

19. 4. 1943 Mi/Fe

1. M. 1943

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

"Die Frage des Kobalt-Ersatzes durch Eisen"

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

Anwesende:

Dr. Hagemann, Dr. Roelen, Dr. Heekel (Ruhrchemie)
Dr. Schouermann, Dr. Duftschmidt, Dr. Markert,
Dr. Bimmler, 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 Mastab gemacht. Holten ist in 14 Tagen soweit, einen grossen Betriebsofen anzufahren. Der dafür in Frage kommende Kontakt sei in halbertechnischem Mastab 1 1/2 Jahre gelaufen bei einem Druck von 8-12 at. Über die Versuche von Dr. Koelbel wisse er nur soviel, daß dieser 1 1/2 Jahre lang einen Versuch in halbertechnischem Mastab habe laufen lassen. Dr. Koelbel wolle bei Hösch 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 Syntheseeanlagen vorhanden, dazu käme noch eine Reserve. Der Kobaltverlust betrage zur Zeit pro Monat 7 to. 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 kohlenoxydreicherer Gas kann diese Veränderung der Produkte teilweise kompensiert werden.

Bezüglich der Ernennung des Kommissars Dr. Koelbel äusserte sich Dr. Hagemann dahin, daß 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, daß 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, daß nichts daran war.

Es wurde dann darüber gesprochen, ob auch ein I.G.-Kontakt in einem grossen Versuchsofen ausprobiert werden soll. Die grossen technischen Einheiten für Drucksynthese enthalten 10 cbm Kontakttraum 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 Versuchsofen, der für höhere Drücke und Temperaturen bis 2700° 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 Ofen 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 Versuchsofen 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 Ofen benützt werden können, ist 2250°. In Holten könnten 25 - 30 % der vorhandenen Ofen mit Eisenkontakt gefüllt werden.

Herr Dr. Roelen 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, das der Gasverbrauch dieser Gaszusammensetzung 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 Kontakttraum, 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 2250° nach oben begrenzt und liegt für die vorhandenen Ofen fest. Nach der Literatur erfordert der Eisenkontakt höhere Temperaturen. Für den Temperaturbereich oberhalb 2250° hat die Ruhrchemie einen Kontakt entwickelt, der bei 240 - 260° 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 P-Katalysator. Er ist halbtechnisch bei 20 atm erprobt. In viermonatigem 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°	16 %
Paraffin 320 - 460°	17 %
Paraffin oberhalb 460°	15 %
	32 %

Die Paraffinausbeute nimmt bei längerem Fahren ab. Vom Benzin sind 66 % in Phosphor-Schwefelsäure löslich. Die OH-Zahl im Benzin beträgt 24. Vom 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 225°C. Er beginnt bereits bei 170° zu arbeiten. Die Arbeitstemperatur liegt zwischen 200 und 215°. Er ist bisher 1 1/2 Monate gelaufen, zeigt aber noch keine wesentliche Abnahme der Leistung. Das Gas wird im Wassergasverhältnis verbraucht. Bei 90 % Umsatz werden 150 gr feste und flüssige Produkte erhalten, die sich folgendermassen zusammensetzen:

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

Gasol ist hierbei nicht eingerechnet,

Der Olefingehalt 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 Gaszufuhr 100 cbm Frischgas auf 1 cbm Kontaktraum. Der Kontakt kann in den vorhandenen Einrichtungen hergestellt werden. Sparmetalle werden nicht benötigt.

Über 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. Schenermann 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 -450°	19 %
" oberhalb 450°	43 %
62 %	

Die Versuche seien in 5 mtr langen Eisenrohren gefahren worden. Zwischen den einzelnen Stufen wurde das Produkt ohne die Kohlensäure 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 alsdann über seine Fahrweise. Er habe eine Gesamtausbeute von 150 gr. Das Produkt setzt sich wie folgt zusammen:

Gasol	14 % (über 80% Olefine)
Benzin -170°	31 - 34 %
Mittelöl 170-320°	19 %
Paraffin -400°	11 %
" oberhalb 400°	17 %
28 %	
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 2½.

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 here Angaben gemacht, bei der jedoch weniger Paraffin, nämlich 12 bis 15 %, erhalten werden. Der Benzinanfall 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 1½ obm-Ofen über viele Monate hindurch ausprobiert sei und dass ein grösserer Ofen von 14 obm Inhalt fahrbereit sei. Von Herrn Dr. Roese wurde geltend gemacht, dass das Vorhandensein so grosser heisser brennbarer Mengen 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 verhältnismässig geringerer 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 führt ihren Grossversuch in einem eigenen Ofen.

Der Kontakt von Dr. Scheuermann soll bei der Ruhrchemie vorläufig in einem 1½ obm-Ofen ausprobiert werden.