Anwendung extremer physikalischer Bedingungen erzielt wurden. Es bestand die Möglichkeit, dass unsere eigenen bis dahin schon bekannten Katalysatoren unter den gleichen extremen Bedingungen ebenfalls vorwiegend unter Was-

b.w.

...arbeiten wurden. Gleich der erste Versuch brachte die
Bestätigung. Von nun an Schwarzpulver in geringen Durch-
gang gefahrener Eisenkatalysator (Wassergas, X = 1,1) ergab im
Vorstufenversuch mit Synthesegas bei 10 atü und einer Gesamtbe-
lastung von 1,7fachen der normalen ein Verbrauchsverhältnis von
1,5 - 1,6. Das ist also viel. Die Rheinpreussen auch erzielte.
Allerdings war unser Versuch hinsichtlich Unsaure und Methanbildung
schlechter.

Damit ist zu lesen, dass die Rheinpreussen als neu für die
vorliegenden Katalysatoren in Anspruch genommenen Ergebnisse weniger
als der Katalysator als auf die extremen Bedingungen zurückzuführen
sind, welche angegebenemassen in keinem der vorhandenen
Katalysate ohne weiteres verwirklicht werden können.
Die gleiche Versuchsrichtung wurde auch bei Normaldruck in 1,5 l-
fen Versuchsgefäß erbracht und dort war eine Verbesserung des
Tatsachenverhältnisses (von 0,6 auf ca. 0,9). Jedoch
scheitert die Erreichung der Erzeugungsgeschwindigkeit die Lebensdauer
unter diesen Bedingungen zu verringern.

Der neue Versuchsaufbau zur Erprobung der Ausführung an Stelle von
Wasser unter Druck wurde zunächst ohne Katalysator auf seine wirt-
schaftliche Brauchbarkeit hin geprüft. Es zeigte sich, dass die
Reaktionswärme ein vorübergehender Temperaturausgleich erreicht wur-
de.
Der erste angefüllte Katalysator musste jedoch nach kurzer Be-
lastung als durch erloschen werden, weil der Durchgang mehr und
mehr erschwert wurde (Kohlenstoffabscheidung). Das Versuchsergeb-
nis war insofern nicht einseitig als bei diesem ersten Versuch
auch wieder die Katalysatoren und Unterdruckung an unvernünftig wa-
ren.

Vergleichsversuche ergaben, dass mit dem dortigen Leitungswasser
ebenso gute Eisenkatalysatoren hergestellt werden können, wie mit
Kohlensäure.

4. Eisenkatalysator
Es wurden 100 l Nickelkatalysator hergestellt.
Der Nickelkatalysator leichter auch an anderen Stellen herstel-
len zu können, wurde geprüft, ob sich seine Reduktion statt mit Was-
serstoffgas als Kohlenwasserstoffgas durchzuführen lässt. Nach einigen Versu-
chen wurden Bedingungen gefunden, welche bis jetzt erlauben lassen,
dass volle Aktivität erreicht werden (Heckel).

Die Natur der Katalysatorvorgang für die Methanisierungskatalysatoren
hat sich grundlegend geändert. Nickel steht nicht mehr zur Verfügung,
dafür aber Kobalt. Es wurde daher mit Versuchen begonnen, die
Methanisierungsmittel Kobaltkatalysatoren durchzuführen. Gleich die
ersten Versuche zeigten, dass dies mit dem wasserstoffreichen Koke-
rgas grundsätzlich möglich ist. Am 30. des Monats wurden die Ver-
suche durch Luftangriff wieder unterbrochen. (Rosen, Bräuer)

Reaktionsmechanismus der Eisensynthese (Rosen, Haesker, experimentel-
le Untersuchungen)

Es ist bekannt, dass Ameisensäure bei Synthesetemperatur
in Eisenkatalysatoren mit Erdgas Geschwindigkeit gleich in Kohlen-
dioxid und Wasserstoff zerfällt, wurden auch die Chemologen, höheren
Reinheitsgrad für Verhalten unter diesen Bedingungen geprüft. Es
zeigte sich, dass weder Essigsäure, noch Propionsäure, noch die noch
höheren Fettsäuren sich ebenso verhalten, sie zerfallen entweder gar
nicht oder in verwickelter Reaktion. Der Ameisensäure kommt somit
eine Sonderstellung zu, was die Katalysatortheorie weiterhin stützt.

Bei dieser Gelegenheit wurde auch gefunden, dass sich Eisenkataly-
satoren mit Ameisensäure reduzieren lassen und dann ein gutes
Methanisierungsverhältnis zeigen.

6. Theorie der Gasverarbeitung (Jacob).

Nachdem die mathematische Behandlung der Gasverarbeitung für normale Bedingungen abgeschlossen worden ist, wurde nun dazu übergegangen, etwa enthaltene Fehler, z.B. aus fehlerhafter Gasanalyse auf rechnerischen Wege auszugleichen, um auf diese Weise aus Unterlagen, welche einen Fehler enthalten, doch richtige Ausbeuten errechnen zu können. Dies ist gelungen für den Fall, dass bekannt ist, an welcher Stelle der Fehler zu suchen ist.

7. Herstellung von Fettsäuren (Büchner).

Ina 1,6 t Emulsion wurden 3760 Stück Versuchssäure und 58 kg Kalkpulversäure hergestellt.

Versuchssäure wurde aus Pulversäure aus der niedrigeren Fraktion (Mieselöl) hergestellt. Die mittlere Kettenlänge der Fettsäuren liegt bei C_{10} . Die Säure schmeckt nur schwach.

Ina C7 III konnten die reinen Fettsäuren durch Extraktion gewonnen werden, wobei sich herausstellte, dass ihre Kettenlänge zu rund 30% unterhalb von C_{20} lag.

8. Herstellung tiefstockender Ester (Büchner).

Bei Fortführung der Versuche zur Herstellung tiefstockender Ester aus Benzinaldehyden mittels Canissaro-Umlagerung und nachfolgender Veresterung wurde gefunden, dass die Gewinnung ohne Durchführung einer Destillation möglich ist. Die Gesamtesterfraktion oberhalb von 325° stellt ohne weiteres ein rotbraunes Öl mit dem Siedepunkt 325° dar.

9. Herstellung von verzweigten Alkoholen (Hansen).

Nach anfänglichen Misserfolgen wurden die Bedingungen ermittelt, um aus Propylaldehyd und Formaldehyd mit guter Ausbeute Methylol zu gewinnen.

10. Mieselguranalysen.

Die erschwerten Betriebsbedingungen auf den Kieselerdegruben in der Breiburger Heide hat wiederholt die Qualität der für uns bestimmten Mieselgur beeinträchtigt bzw. gefälscht. Unsere dort beschäftigten Laboranten haben umfangreiche Untersuchungen durchführen müssen, um den Betreibern die nötigen Unterlagen über Sandgehalt, Eisengehalt usw. an die Hand zu geben, damit die auftretenden Schwierigkeiten beseitigt werden konnten.

11. Herstellung von Behelfsnebelmassen (Hoeske).

Es gelang, brauchbare Behelfsnebelmassen herzustellen unter Verwendung unserer im Kraftwerk verfeuerten Kohlearten als brennbaren Bestandteil.

Ina Lau 160 wurden behelfsmässige Einrichtungen zur Erzeugung von Nebelmassen durchgeführt.

Rae