

BAG Target

Entwurf.

2463 - U/4. C3

An den
Beauftragten für den Vierjahrsplan
Generalbevollmächtigten für Sonderfragen
der chemischen Erzeugung
z.H. von Herrn Dr. Altpeter

900000297

Berlin W 9
Saarlandstr. 128

Betr.: Kobaltversorgungsfrage / Ihr Schreiben vom 16.1.1943

Wir kommen auf Ihr obengenanntes Schreiben an unsere Abteilung Hochdruckversuche in Ludwigshafen zurück, zu dem diese bereits mit Brief vom 10.2.1943 Stellung genommen hat. Wie wir inzwischen durch Herrn Dr. Kranepuhl erfahren haben, kommt es Ihnen jedoch nicht allein darauf an, einen Eisenkontakt mit völlig gleichen Eigenschaften, wie es der Ruhrchemie-Kobaltkontakt ist, zu erhalten. Sie möchten darüber hinaus auch über solche Möglichkeiten unterrichtet werden, in denen überhaupt der Eisen-Katalysator an Stelle des Kobalt-Katalysators treten kann, wobei den sich daraus ergebenden andersartigen Synthesebedingungen durch entsprechende apparative Veränderungen und dergl. Rechnung getragen werden kann. Wir werden uns nachstehend von diesem erweiterten Gesichtspunkt aus noch einmal ausführlich äußern.

Soweit wir unterrichtet sind, scheiterte bis jetzt der Ersatz des Kobalt- durch einen Eisen-Kontakt daran, daß die benutzten Syntheseöfen in der Reaktionstemperatur durch die Wasserdruckseite auf etwa 220° begrenzt sind. Wir nehmen an, daß die auch nach wie vor der springende Punkt ist und es also darauf ankommt, einen Eisen-Katalysator zu verwenden, der auch am Schlusse seiner Produktionszeit diese Temperatur nicht übersteigt. Wir berichten Ihnen im Folgenden von einem Katalysatortyp, der vielleicht am geeignetsten ist, an Stelle des Kobalt-Kontaktes zu treten, bei dem wir aber ^{noch} ~~noch eine ganze Reihe~~ von Vorbehalten bringen müssen. Es handelt sich um einen im Ammoniaklaboratorium, Oppau, entwickelten Kontakt. Wir haben gemeinsam mit dem Ammoniaklaboratorium die Anwendungsmöglichkeit des neuen Katalysators geprüft und versuchen im Folgenden, die wesentlichsten Punkte darzulegen, wie sie sich aus den bisherigen Versuchen von Oppau ergeben.

Kontakt

Es handelt sich um einen auf dem Fällungswege erzeugten Eisenkontakt, der geringe Mengen von Kupfer, Kalium, MgO und Kieselsäure enthält (von uns weiterhin als "Standardkontakt" bezeichnet). Sein Schüttgewicht beträgt unreduziert 0,42; pro Tonne Kontakt sind 60 kg Kupfer notwendig. Es wird vorteilhaft eine Korngröße von 2 - 4 mm angewandt. Seine Festigkeit übertrifft die des Ruhrchemie-Kobaltkontaktes beträchtlich. Er wurde seither in kleinen Laboröfen geprüft. Ferner lief ein Vierstufenversuch mit 4 je 5 m langen Eisenrohren, deren lichte Weite ca. 15 mm betrug. Die Abführung der Reaktionswärme erfolgte durch Oelumlaufl. Die eingebaute Kontaktmenge belief sich pro Rohr auf 0,8 - 1,0 l unreduziertem Kontakt. Zur Zeit wird weiterhin ein ca. 600 l fassender Versuchsofen (Einzelrohre \varnothing 15 mm ohne Verdrängerrohre) ausprobiert.

(Kühlung: siedendes Wasser)

Reduktion

Der Kontakt kann mit Wasserstoff oder auch dem als Synthesegas verwendetem Wassergas im Ofen selbst reduziert werden (200 - 230°). Er kommt dabei nach etwa 5 Tagen auf volle Produktion. Es ist also nicht wie bisher nötig, die Kontakte von einer zentralen Stelle mit einem besonderen Gase zu reduzieren. Man kann jedoch auch daran denken, um die Produktionskapazität des Synthese-Ofens besser auszunutzen, den Kontakt vorher in einem getrennten Reduktionsofen vorreduzieren, wodurch er schneller auf volle Leistung kommt.

Synthesbedingungen

Der Kontakt arbeitet am besten bei 12 Atm. Druck und höher. Man kann jedoch auch bei Drucken um 10 Atm. fahren. Man benutzt zweckmäßig ein Synthesegas, das gleiche Anteile CO und Wasserstoff enthält.

Der anorganische und organische Schwefel muß, ebenfalls wie bei Kobalt-Katalysator, entfernt werden. Wir haben jedoch den Eindruck, als ob der Eisen-Kontakt gegen organisch gebundenen Schwefel nicht ganz so empfindlich ist, wie der Kobalt-Kontakt.

Synthesetemperatur

In den kleinen Labor-Ofen lag die Temperatur bei einer Kontaktbelastung von 240 : 1 und einem CO-Verbrauch von ca. 38 % bei 230°.

Bei der Vierstufenfahrweise bei einer Gesamtbelastung von 120 : 1 wurde bei dieser Temperatur (230°) ein Gesamt CO-Umsatz von 84 % erreicht (Ausbeute ca. 150 g/N^m Raumzeitausbeute 0,45 kg/1/Tag). Berücksichtigt man, daß hierbei die Raumzeitausbeute höher liegt als zur Zeit bei Kobaltkontakten, so könnte man damit rechnen, daß bei entsprechender Herabsetzung der Gesamt-Kontaktbelastung die Synthesetemperatur noch gesenkt werden könnte, ob man dabei wesentlich unter 220° kommen wird, so daß noch eine genügende Temperaturreserve bleibt, können wir zur Zeit nicht sagen. Da ein bei uns in Oppau vorhandener/10 cbm-Syntheseofen dampfseitig bis 40 Atm. geht, was einer Betriebstemperatur von 250° entspricht, nehmen wir in Oppau bis jetzt an, daß technisch mit dieser Endtemperatur gerechnet werden könnte.

~~Neuerdings gelang es uns im Labor, durch andersgeartete Zusätze zu tieferen Synthesetemperaturen zu gelangen. Dieser Temperatur senkung ~~...~~, da sie auf Kosten der von uns erstrebten Paraffinerzeugung ~~...~~ vorläufig keine Beachtung geschenkt. Einer weiteren Verfolgung dieses Befundes steht aber im Bedarfsfalle nichts entgegen. x~~

	Temperatur	CO-Umsatz	stdl. Kont. Belastg.	Paraffin	320°
Neue Kontakte	220	35	720 : 1		12
Standardkontakt	220	19	720 : 1		75

Das gleiche, hinsichtlich der Temperatursenkung und Ansteigen des Gehaltes an niedrigsiedenden Produkten, gilt auch für den Standard-Kontakt; wenn man in ihm die Kieselgurmenge erhöht und mit dem MgO-Gehalt heruntergeht, evtl. bis zum völligen Wegfall des MgO. ? *Wissenswert P. Anm.!*

x *Wissenswert im eph. ...*

Produkt

Das Charakteristische für ^{neu} Standard-Kontakt ist die Erzeugung eines verhältnismäßig hohen Betrages an hochsiedenden Anteilen. Es werden mitunter bis 70 % über 320° Siedendes erhalten. Man kann also die Synthese in erster Linie als eine Paraffin-Synthese bezeichnen. Das Gesamtprodukt setzt sich wie folgt zusammen:

(Vierstufenverfahren-Versuch 677 - 680 - bei 230°C)

- 195°:	Benzin	26 %
- 320°:	Mittelöl	12 %
- 450°:	Paraffin	19 %
> 450°:	Paraffin	43 %

100 %.

Hierbei muß aber noch ein Unterschied erwähnt werden. Bei Kobaltkontakten erhält man praktisch ^{keine} sauerstoffhaltigen und ungesättigte Verbindungen. Bei dem vorliegenden Eisenkatalysator hat man dagegen rund 10 % Alkoholgehalt und einen Olefingehalt von 50 - 35 % im Gesamtanfall. Wie ~~wir~~ experimentell festgestellt ~~haben~~, stört dieser Sauerstoffgehalt für die Paraffinoxydation nicht. Es ist auch anzunehmen, daß im Bereich des Dieselöles der Sauerstoffgehalt keine Rolle spielt, allerdings wird die Qualität des Öles als Aufbesserungskomponente für minderwertige Öle etwas leiden. In der Benzinfraktion wird vermutlich der Sauerstoffgehalt ebenfalls keine Produktverschlechterung ergeben.

Ausbeute

Durch Verwendung des Wassergases ist die Ausbeute etwas erhöht. Wir haben bei den Versuchen in Oppau unser synthetisches Gasgemisch (48,5 % CO, 48,5 % H₂, 1,0 % CH₄, 2 % N₂) in 4 Stufen umgesetzt und praktisch dabei 140 - 160 g/l Produkt bei 230° erhalten, ohne zwischengeschaltete Abscheidung der Kohlensäure. Die festen und flüssigen Produkte (Benzin, Mittelöl, Paraffin) wurden jedoch nach jeder Stufe herausgenommen. ^{h0}

Gaszwischenbehandlung

Hier muß noch einmal auf die bereits in unserem Brief vom 10.2.1943 erwähnte Tatsache hingewiesen werden, daß der Sauerstoffgehalt des Gases nicht, wie das beim Kobalt-Kontakt geschieht, praktisch nur als H₂O ausgeschieden wird, sondern etwa zur Hälfte als CO₂ und zur anderen Hälfte als H₂O in dem Endprodukt erscheint. Ist man deshalb von einem Gas CO : H₂ = 1 : 1 aus, und wird es, wie bei dem Standard-Kontakt der Fall, in diesem Verhältnis umgesetzt, so ist das Restgas ohne weiteres wieder synthesegerecht.

Kontaktlieferung

Es hat sich herausgestellt, daß der Standard-Kontakt verhältnismäßig unempfindlich gegen CO₂ ist. Es besteht also noch die Möglichkeit, daß man vielleicht ohne CO₂-Wäsche zwischen den Stufen auskommt. Dabei ist aber zu beachten, daß [Oppau] bislang mit CO₂-freiem Syntheseeingangsgas gefahren ist. Wie sich dies mit technischem Wassergas gestaltet, muß der Versuch zeigen.

2403 - 0/4 03

Aus dem Synthese-Restgas hinter der letzten Stufe braucht die Kohlensäure nicht entfernt zu werden. Man kann es unmittelbar durch die vorhandene A-Kohle-Anlage fahren, die leichten Kohlenwasserstoffe und das Gasol weitgehend gewinnen und dann das Restgas verfeuern.

Lebensdauer und Regenerationsdes Kontaktes

Der Standard-Kontakt ^{Romula} kommt in Oppau im kleinen 150 Tage gefahren werden. Dabei ging seine Aktivität (100 %) auf etwa 80 % zurück. Über seine Lebensdauer im größeren und die Regenerierbarkeit im Ofen durch H₂-Behandlung oder Extraktion kann einstweilen noch keine bestimmte Aussage gemacht werden. Jedoch dürften sich damit die gleichen Vorteile wie für den Co-Kontakt herausholen lassen. Eine Aufarbeitung des Katalysators durch Lösen und Umfällen bietet keine Schwierigkeit.

Wie könnte die Umstellung auf Fe-Kontakt vor sich gehen?

Es würde sich unserer Ansicht nach empfehlen, den Eisen-Katalysator zuerst bei den Mitteldruckanlagen einzusetzen und die hierdurch freiwerdende Kobaltmenge zum Nachschießen für die drucklosen Synthese-Anlagen zu verwenden. Damit wäre auch deren Kontaktbedarf für längere Zeit gesichert. Es ist wahrscheinlich möglich, bis dahin auch einen drucklos arbeitenden Eisenkontakt auszuarbeiten.

Die Kontaktherstellung und Regeneration könnte, da es sich um einen Fällungskontakt handelt, wahrscheinlich ohne weiteres in der Anlage der Ruhrchemie durchgeführt werden. Es könnte jedoch auch eine der beiden Katorfabriken, Ruhrchemie und Schwarzheide, auf Eisenkontakt umgestellt werden, während die andere weiterhin Kobaltkontakt verarbeitet.

Patentschutz

Über das Verfahren mit dem geschilderten Kontakt läuft eine Patentanmeldung, die unter dem folgenden Kennzeichen eingereicht ist:

(Wird von Oppau durch FS an Me geschrieben)

Es sind ferner mehrere Anmeldungen in Vorbereitung.

Weiterbearbeitung des Problems

Kontaktarbeit

Unsere nächste Arbeit in Oppau wird darauf gerichtet sein, den Katalysator reproduzierbar auf niedrigerer Synthesetemperatur zu bringen.

Großversuch

Um baldmöglichst Erfahrungen in technischem Maße zu gewinnen, sind wir bereit, uns mit Ruhrchemie in Verbindung zu setzen und einen von uns hergestellten Kontakt auch in einem dortigen Versuchsofen betreiben lassen. Wir glauben, daß wir auf diese Weise am schnellsten zu einem klaren technischen Ergebnis kommen. Der dafür benötigte Kontakt könnte in Oppau hergestellt werden.

Nachdem wir nunmehr die Sachlage geschildert haben, möchten wir nicht unterlassen, Sie darauf aufmerksam zu machen, daß wir durch erfolgte und noch drohende Einberufungen an der Weiterverfolgung dieses Problems stark gehindert werden. Wir sind

zur Zeit dabei zu prüfen, ob wir durch personelle Umstellung und dergl. in der Lage sind, den Großversuch bei der Kohlenchemie zu machen und die Kleinversuche in Oppau weiterzuführen. Wir halten uns vor, auf diese Frage noch einmal zurückzukommen, falls wir durch die drehenden Einziehungen so große Schwierigkeiten sehen, das als Ergebnis der Untersuchungen in Frage gestellt ist.

Im Übrigen glauben wir, das Ihnen mit den vorstehenden Ausführungen gedient ist, ~~stehen aber für evtl. Rückfragen gern zur Verfügung.~~

Heil Hitler!