

*Reichsbenzin Aktiengesellschaft
Oberhausen-Holtten*

7a 5663 4383
Oberhausen-Holtten, den 24. März 1938.
RB Abtlg. EVA Roe/Stg.

Herrn Dr. H. Hagemann.

Herrn Prof. M a r t i n .

Tätigkeitsbericht des BV-Labors:

I. Vierteljahr 1938.

1.) Untersuchungen über Kieselgur (Heckel).

Die systematischen Untersuchungen sämtlicher in Deutschland für die Katorherstellung infrage kommender Kieselgurarten aus über 20 Lagerstätten wurden im wesentlichen abgeschlossen. Damit ist erstmalig eine systematische chemisch-physikalische Untersuchung der wichtigsten deutschen Kieselgurvorkommen durchgeführt worden. Das Ergebnis ist, daß mit Ausnahme von 3 Gruben alle untersuchten Lagerstätten zur Belieferung für die Katorherstellung herangezogen werden können, daß also die Rohstoffgrundlage, was die Kieselgur angeht, für unsere jetzige Katorherstellung eine außerordentlich große ist.

Es wurde weiter gefunden, daß durch Säurevorbehandlung auch nicht geglühte Kieselgurarten für die Zwecke der Katorherstellung brauchbar gemacht werden können, wodurch ebenfalls die Kieselgurrohstoffgrundlage verbreitert werden kann. Es können nämlich nach der Säurebehandlung auch sog. Meiler-Guren verwendet werden, ohne daß ein Durchsatz durch die Glühtrommel erforderlich ist.

2.) Versuche über die Regeneration gebrauchter Kobaltlösung (Heckel, Büchner).

- a) In Übereinstimmung mit den Ergebnissen der Katorfabrik wurden bei der Durchführung der Reinigung mittels Ammoncarbonat mehrere Schwierigkeiten gefunden, sodaß von einer weiteren Bearbeitung einstweilen abgesehen wurde.

- b) Es wurden Bedingungen gefunden, unter denen mittels Fluoridfällung eine vollständige Entkalkung von Kobaltnitratlösungen möglich ist. In Zusammenarbeit mit der Katorfabrik wurden die für eine betriebstechnische Anwendung nötigen Unterlagen beschafft. Mehrere Katoren aus Kobaltrohlösungen, welche auf die neue abgekürzte Weise mittels Fluoridfällung in der Katorfabrik im Großen gereinigt worden waren, ergaben bei der Prüfung im Labor gute Wirksamkeit.
- c) Es wurde ferner gefunden, daß bei der Fällung mit Soda in einem bestimmten Temperaturgebiet (ca. 40°) auch dann eine Trennung von Kobalt und Kalk möglich ist, wenn das Kobalt ganz ausgefällt wird. Hieraus ergibt sich eine weitere Möglichkeit zur Regeneration, wobei jedoch im Gegensatz zu bisherigen Unterschlußfällungen die sog. Restfällung in Fortfall kommt. Es hat sich dann noch gezeigt, daß man das in der Kälte gewonnene Kobaltcarbonat in Form einer Aufschlammung direkt der Katorfällung zuführen kann, wodurch der doppelte Verbrauch von Soda und Salpetersäure eingespart werden kann. Diese Arbeitsweise würde eine Regeneration ohne jeden zusätzlichen Chemikalienverbrauch ermöglichen. Die Probekatoren sind bisher sehr zufriedenstellend zur Reinigung von Co-Rohlösungen.
- d) Als weiterer Arbeitsgang wurde das Eindampfen mit nachfolgender fraktionierter Kristallisation sowohl im Labor als auch in halbertechnischen Versuchen mit günstigen Ergebnissen bearbeitet. Man erhält unmittelbar reines Kobaltnitrat bzw. ein Kobalt-Magnesium-Doppelnitrat. Daraus hergestellte Probekatoren zeigten beste Wirksamkeit.

3.) Die wichtigsten Laborergebnisse über Inbetriebnahme und Fahrweise von magnesiumhaltigen Katoren wurden den Lizenznehmern bekannt gegeben, welche in der Berichtszeit mehrere magnesiumhaltige Ofenfüllungen in Betrieb genommen haben. Das von uns seit langem vorausgesagte günstige Verhalten der magnesiumhaltigen Katoren konnte in erfreulicher Weise von den verschiedenen Betrieben bestätigt werden.

Die Laborversuche über den Einfluß des Magnesium beschäftigten sich vor allem mit der neuen Beobachtung, daß magnesiumhaltige Katoren sich wesentlich weniger mit Paraffin beladen, als Thoriumkatoren.

4.) Formgebung (Schenk).

Die halbtechnische Versuchsanlage zur Herstellung von Fadenkorn wurde umgebaut und wesentlich verbessert. Nachdem inzwischen die erste großtechnische in Betrieb genommene Fadenkorn-Füllung ein sehr günstiges Ergebnis hinsichtlich Ausbeute und Lebensdauer gebracht hat, wurde die regelmäßige Erzeugung weiterer Fadenkornfüllungen im unterbrochenen Betrieb aufgenommen. Hierbei hat sich das Formgebungsverfahren bereits bei mehrwöchigem störungslosen Dauerbetrieb als technisch brauchbar erwiesen. Es wurden insgesamt bisher, von den Probechargen abgesehen, 5 vollständige Ofenfüllungen geformt, teils mit, teils ohne Magnesium.

5.) Prüfung der Kornfestigkeit (Landgraf).

Es waren bisher keine Methoden bekannt, um die Kornbeschaffenheit des fertigen Katore zu prüfen bzw. zahlenmäßig zu kennzeichnen. Mehrere hierfür geeignet erscheinende Methoden wurden ausgearbeitet. Deren Anwendung ergab eine überraschende Kenntnis insofern, als sich die Abriebbeständigkeit als unabhängig von der Druckfestigkeit des Kornes erwies, Vielmehr ist die Abriebfestigkeit im wesentlichen nur abhängig von der inneren Struktur und der äußeren Form des Kator-

korner. Auf Grund dieser Erkenntnis wurde eine neue Untersuchungsmethode ausgearbeitet, mit welcher die Abriebfestigkeit mittels einer Siebtrommel zahlenmäßig angegeben werden kann. Die neue Arbeitsweise wurde zusammen mit dem von uns entwickelten Gerät bereits an die Katorfabrik abgegeben und wird dort zur laufenden Betriebsüberwachung regelmäßig benutzt. Die Katorfabrik konnte in der Berichtszeit, fußend auf die neuen Ergebnisse der neuen Abriebbestimmungen, ihre Bestrebungen zur Verbesserung der Kornbeschaffenheit beschleunigt und erfolgreich weiterführen.

6.) Synthese am aufgeschlämmten Katalysator (Schenk).

Es wurde eine halbtechnische Versuchsanlage in Betrieb genommen zur Untersuchung des Syntheseverlaufs an aufgeschlämmten Katalysator bei verschiedenen Drücken. Es wurde erwartet, daß der bei normalem Druck infolge der Ölmehlschicht des Kators unbefriedigende Umsatz durch Steigerung des Drucks bis auf verwertbare Höhe gebracht werden könne. Diese günstige Wirkung konnte auch gleich bei den ersten Versuchen in erheblichem Umfange beobachtet werden, wenn der Druck von Atmosphärendruck bis auf 8 - 10 atü gesteigert wurde. Gleichzeitig wurde unter Druck eine recht gute Ausbeute erhalten. Auch die Synthese in Ölsuspension ^{erfolgreich} erfährt das Einhalten einer bestimmten Temperaturgrenze. Bei höherer Temperatur wurden große Mengen Kohlensäure gebildet.

Z.Zt. wird das Gerät umgebaut, um nun auf Dauerversuch unter Druck übergehen zu können.

7.) Zusätze zum Synthesegas (Roelen, mit Hanisch, Agnes).

Besonders untersucht wurde die Wirkung des Ammoniak. Es wurde gefunden, daß ein Zusatz von Ammoniak zum Synthesegas eine schnellere Beladung des Kators mit Paraffin und eine höhere Entbeladung zur Folge hat und daß in Gegenwart von Ammoniak auch bei gewöhnlichem Druck

die Katoren nach dem Erreichen der Endbeladung beginnen, festes Paraffin abzusondern. Gleichzeitig scheint die Methanbildung unterdrückt zu werden. Eine Dauer-schädigung der Katoren infolge Ammoniakzusatz konnte bisher nicht beobachtet werden. Vielmehr ließen sich die Katoren in der üblichen Weise mit Wasserstoff wiederholt mit Erfolg Zwischenhydrieren. Besonders deutlich wurde die Verminderung der Methanbildung infolge Ammoniakzusatz bei der Synthese unter Druck.

Bemerkenswert ist, daß diese Wirkung des Ammoniak auch bei den sehr wenig zur Paraffinbeladung neigenden magnesiumhaltigen Katoren in gleicher Weise wie bei Thoriumkontakten eintritt.

8.) Direkte Messung der Reaktionswärme (Jacob).

Wie bereits früher berichtet, haben wir in der eigenen Werkstatt eine neue Art von elektrisch beheizten Laborsyntheseföfen entwickelt, welche besonders sorgfältiges Arbeiten ermöglichen und inzwischen in großer Zahl in unserem eigenen Ofenraum sowie auch schon bei Lizenznehmern eingebaut werden sind.

Diese Öfen ermöglichen ein hinsichtlich der Wärmeverhältnisse so genaues Arbeiten, daß es möglich wurde, erstmalig ein Ofen zu bauen, mit welchem die unter verschiedenen Bedingungen der Synthese auftretenden Wärmetönungen direkt experimentell gemessen werden können. Zur Ablesung dienen eingebaute selbsttätige elektrische Meßinstrumente. Die bisher erhaltenen Werte stimmen ausgezeichnet mit den vor Jahren in Mülheim errechneter Wärmetönungen sowie mit der Dampferzeugung im Großbetrieb überein.

Anschließend soll die Abhängigkeit der Wärmetönung von den Synthesebedingungen im Hinblick auf spätere Ofenkonstruktionen untersucht werden (methanverhindernde Zusätze, Polymerisation, Kreislauf usw.).

9.) Synthese unter Druck (Bahr).

Untersucht wurden insbesondere Kontakte, welche infolge höheren Kieselgurgehaltes eine geringere Kobaltdichte haben. Es zeigte sich eine klare Abhängigkeit insofern, als mit abnehmender Kobaltdichte bei gleichzeitiger Temperatursteigerung überraschend hohe Kobaltbelastungen erreicht werden können, wobei infolge der höheren Temperatur eine erhebliche Verschiebung der Natur der flüssigen Produkte zu leichter siedenden hin eintritt. Beispielsweise braucht ein Kobalt-Thorium-Kontakt mit 2000 Kieselgur je 100 Kobalt eine Temperatur von 230 - 235°, wobei die Gasbeaufschlagung 8,5 Liter/Std. je 1 g Co erreicht! Es wird z.Zt. geprüft, ob umgekehrt eine höhere Kobaltdichte unter Druck ein Arbeiten bei noch tieferer Temperatur und infolgedessen vermehrter Paraffinbildung ermöglicht.

10.) Flüssige Produkte (Lochmann).

Neu aufgenommen wurde die Lieferung von Dieselölen zur Verwendung in Luftschiffmotoren. Insgesamt wurden 30 t Dieselöl von der BVA typgerecht abgeliefert.

Für die Herstellung von RCH-Cetan hat sich die Druckhydrierung am aufgeschlämmten Kator der früheren Arbeitsweise mit festem Kator bei gewöhnlichem Druck als erheblich überlegen erwiesen. 200 Liter RCH-Cetan wurden hergestellt und zum Teil an die verschiedensten Verbraucher abgegeben.

Systematische Zündwilligkeitsprüfungen, welche im Zusammenhang mit Ringversuchen, veranlaßt vom Heereswaffenamt, ausgeführt wurden, haben erneut die besondere Brauchbarkeit unserer beiden synthetischen Bezugskraftstoffe unter Beweis gestellt.

Ölproben aus der Druckhydrierungsanlage in Welheim ergaben bei der Mischung mit RCH-Dieselöl Ausscheidungen

auch noch nach anfänglicher Filtration und weiterem Stehen. Brauchbare Zündwilligkeit wurde erst bei Zusatz von rund 40. - 50 Gewichtsprozenten RCH-Dieselloil erreicht.

11.) Entschwefelungsversuche bei höheren Temperaturen (Rohlen).

Die günstigen Ergebnisse der neuen Arbeitsweise zur Entschwefelung von Gasen (Erhitzen ohne besondere Katalysatoren auf 700 - 800^o) haben zur Durchführung von zunächst labormäßigen Versuchen in Ruhland geführt. Auch mit dem dortigen Gas wurde eine weitgehende Reinigung erreicht (Zusätze der organischen Schwefelverbindungen bis auf weniger als 0,5 g in 100 cbm). Auf Grund dieser günstigen Ergebnisse wird nun beabsichtigt, in Ruhland eine halbertechnische Versuchsanlage zur Entschwefelung von Gasen nach dem neuen Verfahren durch die Firma Rekuperator-Düsseldorf errichten zu lassen.

Roe