



004543

Kunstabemle (Kunstabemle)

Chemischen Zellen

Dr. T/VK

14. Januar 1946

Sekretariat Hg.	
Empfang	14.1.46
Lfd. Nr.	29
Beaufw.	

Herrn Dr. Dr. H. G. ...

Wochensbericht vom 7.1. - 12.1.1946

Im Verlauf einer Besprechung mit Herrn Dr. Schaub und Herrn van der List sollten sich einige Aufgaben als besonders interessant herausgestellt.

- 1. Die Kontrolle der feingereinigten Synthesegase
- 2. Die Überwachung der Ammoniak-Luft-Gemische in der Vertrennung.

Sobald Sie zur Zeit damit beschäftigt sind für diese beiden Probleme Sie in meinen Akten vorhandenen Unterlagen zusammenzustellen.

*Kun*

Wissenschaftliche Arbeitsgemeinschaft  
Oberhausen-Böhlen  
Lab. T/Vk

094541

7a.

7. Januar 1946

Herrn Dir. Dr. H e g e m a n n !

Bezug: Vorhabenbericht vom 2.1. - 5.1.1946

<b>Sekretariat Hg.</b>	
Eingang:	2.1.46
Lfd. Nr.:	9
Beantw.:	

Nach Übergabe der mit den Laboratorien in Zusammenhang stehenden Arbeiten wurden die Vorarbeiten für die neuen Aufgaben begonnen. Nach den ersten Besprechungen mit Herrn Dr. Scheub können etwa 8 - 10 Aufgaben sofort benannt werden.

*Kinn*

70

004542

147. V/VK

7. Januar 1946

Herrn Dr. Dr. H a g e m a n n

Beitr. Monatsbericht November/Dezember 1945

Sekretariat Hg.	
Eingang:	7.1.46
Lfd. Nr.:	14
Beaufw.:	

Hg

- 1) Folgende Versuchsarbeiten wurden durchgeführt bzw. beendet:
1. Versuche über die Olefinsynthese mit Kobaltkontakten unter Zusatz von Propionsäure.
  2. Spaltung von Erdölgasen
  3. Oxidation verschiedener Olefine
  4. Schwefelung von Crackdieselöl bzw. Raffination des Paraffingases
  5. Herstellung von Sulfonpräparaten durch Chlorierung und Entchlorung und Oxidation.

zu 1) Der Versuch wurde nach etwa 1000 Stunden abgestellt. Die Ergebnisse waren nicht befriedigend. Es wurde zwar eine Steigerung des Olefingehaltes beobachtet, jedoch nur um etwa 5 % absolut.

Der Versuch soll gelegentlich wiederholt werden unter Zusatz von Essigsäure, da die Originalversuche mit Essigsäure ausgeführt worden waren.

zu 2) Die Spaltversuche bei 70 Atmosphären und 420 - 440° brachten die erwarteten Ergebnisse, geringe Gasbildung, 3 - 4 %, geringe Gasölbildung, 1 - 2 %, wenig Benzol, 15 - 20 %, viel Dieselöl, ~ 70 %. Der Olefingehalt lag im Mittel der Dieselölfraction bei etwa 45 %. Bei einmaligem Durchgang wurden etwa 15 - 20 % des Crackeinsatzes aufgespalten. Der vom Spaltprodukt befreite Rückstand wurde ein zweites Mal eingesetzt und wieder etwa 15 % Spaltung und die gleichen Prozentsätze an Gas, Gasöl, Benzol und Dieselöl erreicht.

zu 3) Die bei der Spaltung des Gases erhaltene Dieselölfraction wurde in einer Vakuum-Fractionskolonne in einzelne C-Fractionen aufgetrennt und oxidiert. Die Oxidationsergebnisse waren noch nicht restlos befriedigend, da offenbar die Apparatur nicht völlig zweckentsprechend war; sie hatte der Kontakt über ein Jahr in reduzierter Form in der Kontaktfabrik gestanden, sodaß es immerhin möglich ist, daß er eine gewisse Lücke an Aktivität erlitten hat. Dieses Ergebnis scheint auch Oxidationsversuche mit Crackdieselöl aus Syntheseparaffin zu bestätigen, bei denen die Anlagerung von Kohlenoxyd und Wasserstoff ebenfalls nicht ganz gleichmäßig verlief.

Man nimmt an, daß die im Mittel 45 % Olefine enthaltende Dieselölfraction aus Erdöl-Paraffingas sich zu etwa 80 % oxieren läßt, so erhält man aus 100 kg Paraffingas ca. 25 kg Cxo-Alkohol.

Die Oxidation von zugesandter Crackgasöl mit ebenfalls etwa 40 - 45 % Olefine ergibt wesentlich ungünstigere Ergebnisse, da offenbar die Olefine durch sterische Hinderung (es handelt sich wohl um ringförmige Olefine) sich nur zu einem sehr geringen Bruchteil oxieren lassen.

zu 4) Ein weiterer Grund für die unter 3 beschriebene mangelhafte Oxidation könnte in den verhältnismäßig hohen Schwefelgehalt der Produkte zu

004543

haben sein, etwa 0,6 - 0,9 % im Paraffingut, etwa 0,9 % im Crackgasöl. Es wurden daher Versuche aufgenommen den Schwefelgehalt aus dem Fraktionieröl bzw. Crackgasöl zu entfernen. Die üblichen Schwefelentfernungsmittel, Wasserstoff, Aluminiumoxyd, in den verschiedensten Formen erniedrigten den Schwefelgehalt nur auf etwa 0,2 - 0,3 %. Auch Synthesekontakt ergibt nur Schwefelwerte in der Größenordnung von 0,2%. Da im übrigen der Schwefelgehalt auf die Oxidierung wirklich einen hindernden Einfluss ausübt ist noch nicht erwiesen. Da er aber zweifellos nicht gänzlich ist, wurde versucht durch Vorraffination des Paraffingalescher erstere die sowieso schlecht spaltbaren asphaltisch-aromatischen Anteile zu entfernen und zweitens gleichzeitig den Schwefelgehalt zu erniedrigen. Es gelang mit Schwefelkure aus dem Schwerbenzin-Paraffingalech ein hellgelber Material zu erzeugen, mit etwa 10 - 15% Verlust, dessen Schwefelgehalt bis auf 0,15 bis 0,2 % herabgesetzt war. Die restlose Entfernung des Schwefelgehaltes war also auch hier nicht möglich. Weitere Versuche sind noch im Gange.

24 5) Da ein Vorversuch ergeben hatte, daß die durch Chlorierung und Entchlorierung hergestellten hochsiedenden Olefine sich verhältnismäßig gut oxidieren ließen, wurden systematische Versuche gemacht, um die Alkohole oberhalb 200° in größeren Umfang herzustellen, da sie sich vermutlich als Ausgangspunkt eignen und damit Seltengrundlagen herzustellen ermöglichen. Während unsere früheren Versuche im wesentlichen die Fraktion 100 - 160° betrafen, wurde nunmehr vorwiegend die Fraktion 350 - 450° herangezogen, die damit in ihrem unteren Siedebereich bei etwa C<sub>20</sub> anfängt und am Siedende dort aufhört, wo das Hartparaffin beginnt. Deponieren läßt sich noch nicht sagen, da die Oxidierungsapparatur zunächst in Ordnung gebracht werden muß bzw. ein völlig einwandfreier Kontakt hergestellt werden muß. Es soll versucht werden durch verhältnismäßig geringe Chlorierung den Anteil an Monochlogen-Produkten und damit an Mono-Olefinen zu steigern.

3) In technischen Arbeiten wurden folgende durchgeführt:

1. Herstellung von Fensterkitt
2. Destillation von Dieselöl in einer 1/2 m<sup>3</sup> Blase.

24 1) Die Produktion von Fensterkitt wurde nach den ersten Vorversuchen mit einem hochviskosen Öl und dem gemahlten Wulfrater Kalk begonnen. Apparativ sind keine Schwierigkeiten mehr vorhanden.

24 2) Infolge der katastrophalen Treibstofflage wurde beschleunigt eine 1/2 m<sup>3</sup> Blase mit einer 3-Meter Kolonne in der Ölversuchsanlage hergestellt und in Betrieb genommen. Die Blase wird beheizt mit Methan. Nach Überwindung der Anlaufschwierigkeiten, die mit der Witterung und früheren Schäden in Zusammenhang standen, lief die Destillation einwandfrei.

### 2) Betriebsarbeiten

Für das Kompressorenhaus und die Abfüllung wurden die für die Herstellung von reinem Sauerstoff und reinem Stickstoff notwendigen Analysen durchgeführt. Es handelt sich hier im wesentlichen um die Bestimmung des Sauerstoffgehaltes im reinen oder unreinen Sauerstoff, Laugentestrolle und Überwachung des Acetylengehaltes im unreinen Sauerstoff.

Für Herrn Gutin wurden einige Untersuchungen durchgeführt, für die zwei Arbeitskräfte abgestellt worden sind.

Von den bei der Verlagerung zurückkommenden Schmierölen und sonstigem Material wurden Analysen gemacht. Ferner wurden für das Kompressoren-

004544

Neue Lagerställe untersucht und für verschiedene andere Stellen andere Materialien analysiert.

In Rahmen der geplanten Aufarbeitung der paraffinischen Rückstände wurden von allen vorhandenen Produkten Proben genommen und Analysen gemacht. Es handelt sich um etwa 15 an verschiedenen Punkten lagerte Proben mit zusammen ca. 600 kg Material. Die Hauptmenge ist Konzentrat, das etwa 10 % Schwerölsäure und etwa 30 % Paraffin enthält.

#### 2) Bearbeitungen

Folgende Bearbeitungen wurden vorangestrichen und z.T. beendet.

1. Einrichtung der Methanisierungswerkstatt mit Reduktion
2. Einrichtung der Wassergasgenerators bzw. Vorbereitung des Zweischichtofens als Wassergasgenerator
3. Einrichtung der WVA
4. Vervielfachung einer Arbeiterzelle im ehemaligen Hauptlabor, eines Arbeiterzelle im ehemaligen Porechungs-Labor, Magazin und mehrere Arbeiterzelle im ehemaligen Betriebslabor.

Kern