

Besprechung in Op. 51 am 19. 4. 1943

Über

"Die Frage des Kobalt-Ersatzes durch Eisen"

1. Besprechung am 19. 4. 43, morgens 9³⁰ Uhr.

Anwesend:

Dr. Pier, Frl. Dr. Höring, Dr. Peters, Dr. Michael
(Hochdruckversuche)

Dr. Gloth, Dr. Winkler, Dr. Duftschmidt, Dr. Scheuermann,
Dr. Simmler, Dr. Markert
(Op.)

Dr. Wentzel (Leuna)
Dr. Rheinfelder, Patentabteilung Lu.

Gegenstand der Besprechung war die Haltung, die mit den Herren der Ruhrchemie, die für 10^{1/2} Uhr erwartet wurden, gegenüber dem neu ernannten Kommissar - Herrn Dr. Koelbel - von Rheinpreussen eingenommen werden sollte. Herr Dr. Gloth hatte in Berlin im Reichsamt an einer Besprechung teilgenommen, die der Kobaltfrage galt. An jener Besprechung waren zugegen: von der Ruhrchemie Prof. Martin, Dr. Hagemann; von Rheinpreussen: Dr. Koelbel; Herren von der Brabag und Dr. Gloth als Vertreter von Lützkendorf. Dr. Gloth berichtete darüber folgendes:

Kobalt reicht bis Ende 1944 unter den jetzigen Verhältnissen. Nach Arbeiten der Brabag können 10 % des Kobalts eingespart werden. Dann würde das Kobalt bis 1945 reichen. Bei einem Bombentreffer auf eine Syntheseanlage könnten 20 t Kobalt verloren gehen. Prof. Martin hätte betont, daß die Ruhrchemie Wert darauf lege, daß alles in einer Hand bleibe. Die Kontaktfabrikation erfolge z. Bt. an drei Stellen, in Holten, welches 100 Ofenfüllungen pro Monat herstelle, bei der Brabag, welche 69 Ofenfüllungen pro Monat herstelle und bei Lützkendorf, welches 35 Ofenfüllungen herstelle. Eine Ofenfüllung enthalte 0,9 t Kobalt; wenn Holten ausfällt, dann kann Lützkendorf 40 Ofenfüllungen zur Verfügung stellen. Ab Ende Mai kann Lützkendorf 90 Ofenfüllungen machen. In den Fischeranlagen im Reich würde keine wesentliche Einbuße entstehen, wenn die Kontaktfabrik in Holten zerstört würde. Über die bei der Aufarbeitung auftretenden Kobaltverluste sagt Dr. Gloth folgendes:

Die Verluste betragen in der Kontaktfabrik in Schwarzeide 1,8 %, in Lützkendorf 1,5 %, in Holten aber 4 bis 5 %. Prof. Martin hätte allerdings behauptet, daß seit August 1942 nur noch 2,6 % Verluste entstehen würden. Außerdem entstehen aber auch noch Verluste bei der Synthese selbst, sodaß die Gesamtverluste noch höher sind. Holten ist allerdings zugeute zu rechnen, daß es nicht nur den eigenen Kontakt, sondern noch 6 fremde z. Teil andersartige Kontakte zur Aufarbeitung bekommt. Bei Lützkendorf betragen die Kobaltverluste

in der Synthese 0,5 %. Andere Werke haben bis 4 % in der Synthese.

Nach Dr. Wenzel würde 1 to Kobalt bis zur Regenerierung 400 to Produkt liefern. Wenn man die Lützkendorfer Zahlen zugrundelegt, würden mit etwa 60 kg Kobalt auf 1 000 to Produkt verloren gehen. Allerdings ist zu bedenken, daß der Lützkendorfer Kontakt nur 2 1/2 Monate hält, während er anderwärts 5 Monate brauchbar ist. Das hängt aber, wie Dr. Gloth berichtete, damit zusammen, daß die Gasreinigung noch unvollständig ist, die A-Kohle-Reinigung würde aber im Laufe des Jahres noch benützbar und damit die Verhältnisse anders. Lützkendorf hat infolge der mangelnden Reinigung pro cbm Synthesogas nur 115 gr Produkt, während andere Werke mit besserem Gas 130 gr erhalten.

Herr Dr. Fier machte darauf aufmerksam, daß vielleicht die günstigen Verhältnisse Lützkendorfs in der Aufarbeitung damit zusammenhängen könnten, daß der Kontakt nur 2 1/2 Monate hält, während sie vielleicht bei einem Kontakt normaler Fahrweise nicht zutreffen könnten.

Herr Dr. Gloth konnte seinen Vortrag nicht zu Ende führen, weil indessen die Herren der Ruhrchemie erschienen.

gez. Michael

Besprechung am 19. 4. 43 mit Herren der Ruhrchemie über

"Die Frage des Kobalt-Ersatzes durch Eisen"

2. Besprechung am 19. 4. 43. 10 1/2 Uhr.

Anwesende:

Dr. Hagemann, Dr. Roelen, Dr. Heckel (Ruhrchemie)
Dr. Scheuermann, Dr. Duftschmidt, Dr. Markert,
Dr. Siamler, Dr. Gloth, (I.G. Oppau)
Dr. Pier, Dr. Michael (Hochdruckversuche Lu)
Dr. Rheinfelder (Patentabteilung Lu)
Dr. Wenzel (Leuna)

Einleitend ergriff Dr. Hagemann das Wort. Mit Eisenkontakt sei noch an keiner Stelle ein Versuch in grossem Massstab gemacht. Holten ist in 14 Tagen soweit, einen grossen Betriebsofen anzufahren. Der dafür in Frage kommende Kontakt sei in halbertechnischem Massstab 1/2 Jahre gelaufen bei einem Druck von 8-12 at. Über die Versuche von Dr. Koelbel wies er nur soweit, das dieser 1/2 Jahre lang einen Versuch in halbertechnischem Massstab habe laufen lassen. Dr. Koelbel wolle bei Hüsck seinen Grossversuch fahren, während die Ruhrchemie den ihrigen in Holten fahren will.

Über die Kobalteinsparung führte er dann folgendes aus: Der Kobaltgehalt der Kontakte soll um 10 % verringert werden. Bis zu dieser Verminderung könne man gehen, ohne das Produkt in seiner Qualität wesentlich zu ändern. Insgesamt seien 1 000 t Kobalt in den Synthesenanlagen vorhanden, dazu käme noch eine Reserve. Der Kobaltverlust betrage zur Zeit pro Monat 7 te. Je verdünnter der Kontakt an Kobalt wird, umso leichter wird das Produkt, weil höhere Temperatur notwendig wird. Die Methanbildung braucht dabei nicht zu steigen. Nun haben aber heute die schweren Syntheseprodukte die grösste Bedeutung. Bei 10 % Kobaltverminderung würde sich die Zusammensetzung nicht ändern. Durch ein kohlenoxydreicheres Gas kann diese Veränderung teilweise kompensiert werden.

Bezüglich der Ernennung des Kommissars Dr. Koelbel äusserte sich Dr. Hagemann dahin, das die Ruhrchemie bisher Wert darauf gelegt hätte, sich mit allen in Frage kommenden Stellen zu verständigen. Aber Rheinpreussen habe bisher die Verständigung abgelehnt. Dr. Koelbel habe schon früher in Katalysatorfragen Schwierigkeiten gemacht. Er habe seinerzeit erklärt, das er durch eine Verbesserung des Katalysators die Produkte verdoppeln könne. Als er aber dann aufgefordert wurde, seinen Vorschlag in die Tat umzusetzen, zeigte sich schon bei den Vorbereitungen, das nichts daran war.

Es wurde dann darüber gesprochen, ob auch ein I.S.-Kontakt in einem grossen Versuchssofen ausprobiert werden soll. Die grossen technischen Einheiten für Drucksynthese enthalten 10 cbm Kontaktraum pro Ofen. Bei Hösch sei ein solcher Ofen in Vorbereitung, die Ruhrchemie habe selber einen solchen Ofen fahrbereit. Sie haben ausserdem noch einen zweiten grossen Versuchssofen, der für höhere Drucke und Temperaturen bis 270°C geeignet sei. Dieser komme aber nicht in Frage, da er für die Ausprobierung des neuen Kontaktes für die italienische Syntheseanlage, die bei höherem Druck gefahren werden soll, belegt sei. Es stünden daher nur insgesamt 2 Öfen für grosse Versuche zur Verfügung, von denen der eine wohl durch Dr. Koelbel belegt werde, während in dem anderen die Ruhrchemie ihren Kontakt ausprobieren wolle. Beide in Frage kommende Versuchsöfen hätten keine getrennte Kondensation, sondern werden in den allgemeinen Gaskreislauf eingeschaltet. Trotzdem liesse sich natürlich durch Analysennahme die Art und Zusammensetzung des Produktes feststellen. Die höchste Temperatur, bis zu der diese Öfen benützt werden können, ist 225°C. In Holten könnten 25 - 30 % der vorhandenen Öfen mit Eisenkontakt gefüllt werden.

Herr Dr. Koelen von der Ruhrchemie machte nun nähere Ausführungen über den Eisenkontakt. Das Eisen verarbeitet hauptsächlich das CO im Gas. Nun kann aber keines der vorhandenen Werke CO-reiches Gas liefern, wohl aber kann Wassergas von sämtlichen Werken bereitgestellt werden. Das Wassergas hat ein CO : Wasserstoff-Verhältnis 4 : 5. Der Ruhrchemie-Kontakt auf Basis Eisen ist so eingestellt, daß der Gasverbrauch dieser Gasszusammensetzung entspricht. Das Gas soll möglichst inertarm sein. Je höher der Inertengehalt ist, umso weniger kann man das Gas ausnützen, wenn man nicht methanreiche Produkte herstellen will. Die Belastung der Eisenkontakte ist wie bei den Kobaltkontakten, nämlich 1 000 cbm Gas pro Stunde auf 10 cbm Kontaktraum, gerechnet in Bezug auf Frischgas. Das Kreislaufgas kommt zu dieser Menge noch hinzu. Ein Kreislauf ist sowohl bei Hösch wie auch bei Ruhrchemie im Bau. Das verwertbare Temperaturgebiet ist durch 225° nach oben begrenzt und liegt für die vorhandenen Öfen fest. Nach der Literatur erfordert der Eisenkontakt höhere Temperaturen. Für den Temperaturbereich oberhalb 225° hat die Ruhrchemie einen Kontakt entwickelt, der bei 240 - 280° arbeitet. Er dient dazu, möglichst viel Paraffin zu erzeugen und ist für die Anlage in Italien bestimmt. Er verarbeitet Wassergas und hat eine Lebensdauer von vier Monaten. Das anfallende Paraffin ist weiss. Er geht unter dem Namen F-Katalysator. Er ist halbtechnisch bei 20 atm erprobt. In viermonatigen Versuch lieferte er 150 gr flüssige und feste Produkte einschl. Gasol bei einem Gesamtumsatz von 90 % in zwei Synthesestufen. Das Produkt zeigte folgende Zusammensetzung:

Gasol	12 %	
Benzin -200°	40 %	
Mittelöl 200-320°	13 %	
Paraffin 320 - 460°	17 %	} 32 %
Paraffin oberhalb 460°	15 %	

Die Paraffinausbeute nimmt bei längerem Fahren ab. Von Benzol sind 66 % in Phosphor-Schwefelsäure löslich. Die OH-Zahl im Benzol beträgt 24. Von Schweröl sind 52 % in Phosphor-Schwefelsäure löslich. Die Ruhrchemie hat noch einen zweiten Kontakt entwickelt im Hinblick auf den evtl. notwendig werdenden Ersatz des Kobalts durch Eisen.

Sie nennt ihn TT-Kontakt für Temperaturen unterhalb 285°C. Er beginnt bereits bei 170° zu arbeiten. Die Arbeitstemperatur liegt zwischen 200 und 216°. Er ist bisher 1/2 Monate gelaufen, zeigt aber noch keine wesentliche Abnahme der Leistung. Das Gas wird in Wassergasverhältnis verbraucht. Bei 90 % Umsatz werden 150 gr feste und flüssige Produkte erhalten, die sich folgendermassen zusammensetzen:

Benzin -200°	
Öl 200-325°	40 bis 60 %
Paraffin	20 " 25 %
	20 " 40 %

Gasol ist hierbei nicht eingerechnet,

Der Olefinegehalt des Benzins beträgt 60 - 70 %
und höher (mit Phosphor-Schwefelsäure bestimmt)

Der Druck, bei dem er gefahren wird, beträgt 10 - 15 atm. Die Leistung ist wie bei Kobalt, die stündliche Gassufuhr 100 cbm Frischgas auf 1 cbm Kontaktraum. Der Kontakt kann in den vorhandenen Einrichtungen hergestellt werden. Sparmetalle werden nicht benötigt.

Aber den P-Katalysator sagte noch Dr. Roelen, daß er im Laufe der Fahrperiode auf seiner Temperatur bleibe. Er sei wesentlich fester als der Kobaltkontakt. In der Trommelprobe habe sich das Abtriebsverhältnis Kobalt : Eisen wie 5 : 1 herausgestellt.

Herr Dr. Scheuermann berichtete dann seinerseits über seine Kontaktversuche. Sein Kontakt arbeite bei 230°, die Gasbelastung sei 120 : 1 über 4 Stunden Stufen. Der Kobaltumsatz sei 84 %. In dreimonatiger Laufzeit wurden erst 155 gr, dann 150 gr und später 145 gr feste und flüssige Produkte erhalten. Das CO : H₂-Verhältnis ist 1:1. Die Zusammensetzung sei folgende:

Benzin -195°	26 %	
Mittelöl -320°	12 %	
Paraffin -480°	19 %	} 62 %
" oberhalb 450°	43 %	

Die Versuche seien in 5 mtr langen Eisenrohren gefahren worden. Zwischen den einzelnen Stufen wurde das Produkt ohne die Kohlen-säure abgeschieden. Der Kontaktraum betrug 4 ltr.

Herr Dr. Roelen machte dann noch Ausführungen über die Abnahme der Paraffinleistung während einer längeren Fahrperiode. Mit dem P-Katalysator wurden im ersten Monat 43 % Paraffin (unter Einrechnung des Gasols) erhalten, vom 1. bis 80. Tag 39 %, vom 1. bis 90. Tag 35 %, vom 1. bis 120. Tag 32 %.

Herr Dr. Duftschmidt berichtete aladann über seine Fahrweise. Er habe eine Gesamtausbeute von 150 gr. Das Produkt setzt sich wie folgt zusammen:

Gasol	14 % (über 80% Olefine)	
Benzin -179°	31 - 34 %	
Mittelöl 170-320°	19 %	
Paraffin -400°	11 %	} 23 %
" oberhalb 400°	17 %	
Rest wasserlösliche Alkohole.		

Die Fahrtemperatur liegt zwischen 240 und 300°. Gefahren wurde in einem 1,5 obm-Ofen 5 Monate lang. Dabei wurde kein Abfall der Leistung festgestellt. Das Schüttgewicht des Kontaktes (Eisenschmelzkontakt) beträgt 2/2.

Zuletzt sprach noch Dr. Michael über seine Arbeiten, indem er erst über seine Versuche im Röhrenofen mit einem modifizierten Eisensinterkontakt berichtete. Bei 20 atm und 230°C wird eine Leistung von 0,3 bis 0,35 erzielt, der Kontakt liefert 50 und mehr Prozent Paraffin, etwa 20 % Mittelöl und 20 - 25 % Benzin, dazu noch etwa 5 % Gasöl. Der Versuch ist im 20-ltr-Ofen gefahren worden.

Es wurden noch über die Schaumfahrweise nähere Angaben gemacht, bei der jedoch weniger Paraffin, nämlich 12 bis 15 %, erhalten werden. Der Gasanfall ist etwa 45 %.

Mittelöl	30 %
Gasöl	8 %

noch etwa 4 % Alkohole im Produktwasser.

Die Ofenleistung betrage bei 250° 0,35. Der Sumpf bestehe aus dem bei der Reaktion entstandenen Paraffin, der eine Kontaktsuspension von kolloidalem Eisen in einer Konzentration von 300 bis 350 kg/obm Kontaktraum enthält.

Es wurde darauf hingewiesen, dass die Fahrweise bereits in 1/2 obm-Ofen über viele Monate hindurch ausprobiert sei und dass ein grösserer Ofen von 14 obm Inhalt fahrbereit sei. Von Herrn Dr. Koelbel wurde geltend gemacht, dass das Vorhandensein so grosser heisser brennbarer Ölmengen im Hinblick auf die Kriegsverhältnisse ein Gefahrenmoment herbeibringe. Dr. Michael machte dagegen geltend, dass der grösste Teil des Sumpfes unter Atmosphärendruck nicht koche und infolgedessen bei Vorhandensein entsprechender Räume in der Erde mit verhältnismässiger Gefahr, falls ein Ofen undicht werden sollte (durch Bombeneinwirkung) in diesen unterirdischen Räumen aufgefangen werden könne.

Es wurde folgendes bezüglich Dr. Koelbel vereinbart:

Dr. Koelbel soll seinen Grossversuch bei Hoesch fahren.

Die Ruhrchemie fährt ihren Grossversuch in einem eigenen Ofen.

Der Kontakt von Dr. Scheuermann soll bei der Ruhrchemie vorläufig in einem 1/2 obm-Ofen ausprobiert werden.