

3454 - 30/5.01 - 17

Miscellaneous Papers on Iron  
Catalyst Synthesis

---

Obh.-Höfen, den 3. September 1940  
RCH.Abt.DVA. Hr./Vg.-

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

In der Anlage finden Sie die gewünschte Aufstellung mit den wichtigsten Daten über die bei uns eingesetzten Eisenkontakte.

In Spalte 2 sind die Ergebnisse des Lurgi-Kontaktes aufgeführt.

Von allen bisher gefahrenen Eisenkontakten heben sich die Versuche

- a) mit dem Fällungskontakt der Lurgi (2. Spalte),
  - b) " " reduzierten Luxmassekontakt des F.L.(4.Spalte)
  - und c) " " " Fällungskontakt (mit KOH gefällt)
- des F.L. (6. Spalte)

besonders heraus.

Das zuletzt in Spalte 6 aufgeführte Ergebnis wurde bisher in den ersten 13 Tagen des Versuches erzielt. Der Ofen ist z.Zt. noch in Betrieb und wird unter Beibehaltung eines  $\text{CO} + \text{H}_2$ -Umsatzes von rd. 75 % unverändert weitergefahren. Besonders auffallend ist die hohe praktische Ausbeute an flüssigen Produkten und der Anteil an über  $320^\circ\text{C}$  siedend mit 50 Gew.-%.

Ddr.: H.

Ergebnisse mit Fe - Kontakten und Wassergas in Ofen 11.

Kontakt	PHLUNGSKONTAKT 100Fe, 30Cu, 5Cu. mit 1/20n NaOH imprägniert unreduziert mit NaOH gefüllt.	PHLUNGSKONTAKT L - Kontakt 100Fe, 40Cu, 5Al. 120 Kgr. reduziert mit NaOH gefüllt.	LUXMASSEKONTAKT 100Fe, 50Cu, 10 Kgr. unreduziert.	LUXMASSEKONTAKT 100Fe, 50Cu, 10 Kgr. reduziert	PHLUNGSKONTAKT 100Fe, 10Cu, 5Cu, 100 Kgr. mit NaOH gefällt.	PHL.-KONT. 100Fe, 10Cu, 5Cu, 5 Cu, 100 Kgr mit NaOH gefällt.
Versuchsdauer	1. Stdn. 145. - 274.	14 + 7	7	1180	131. - 537.	0 - 300
Belastung	6. - 12.			49	17	13
Em <sup>3</sup> /Norm.-Vol.	1,01	1,00	0,96	1,02	1,00	1,00
Temperatur °C	257,3	257	257	253	252 - 255	240.
Gasdruck atd	20	20	20	20	20	20
Kreislauf	0	1 + 2	1 + 1,7	1 + 3	1 + 2,4	1 + 2,7
Kontraktion in %	30	51	45	51	50	56
CO : H <sub>2</sub> 1. Wassergas	1,28	1,30	1,27	1,28	1,27	1,28
CO : H <sub>2</sub>	0,85	1,18	1,15	1,14	1,14	1,13
Verbrauchverhältnis	45	68	63	73	69	75
CO + H <sub>2</sub> -Umsatz	54	59	55	49	52	56
CO + H <sub>2</sub> -Verfl.-Grad	9,4	8,4	10,7	14	12	9
CH <sub>4</sub> bez. auf CO-Ums.	52	101	95	98	83	115
Ansichte an flü. Prod. g/Em <sup>3</sup> Futages	55	32 Gew.-%	35 Gew.-%	44 Gew.-%	41 Gew.-%	30 Gew.-%
Siedelage: -100 °C	55	53	55	65	63	50
-200 °C	55	53	55	65	63	50
-320 °C	82	53	55	65	63	50
Oberh. 320 °C	17	46	42	32	35	50
Olefine: -200 °C	59 Vol.-%	61 Vol.-%	61 Vol.-%	61 Vol.-%	77 Vol.-%	70 Vol.-%
200-320 °C	58	47	47	47	55	55

Druckversuchsanlage.

Herrn Professor M a r t i n .

Betr.: Zusammensetzung der Produkte aus dem Versuch mit Wassergas im Kreislauf über Eisen-Füllungskontakt.

In der Zeit vom 29.8. - 10.9.1940 (201. - 459.Betr.-Stunde) wurden die Produkte von Ofen 11 7. Füllung gesammelt und zu einem Teil an das Labor Dr. V e i d e zur Untersuchung und zu einem größeren Teil an das Forschungslabor für die Cxo-Synthese gegeben.

Der Ofen arbeitete in dieser Zeit wie folgt:

Belastung:	1,02-Nm <sup>3</sup> Wassergas/Norm.Vol.
Gasdruck:	19 - 20 atü.
Kreislauf:	1 + 2,7
Temperatur:	im $\beta$ 242 °C (239 - 243 °C)
Kontraktion:	55 %
CO + H <sub>2</sub> -Umsatz:	77,5 %
CO + H <sub>2</sub> -Verfl.-Grad:	56,2 %
CO-Umsatz :	80,5 %
CO : H <sub>2</sub> -Verbr.-Verh.:	1 : 1,16
CO : H <sub>2</sub> im Wassergas:	1 : 1,28 .

Die Ausbeute an flüssigen Produkten war 114 g/Nm<sup>3</sup> Nutzasgas, sodaß eine Gesamtausbeute im Zweistufenbetrieb bei vollständigem CO-Umsatz unter Beibehaltung gleichbleibenden CO + H<sub>2</sub>-Verfl.-Grades und CO - H<sub>2</sub>-Verbrauchsverhältnisses von 141,5 g flüssige Produkte/Nm<sup>3</sup> Nutzasgas erreicht wird.

Hinzu kommen etwa 15 g Gasol/Nm<sup>3</sup> Nutzasgas, die rd.70 Vol.-% ungesättigte Bestandteile enthalten.

Die Untersuchung der flüssigen Produkte im Labor Dr. V e i d e sind zu einem Teil abgeschlossen und haben folgende Ergebnisse gebracht:

Das Gesamtprodukt wurde über die Widmer-Kolonne destilliert,  
wobei ab 250 °C im Vakuum gearbeitet wurde.

Es teilte sich auf zu

- 200 °C	29,0 Gew.-%	(Benzindestillat)
200 - 320 "	14,2 "	(Öldestillat)
oberh. 320 "	56,8 "	(Paraffin)

Das so herausgeschnittene Benzin- und Öldestillat hatte folgende  
Eigenschaften:

a.) Benzindestillat (- 200 °C siedend):

Siedeanalyse (ASTM)

Siedebeginn	33 °C	Vol.-%
- 40 "		2,5
- 60 "		15,0
- 80 "		27,5
-100 "		40,5
-120 "		52,5
-140 "		65,5
-160 "		77,0
-180 "		89,0
-200 "		94,5
Siedende	212 "	96,0
Verlust		1,5
Siede-Kennziffer	117,4	
Olefine	77,5 Vol.-%	(schwefelsäurelösliche Bestandteile)
Anilinpunkt	27,2	
Spez. Gewicht	0,714	bei 15 °C
Dampfdruck nach Reid	0,70 atü	bei 40 °C
Oktanzahl	47,3	(Research)
Jodzahl	165,5	
Refr.-Zahl	1,4010	

b.) Siedestillat (200 - 320 °C siedend):

Siedeanalyse (Engler)

Siedebeginn	°C	Vol.%
202	0	
- 200 "		0
- 210 "		4,0
- 220 "		12,5
- 230 "		29,0
- 240 "		43,4
- 250 "		46,5
- 260 "		67,0
- 270 "		75,0
- 280 "		82,5
- 290 "		88,0
- 300 "		91,5
- 310 "		94,0
- 320 "		96,0
Siedeende	329	97,0
Rückstand		2,0

Siede-Kennziffer 251,3

Olefine 65,5 Vol.% (schwefel- und säurelösliche Bestandteile)

Spez. Gewicht 0,783 bei 15 °C

Cetan-Zahl 72,0

Jodzahl 71,0

Flammpunkt 66 °C

Diese Daten stimmen im wesentlichen mit unseren Betriebsanalysen überein, nur das bei uns, scheinbar infolge Cracking, der Anteil an über 320 °C siedend um rd. 6 Gew.% bei der gewöhnlichen Engler-Analyse geringer war.

Ddr.: Hg

Druckversuchsanlage.

Herrn Professor M a r t i n .

Betr.: Charakter der Produkte aus der Synthese  
mit Wassergas über Eisenkontakt. (Ofen 11, 7. Füllung)

Die Untersuchung der Produkte aus der Wassergas-Synthese  
mit Eisen-Fällungskontakt brachte in der 72 tägigen Laufzeit  
des Ofens folgende Ergebnisse:

1. Olefingehalt ( $P_2O_5$  - schwefelsäurelösliche Bestandteile) :

Gasol		70 Vol.%,
Benzin	- 200 °C	78 " "
Öl	200 - 320 "	68 " "

2. Säuregehalt:

a) NZ im A.K.-Benzin		0,05 mg KOH/g ,
" " Ölkondensat		6,0 " " ,
" " Reaktionswasser		11,0 " " ,
b) NZ im Benzindestillat	- 200 °C	5,7 " " ,
" " Öldestillat	200 - 320 "	0,9 " " .

3. Wasserlösliche Produkte:

20 g/Liter Reaktionswasser =	2,12 g/Km <sup>3</sup> Wassergas,
NZ der wasserlöslichen Produkte	191,5 mg KOH/g ,
Dichte d. " " " "	0,896.

Zu den vorstehenden Zahlen ist folgendes zu bemerken:  
Das Gasol mit seinem hohen Olefingehalt von rd. 70 Vol.% ist  
für die Herstellung von Polymerbenzin besonders geeignet.

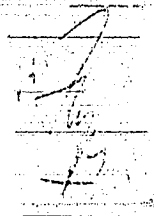
Die Olefingehalte im Benzin und Öl sind als schwefel-  
säurelösliche Bestandteile angegeben, hier sind die sauerstoff-  
haltigen Bestandteile, die demnächst noch genau festgestellt  
werden, in Abzug zu bringen.

Der Säuregehalt in den Kondensationsprodukten, wie  
A.K.-Benzin, Ölkondensat und Reaktionswasser ist bei der

Erstellung

Erstellung von Neuanlagen besonders zu berücksichtigen.  
Interessant erscheint die Tatsache, daß das A.K.-Benzin vom Siedebereich 27 - 140 °C nur eine NZ von 0,05 mg KOH/g, während das Benzindestillat bis 200 °C eine NZ von 5,7 mg KOH/g hat. Hieraus erkennt man eindeutig, daß der größte Teil der in den Produkten gelösten organischen Säuren im Siedebereich von 100 - 200 °C liegt.

Die Dichte der durch Ätherextraktion gewonnenen wasserlöslichen Produkte (aus dem Reaktionswasser) mit 0,896 läßt darauf schließen, daß es sich hierbei in der Hauptsache um Alkohole und Ester handelt. Ebenso geht aus dem Säuregehalt dieser wasserlöslichen Produkte hervor, daß nur 1/3 der tatsächlich im Reaktionswasser vorhandenen Säuren durch Äther bei der Extraktion herausgenommen werden.



Ddr.: Hg.



Druckversuchsanlage

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

Betr.: Versuche zur Gewinnung von Paraffingatsch mit Eisenkontakt.

Die bei uns eingesetzten Eisenkontakte zur Gewinnung von Paraffingatsch für die Fettsäuresynthese brachten verschiedene Ergebnisse.

Die größte Menge an Paraffingatsch oberhalb 320 °C siedend wurde mit dem zuletzt eingefüllten Kontakt in Ofen 11 - 100 Fe, 10 Ca, 5 Cu, 100 Kgr. mit KOH gefällt - erreicht. Der Ofen brachte in seiner 67-tägigen Laufzeit bei einem CO + H<sub>2</sub>-Umsatz von rd. 75 % etwa 108 g flüss. Produkte/Nm<sup>3</sup> Nutzgas, die sich auf die einzelnen Fraktionen wie folgt verteilen:

- 200 °C	38,6 Gew.%,
200 - 320 "	17,4 " ,
oberh. 320 "	44 " ,
320 - 460 "	14 " ,
oberh. 460 "	30 " .

Der Paraffingatsch oberh. 320 °C siedend enthält somit  
32 Gew.% Weichparaffin und  
68 " Hartparaffin.

Nach diesen Daten sind für die Fettsäuresynthese direkt verwendbar 14 Gew.% vom Gesamtprodukt = 32 Gew.% des Paraffingatsches, während 30 Gew.% vom Gesamtprodukt = 68 Gew.% des Paraffingatsches Hartparaffin darstellen, die gegebenenfalls durch Cracking für die Fettsäuresynthese gangbar gemacht werden können. Berücksichtigt man hierbei, daß etwa 60 - 70 für die Oxydation geeignete Öle erhalten werden, so bekommt man immerhin noch rd. 20 Gew.% vom Gesamtprodukt, sodaß die Gesamtmenge für die Fettsäuresynthese

rd. 34 Gew.% vom Gesamtprodukt  
betragen wird.

Auffallend

Auffallend gering war der Gehalt an Tafelparaffin in der Fraktion von 320 - 460 °C mit nur 3 Gew.% vom Gesamtprodukt, d.h. keineswegs mehr, als man aus der gewöhnlichen MD-Synthese über Kobaltkontakt erhält.

Ebenso ist der direkt in die Oxydation einzusetzende Anteil mit 14 Gew.% vom Gesamtprodukt auch nicht höher, als er z.Zt. in Ofen 10 mit Wassergas im Kreislauf 1 + 3 in der MD-Synthese über Kobaltkontakt erreicht wird.



Ddr.: Ea.

Durchschrift

Betr.: Bisherige Ergebnisse in der MD - Synthese.

In der Anlage DVA Nr. 54 sind die bisherigen Ergebnisse in der MD-Synthese bis April 1939 tabellarisch zusammengestellt.

Für die Gegenüberstellung der Versuchsdaten bezüglich Vergasung und Ausbeute wurde die Basis eines 75 %igen CO-Umsatzes gewählt. Wenn auch nicht immer dieser Vergleich in linearer Richtung exakt möglich ist, so lassen sich doch bestimmte Schlussfolgerungen aus diesen Ergebnissen ziehen:

1.) In der Druckversuchsanlage wurden mit den verschiedensten Öfen (der Bauart nach) in vielen kurz- und langfristigen Versuchen (bis 107 Tage) von Oktober 1937 bis Oktober 1938 folgende Daten erzielt:

CO-Umsatz	:	75 %
CH <sub>4</sub> +CnHm bez. auf CO-Umsatz	:	14 %
CO <sub>2</sub> bez. auf CO-Umsatz	:	2,5 %

Gesamtvergasung bez.  
auf CO-Umsatz : 16,5 %

praktische Ausbeute  
an flüss. Prod.  
bei 75 % CO-Umsatz  
g/Nm<sup>3</sup> Idealgas : 121.

Die Kontakte aus November 1938 bis Februar 1939 zeigen in den Öfen der RB und im Ofen 8 der DVA eine weit höhere Vergasung, als sie aus den Versuchen vor dieser Zeit in der DVA, wie dies unter 1. festgestellt wurde, *bekannt ist.*

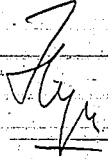
Beispielsweise betrug die Methanbildung in vielen Fällen bei CO-Umsätzen von 60 - 65 % rd. 28 - 35 % vom umgesetzten CO.

In Einzelfällen wurde zudem, wo dieses überhaupt aus analytischen Gründen festzustellen möglich war, eine starke

starke zusätzliche  $\text{CO}_2$ -Bildung gefunden.

- 3.) Die geringere Vergasung der Kontakte aus der Zeit von März 1939 bis April 1939 zeigt sich in den Daten der Gesamtanlage RB, wo die teils hohe Vergasung durch bessere Öfen kompensiert wird, aber immerhin noch hoch erscheint. So wurde hier bei einem CO-Umsatz von 80 % etwa 17 %  $\text{CH}_4$  vom umgesetzten CO gebildet.

Anlage: Beispiel zur Auswertung einer Restgasanalyse.



Jahr	W. Nr.	Exp. Nr.	Exp. Beschreibung	Exp. Nr.	Exp. Menge	Exp. Preis	Exp. Wert	Exp. Bemerkung
1937	3	40	...	...	...	...	...	...
1938	3	...	...	...	...	...	...	...
1939	7	...	...	...	...	...	...	...
1940	...	...	...	...	...	...	...	...
1941	...	...	...	...	...	...	...	...
1942	...	...	...	...	...	...	...	...
1943	...	...	...	...	...	...	...	...
1944	...	...	...	...	...	...	...	...
1945	...	...	...	...	...	...	...	...
1946	...	...	...	...	...	...	...	...
1947	...	...	...	...	...	...	...	...
1948	...	...	...	...	...	...	...	...
1949	...	...	...	...	...	...	...	...
1950	...	...	...	...	...	...	...	...
1951	...	...	...	...	...	...	...	...
1952	...	...	...	...	...	...	...	...
1953	...	...	...	...	...	...	...	...
1954	...	...	...	...	...	...	...	...
1955	...	...	...	...	...	...	...	...
1956	...	...	...	...	...	...	...	...
1957	...	...	...	...	...	...	...	...
1958	...	...	...	...	...	...	...	...
1959	...	...	...	...	...	...	...	...
1960	...	...	...	...	...	...	...	...
1961	...	...	...	...	...	...	...	...
1962	...	...	...	...	...	...	...	...
1963	...	...	...	...	...	...	...	...
1964	...	...	...	...	...	...	...	...
1965	...	...	...	...	...	...	...	...
1966	...	...	...	...	...	...	...	...
1967	...	...	...	...	...	...	...	...
1968	...	...	...	...	...	...	...	...
1969	...	...	...	...	...	...	...	...
1970	...	...	...	...	...	...	...	...

117, 10.5.1939

*[Handwritten signature]*

Das Buch ist die... (Bücher...)

DVA 55

Datum der Prüfung	Thematik	Offen 1/1	Kontext Klausur	Offen gleiche Punkte zu 100		Bewertung von 0 bis 10	Bewertung von 0 bis 10	Mehrwahl Punkte zu 100		Bewertung von 0 bis 10	Bewertung von 0 bis 10	Bewertung von 0 bis 10
				Frage 1/1	Antwort 1/1			Frage 1/1	Antwort 1/1			
Januar 1988	70% Mineralogie 1.3 bis 1.4	3	100	100	70	100	100	100	100	100	100	100
Oktober 1988	70% Mineralogie Klausur 3.3 bis Klausur 2.0	3	100	100	86	100	100	100	100	100	100	100
April 1989	70% Mineralogie Klausur 1.2 bis Klausur 1.3	1	100	100	71	100	100	100	100	100	100	100

Über dem vorhandenen Text mit folgenden

- 1) Bei gleicher CO-Belastung von 75% wird die gleiche praktische Ausbildung erreicht. M.B.S. M.B.S. M.B.S. M.B.S.
- 2) Die wichtigsten analytischen Verfahren sind die folgenden:
  - a) die chemische Analyse
  - b) die röntgenoptische Methode
  - c) die Röntgenfluoreszenzanalyse
  - d) die Röntgenbeugung
  - e) die Röntgenabsorptionsspektroskopie
  - f) die Röntgenphotoelektronenmikroskopie
  - g) die Röntgenkristallographie
  - h) die Röntgeninterferometrie
  - i) die Röntgenrefraktometrie
  - j) die Röntgenpolarimetrie
  - k) die Röntgenpolarisationsmikroskopie
  - l) die Röntgenpolarisationsinterferometrie
  - m) die Röntgenpolarisationsrefraktometrie
  - n) die Röntgenpolarisationsabsorptionsspektroskopie
  - o) die Röntgenpolarisationsbeugung
  - p) die Röntgenpolarisationsinterferometrie
  - q) die Röntgenpolarisationsrefraktometrie
  - r) die Röntgenpolarisationsabsorptionsspektroskopie
  - s) die Röntgenpolarisationsbeugung
  - t) die Röntgenpolarisationsinterferometrie
  - u) die Röntgenpolarisationsrefraktometrie
  - v) die Röntgenpolarisationsabsorptionsspektroskopie
  - w) die Röntgenpolarisationsbeugung
  - x) die Röntgenpolarisationsinterferometrie
  - y) die Röntgenpolarisationsrefraktometrie
  - z) die Röntgenpolarisationsabsorptionsspektroskopie
- 3) Die wichtigsten analytischen Verfahren sind die folgenden:
  - a) die chemische Analyse
  - b) die röntgenoptische Methode
  - c) die Röntgenfluoreszenzanalyse
  - d) die Röntgenbeugung
  - e) die Röntgenabsorptionsspektroskopie
  - f) die Röntgenphotoelektronenmikroskopie
  - g) die Röntgenkristallographie
  - h) die Röntgeninterferometrie
  - i) die Röntgenrefraktometrie
  - j) die Röntgenpolarimetrie
  - k) die Röntgenpolarisationsmikroskopie
  - l) die Röntgenpolarisationsinterferometrie
  - m) die Röntgenpolarisationsrefraktometrie
  - n) die Röntgenpolarisationsabsorptionsspektroskopie
  - o) die Röntgenpolarisationsbeugung
  - p) die Röntgenpolarisationsinterferometrie
  - q) die Röntgenpolarisationsrefraktometrie
  - r) die Röntgenpolarisationsabsorptionsspektroskopie
  - s) die Röntgenpolarisationsbeugung
  - t) die Röntgenpolarisationsinterferometrie
  - u) die Röntgenpolarisationsrefraktometrie
  - v) die Röntgenpolarisationsabsorptionsspektroskopie
  - w) die Röntgenpolarisationsbeugung
  - x) die Röntgenpolarisationsinterferometrie
  - y) die Röntgenpolarisationsrefraktometrie
  - z) die Röntgenpolarisationsabsorptionsspektroskopie

Die wichtigsten analytischen Verfahren sind die folgenden: a) die chemische Analyse, b) die röntgenoptische Methode, c) die Röntgenfluoreszenzanalyse, d) die Röntgenbeugung, e) die Röntgenabsorptionsspektroskopie, f) die Röntgenphotoelektronenmikroskopie, g) die Röntgenkristallographie, h) die Röntgeninterferometrie, i) die Röntgenrefraktometrie, j) die Röntgenpolarimetrie, k) die Röntgenpolarisationsmikroskopie, l) die Röntgenpolarisationsinterferometrie, m) die Röntgenpolarisationsrefraktometrie, n) die Röntgenpolarisationsabsorptionsspektroskopie, o) die Röntgenpolarisationsbeugung, p) die Röntgenpolarisationsinterferometrie, q) die Röntgenpolarisationsrefraktometrie, r) die Röntgenpolarisationsabsorptionsspektroskopie, s) die Röntgenpolarisationsbeugung, t) die Röntgenpolarisationsinterferometrie, u) die Röntgenpolarisationsrefraktometrie, v) die Röntgenpolarisationsabsorptionsspektroskopie, w) die Röntgenpolarisationsbeugung, x) die Röntgenpolarisationsinterferometrie, y) die Röntgenpolarisationsrefraktometrie, z) die Röntgenpolarisationsabsorptionsspektroskopie.

26.6.89  
Klyse