

3450

~~3540~~ - 30/501 - 2

*fm*

Niederschrift über die Vortragsitzung am 10. September 1940  
im KWI Mülheim/Ruhr.

(Anzahl der Teilnehmer ca. 28.)

1. Einleitender Vortrag von Franz Fischer.

Ausgehend von den Versuchen über die Bildung von Synthol habe er schon sehr früh gefunden, dass fallender Druck die Bildung sauerstoffhaltiger Produkte zurückdränge und mehr und mehr Kohlenwasserstoffe gebildet würden. Diese Feststellung führte zur Normaldruck-Synthese.

Später habe man im KWI gefunden, dass vom Synthol kein kontinuierlicher Übergang zur ND-Synthese führte sondern dass bei 4 - 20 atü ein Optimum an Ausbeute, Lebensdauer usw. liege. Diese zuerst bei Kobalt getroffenen Feststellungen hätten auch für Eisen bestätigt werden können. Nach dem heutigen Stand sei die Synthese mittels Eisenkatalysoren folgendermassen zu kennzeichnen:

1. Die Ausbeute sei mindestens gleich hoch wie bei Kobalt
2. Die Lebensdauer betrage ein Vielfaches; 1 Jahr sei leicht zu erreichen.
3. Die Temperatur sei höher.
4. Im Synthesegas müsse mehr CO als H<sub>2</sub> enthalten sein.
5. Anscheinend könne von Eisen auch Kohlendioxyd leichter zu höheren Kohlenwasserstoffen verarbeitet werden.

H. Pichler: "Über die Synthese mittels Eisenkatalysatoren."

Nach Auffindung der Mitteldrucksynthese entstand die Frage, kann man Kobalt durch Eisen ersetzen? Schon 1913 hat die BASF Kohlenoxyd katalytisch mittels Eisenkatalysatoren zu höheren Kohlenwasserstoffen bei hohen Drücken reduziert. 1923 haben Fischer und Tropsch bei 150 atü mit Eisen Synthol erzeugt. Fischer und Zerbe beobachteten 1923, das an alkalisierten Eisenspänen die Ausbeute an Kohlenwasserstoffen zu und an sauerstoffhaltigen Produkten abnahm, wenn der Reaktionsdruck gesenkt wurde. 1926 fanden Fischer und Tropsch die Erdölsynthese bei sie an Eisenkatalysatoren an 300<sup>o</sup> und normalen Druck flüssige Kohlenwasserstoffe erhielten. In der Folgezeit war man bemüht, durch Veränderung der Herstellungsbedingungen wie z.B. durch Zusätze und dergl. die Aktivität zu erhöhen. 1928 erhielt man bei 240 - 250<sup>o</sup> nicht mehr als 30 - 40 ccm fl. Prod. je m<sup>2</sup>, während die Lebensdauer nur wenige Tage betrug.

Schon 1927 haben Fischer und Tropsch Wassergas mittels einer Röstkators bei 15 atü umzusetzen versucht. Sie erhielten jedoch nur geringe Mengen ölige Substanzen, und die Ergebnisse waren ungünstiger als bei ND.

1934 betragen die Ausbeuten der ND-Synthese noch immer 30 - 40 g/m<sup>2</sup> bei einer Lebensdauer von ca. 8 Tagen. 1934 - 36 haben Fischer und Mayer Eisenfällungskatalysatoren mit Kupfer hergestellt. Mit diesen erhielten sie bei ND 50 - 60 g/cbm mit einer Lebensdauer von 4 - 6 Wochen. 1936 haben Fischer und Ackermann kupferfreie Fällungskatalysatoren hergestellt und hiermit aus Synthesegas 1 CO : 2 H<sub>2</sub> 55 g/cbm erzielt, nach 3 Wochen jedoch schon ein Abfall auf unter 40 g bemerkt. Wurde ein Synthesegas 2 CO : 1 H<sub>2</sub> verwendet, so trat schnelles Erlahmen ein. Die Ausbeuten waren also weniger als halb so gross wie bei der damals schon technisch ausgeübten Kobalt-Synthese. Die Aufgabe bestand also 1936 darin, eine wesentliche Erhöhung der Ausbeute und der Lebensdauer der Eisenkatalysatoren zu erreichen.

Als Ergebnis dieser Versuche kann jetzt gesagt werden, dass Eisenkatalysatoren, welche in bestimmter Weise vorbehandelt

sind, die Ausbeute von Kobaltkatalysatoren erreichen und eine praktisch vollständige Aufarbeitung des Gases ermöglichen.

Ende 1957 hat Fischer erstmalig über die neueren Ergebnisse mit Eisenkatalysatoren berichtet, im Interesse einer schnelleren Verwirklichung der praktischen Anwendung. Im letzten Jahre sind diese Versuche intensiv weiter verfolgt worden und haben zu verschiedenen Anmeldungen der Studiengesellschaft geführt. Letztere sind teilweise veröffentlicht, sodass nunmehr eine Aussprache im Kreise der Interessenten angebracht erscheint.

#### Herstellung der Katalysatoren.

Technisches Eisen wurde in Salpetersäure aufgelöst, mit Soda oder Ammoniak gefällt, heiss filtriert, gewaschen, evtl. wurde Alkali zugesetzt und dann getrocknet. Soll die Masse zu Pastillen gepresst werden, so müssen besondere Vorkehrungen getroffen werden, um die Wirksamkeit zu erhalten (Auflockerung). Man hat sich im KWI auf reine Eisenkatalysatoren beschränkt, d.h. auf solche, welche ausser Eisen- und Alkali keine anderen Metalle oder Zusätze enthalten. Die mit Soda aus Ferri-Lösungen hergestellten Ferri-Katalysatoren sind denjenigen aus Ferri-Lösungen überlegen und werden im Folgenden als Eisenmagnetit-Katalysatoren bezeichnet.

Der frisch gefällte Eisenniederschlag ist ebenso wie beim Kobalt zunächst inaktiv. Bei Kobalt kann man die Aktivierung mittels Wasserstoff erreichen. Dieses ist bei Eisen nicht möglich. Bei Eisen hat sich die Vorbehandlung mittels Kohlenoxyd als Aktivierungsmittel als geeignet erwiesen. Hierbei bilden sich Karbide und ausserdem wird eine gewisse Menge elementarer Kohlenstoff eingebaut. Auf diese Weise kann Eisen in eine für die Synthese brauchbare Form gebracht werden. Diese Vorbehandlung wird mit Formierung bezeichnet. Es ist zu unterscheiden vor und während der Synthese.

Aus Tafel 1 ist zu ersehen, dass Eisenkatalysatoren bei 235° und ND mit Mischgas 1:2 etwa 30 Tage lang 30% Kontraktion ergeben, dagegen mit CO-reichem Gas schon nach wenigen Tagen vollständig erlahmen. Tafel 2 dagegen zeigt die Ergebnisse eines Dauerversuches über 5 Monate mit CO-reichem Gas, wobei von Anfang an mit 15 atü gefahren wurde. Hierbei steigt die Kontraktion langsam an und erreicht nach 60 Tagen bei 290° 50%, und bleibt

nahezu konstant bis nach 150 Tagen, wobei die Temperatur auf  $298^{\circ}$  gesteigert wurde. Daraus geht hervor, dass bei direktem Druck bei 15 atü gegenüber ND die Formierung bei niedrigeren Temperaturen gehemmt wird, dass aber kein Abklingen der Aktivität erfolgt. Immerhin waren die notwendigen Temperaturen viel zu hoch und die Ausbeuten viel zu gering.

Anschließend wurde untersucht, ob die Formierung von der Synthese zu trennen sei und daher jeweils optimal durchgeführt werden könne. Tafel 3 zeigt Versuchsergebnisse bei denen zunächst 5 Tage lang bei ND und 245 gefahren wurde. Dann wurde der Druck auf 15 atü gesteigert, wobei die Kontraktion sprunghaft von 31 auf 55 anstieg. Nach noch 180 Tagen betrug die Kontraktion ebenfalls 55%, wobei die Temperatur auf  $265^{\circ}$  gesteigert werden musste. Die Formierung hatte also eine Erhöhung der Lebensdauer zur Folge.

Aus Tafel 4 geht hervor, dass erhöhter Formierungsdruck das Ingangkommen der Umsetzung verhindert. Daher wurde die Formierung anschließend unter vermindertem Druck versucht, wobei max. Kontraktion erzielt wurde. Tafel 5 zeigt den Einfluss der Formierungstemperatur, wobei der Kator bei  $1/10$  atü mit  $\text{CO}$ -reichem Gas behandelt wurde. Hieraus geht hervor, dass es eine optimale Formierungstemperatur gibt ( $315^{\circ}$ ). Tafel 6 lässt das gleiche Ergebnis für die Formierung mittels reinem Kohlendioxid erkennen, bei  $1/10$  atü. Ein bei  $325^{\circ}$  formierter Kator gab nach der Senkung der Temperatur auf  $235^{\circ}$  und Erhöhung des Druckes auf 15 atü 120 Tage lang eine konstante Kontraktion von 55%.

Tafel 7 zeigt den Einfluss der Formierung auf die Synthesetemperatur. Am günstigsten war eine 24 stündige Formierung mit  $\text{CO}$ -reichem Gas bzw. reinem  $\text{CO}$  bei  $1/10$  atü und  $255^{\circ}$  Synthesetemperatur. Im übrigen ist die erforderliche Formierungsdauer abhängig vom Druck usw. Die entstehende Kohlendioxidmenge kann den Gang der Formierung angeben. Tafel 8 zeigt die gebildeten Dioxidmengen in Abhängigkeit von verschiedenen Strömungsgeschwindigkeiten.

Es wurde gefunden, dass große Geschwindigkeiten mehr Karbidkohlenstoff und weniger elementaren Kohlenstoff ergeben und daher günstiger sind. Die Formierung muss also bei niedriger Temperatur, möglichst niedrigem Druck, mit grosser Strömungsge-

geschwindigkeit und mit reinem CO durchgeführt werden.

#### Syntheseverlauf.

Zunächst wird das Kohlenoxyd-Wasserstoff-Verbraucherverhältnis besprochen. Tafel 9 zeigt die Abhängigkeit der Bildung von Kohlenoxyd bzw. Wasser von der Synthesegaszusammensetzung und vom Druck. Daraus ist zu ersehen, dass umso mehr Wasser gebildet wird, je höher der Druck ist. Tafel 10 zeigt den Einfluss des Druckes auf die Ausbeute, welche bei 1 atü bei etwa  $60 \text{ g/Nm}^3$  und bei 15 atü mit  $160 \text{ g/Nm}^3$  Idealgas abgegeben wurde.

Das optimale Synthesegas für Eisenkatalysatoren enthält CO und  $\text{H}_2$  im Verhältnis 1,95 : 1. Darunterige Gase können hergestellt werden: 1) indem man gleichzeitig mit dem Wasserdampf Kohlendioxyd durch den Generator leitet (seit 3 - 4 Jahren im Institut ohne Störung in Betrieb), sowie 2.) durch Zugabe von Sauerstoff.

Über den optimalen Synthesedruck lässt sich zunächst sagen, dass bei Eisenkatalysatoren das Arbeiten bei ND mit CO-reichen Gasen praktisch ausscheiden muss. Tafel 11 vergleicht die Kontraktionen bei 5, 10, 30 und 60 atü. Hieraus geht hervor, dass 5 atü für Eisen noch zu wenig sind. Der optimale Druckbereich liegt zwischen 10 und 30 atü. Die besten Ausbeuten und Lebensdauern werden bei 15 atü erhalten.

Tafel 12 zeigt die Abhängigkeit der Produktenbeschaffenheit von der Temperatur. Mit zunehmender Temperatur wird weniger Paraffin und mehr Gasol erhalten. Als besonders notwendig erwies sich die Entwicklung zu niederen Reaktionstemperaturen. Hierbei wirkt die Zusammensetzung des Gases derart, das mit mehr Wasserstoff niedrigere und mit mehr Kohlenoxyd höhere Temperaturen angewendet werden müssen.

Mit wasserstoffreichem Gas wurde bereits bei  $184^\circ$  vollständiger Umsatz erreicht. Dieser fällt aber rasch ab, und man erzielt keine Daueraktivität. Bei  $210^\circ$  dagegen erhält man mit einem Mischgas 1 : 2 durch viele Monate hindurch konstanten Umsatz und farblose Produkte.

Mit CO-reichem Gas erhält man sofort nach der Formierung schon bei relativ niederen Temperaturen z.B.  $210^\circ$  vollständigen Umsatz. Die optimalen Temperaturen jedoch liegen hierfür bei  $225 - 235^\circ$ . Im ganzen ist der brauchbare Temperaturbereich bei Eisen grösser als bei Kobalt.

Tafel 13 zeigte ausführlich den Einfluss des Alkalis. Zunächst geht daraus hervor, dass auch Kontakte, welche lediglich mit Ammoniak hergestellt wurden, hohe Ausbeuten ergeben können, sodass also Alkali nicht unbedingt erforderlich ist für die Aktivierung, im Gegenteil, viel Alkali ist schädlich für die Lebensdauer. Bei Zusatz von 5% Alkali erlahmten die Katalysatoren schon nach wenigen Wochen.

Tafel 14 zeigt den Einfluss einer Wasserstoffbehandlung. Anfängliche Wasserstoffbehandlung des noch nicht benutzten Katalysators ist völlig wirkungslos, ebenso eine Zwischenbehandlung nach eingetretener Erlahmung. Wirksam dagegen kann Wasserstoffbehandlung sein zur Verbesserung von anfangs schlechten Katalysatoren, wenn man sie anwendet, bevor eine nennenswerte Erlahmung eingetreten ist (vor Absinken der Kontraktion auf 40 - 45% bei CO-reichem Gas).

Bei den früher erwähnten Dauerversuchen war keine Wasserstoffbehandlung angewendet worden.

Was den Zusatz von Kieselgur angeht, so wurden bei Eisenkatalysatoren die besseren Ergebnisse mit Kieselgurfreien Katalysatoren erreicht. Kieselgurzusatz wirkt in Richtung auf Bildung leichter Produkte.

Ein Kieselgurzusatz kann jedoch günstig sein zur Auflockerung der Masse und vor allem gegen die Gefahr der Kohlenstoffabscheidung. Es tritt nämlich bei der Synthese mit den vom KWI angeordneten Eisenkatalysatoren im Laufe der Benutzung eine geringe Volumervermehrung ein! (Kompakte trügerlose Massen).

Daher wurde von Pichler darauf hingewiesen, dass die Anordnung der Katalysatormasse in waagerechter Schicht zweckmäßig sei und dass in senkrechter Schicht Störungen eintreten. Zur Beseitigung der letzteren habe man bereits viel Mühe aufgewendet, die Untersuchungen hierüber seien jedoch noch im Gange.

Die mit kohlenoxydreichen Gasen erhaltenen Produkte sind nicht völlig farblos, sondern etwas gelblich, sie können jedoch farblos erhalten werden durch Extraktion oder Hydrierung.

Man erhält 80 - 40% Benzinkohlenwasserstoffe. Tafel 15 gibt die Eigenschaften eines mit Natronlauge gewaschenen und stabilisierten Benzins an.

Dichte	0,696	
Olefine	64%	
Siedeanlage Beginn	30°	
50%	88°	
90%	145°	0. Z. 61

Bei weiterer Verdichtung wurde die G.Z. mit 67 und 71 angegeben, wobei jedoch dem Benzol-Polybenzol <sup>Gas</sup> zugesetzt werden war.

Wird die Verarbeitung auf Schmierole ist eine Vorbehandlung zur Entfernung des Sauerstoffes erforderlich. Ebenso muss das Paraffin vor seiner Verwendung zur Synthese von Zettolinen durch Extraktion oder Hydrierung von seinen ungesättigten Bestandteilen befreit werden.

Die Ausbeute an Paraffin beträgt 5 - 50% nach der Dufrenoy-Methode. Das mit CO-reichem Gas erhaltene Paraffin ist braun infolge geringer Mengen ungesättigter Olefin. Tafel 15 gibt die Ausbeuten an Gas an. Diese liegen bei verschiedenen Katalysatoren zwischen 17 und 46 g/cbm Idealgas, während der Gehalt an ungesättigtem zwischen 35 und 60% liegt. An Eisenkatalysatoren werden auch C<sub>2</sub> Kohlenwasserstoffe gebildet.

Mit CO-reichem Gas wurden 13 g im Reaktionswasser gelösten Produkte erhalten, nämlich: Alkohole, Säuren, Aldehyde und Ester. Tafel 17 gibt die Sifenanalyse der 28% Anteile des Reaktionswassers, welche bis 90° siedeten. Daraus geht hervor, dass 7,5% Ethanol (78°) und 3,5% azetisches Gemisch aus Propanol und Wasser (37°) enthalten. Dabei liefern alkalireiche Katalysatoren weniger und alkalireiche mehr sauerstoffhaltige Produkte. Es wurden bereits eine Reihe Estern nachgewiesen, worüber besonders berichtet werden soll.

Es wurde noch darauf hingewiesen, dass mittels Eisenkatalysatoren auch leicht ein normales städtisches Gas hergestellt werden kann. Zusammenfassend wurden die Ausbeuten mit 130 - 160 g/cbm Idealgas angegeben. Die längste erreichte Lebensdauer betrug 1 1/2 Jahre. Nach dieser Zeit wurden bei 260° nach 140 g erhalten.

Tafel 18 zeigt, dass die Zusammensetzung des Endgases selbst nach einem Betrieb von 14 Monaten nur ganz unbedeutend schwankt, während die Kontraktion und die Temperatur nahezu konstant bleiben (56 - 54%, 235°, 2. Versuch 250°).

Die Vorteile des Eisenkatalysators sind also seine Billigkeit, die hohen Ausbeuten, die Klebfestigkeit des Benzins und der hohe Clefigehalt.

Als Nachteile sind anzusehen die höhere Temperatur, sowie die Neigung zur Kohlenstoffabscheidung.

Nachträglich wies Fischer noch darauf hin, dass alle genannten Ergebnisse nur bei einmaligem des Gases erzielt wurden, also ohne Umpumpen und dergleichen.)

Diskussion:

1. Kölbel, Rheinpreussen

Seit 1937 hat Rhpr. keine Mitteilungen über Eisenkatalysatoren weder vom KWI noch von der RCh erhalten. Im Frühjahr 1937 wurde dort mit den Versuchen begonnen. Zunächst bei ND, anschliessend bei erhöhtem Druck. Die Druckversuche ergaben sehr bald das überraschende Ergebnis, dass mit Wassergas keine Schädigung eintritt und dass viel Wasser entsteht.

Nach kurzer Zeit wurde bereits festgestellt, dass kohlenoxydreiche Gase aussichtsreicher sind. Diese wurden daher bevorzugt benutzt, während wasserstoffreiche Gase noch nicht aufgegeben worden sind.

Die Katoren bestehen im wesentlichen aus Eisen, Zusätze lassen sich jedoch nicht ganz vermeiden. Nach den Erfahrungen mit Kobalt wurde von Anfang an Wert auf die halbertechnische Herstellung gelegt. Eine eigens dafür eingerichtete halbertechnische Anlage arbeitet jetzt einwandfrei. Die Fällung erfolgt mit Ammoniak oder Soda. Es wurden auch Zersetzungskatoren hergestellt, diese waren jedoch nicht so dauerhaft.

Die erreichte Lebensdauer ist mindestens ebenso hoch wie bei Kobalt. Der längst laufende Kator ist jetzt 19 Monate in Betrieb. Die Ausbeute betrug zu Anfang 160 g und mehr

nach 1/2 Jahr	145 g
" 1 "	142 g
" 1 1/2 "	135 g
" 19 Mon.	134 g

alles einstufig ohne Kreislauf und ohne Zwischenregeneration. Der Kohlenoxydumsatz soll nach 1/2 Jahr noch 92 % betragen haben.

Im Laufe der Betriebszeit trat eine Verschiebung der Siedelage nach leichteren Produkten hin ein. Kölbel hielt eine Formierung bei Unterdruck technisch nicht für aussichtsreich.

Die Raumzeitausbeute soll anfangs 270 Volumen Gas pro Stunde und Volumen Kator betragen. Mit zunehmender Betriebsdauer muss die Belastung gesenkt werden und betrug nach 4 3/4 Jahren noch 170 (die gleichen Zahlen betragen bei der normalen Kobaltsynthese einstufig 150, zweistufig 70). Demnach ist die Ofenbelastung 3,5 - 3,8 Mal so hoch wie bei Kobalt.

Die Synthese wurde bei 220-255° und bei 5-20 atü durchgeführt.

Auch von Kölbel wird die optimale Gaszusammensetzung mit 1.87 CO zu 1 H<sub>2</sub> angegeben.



Eigenschaften des Benzins:

bis 120°C	54 Gew.-%	83 O-Z:
" 150 "	63 "	76 "
" 165 "	67 "	73 "
" 195 "	73 "	66 "

Die Oktanzahlen gelten für unausgewaschenes Benzin, also einschliesslich der Alkohole usw. Der Sauerstoffgehalt wurde mit 6 % sauerstoffhaltiger Stoffe bis 150° angegeben, während der Olefingehalt 45 - über 70 % betragen soll.

Bei den Kobaltkatalysatoren wurden grosse Abweichungen zwischen den Laborergebnissen und den technischen beobachtet. Um hiergegen bei den Eisenkatalysatoren von vornherein geschützt zu sein, wurde eine halbertechnische Anlage eingerichtet mit einem Durchsatz von 10 cba pro Stunde. Diese ist seit einem 1/2 Jahr ununterbrochen im Betrieb.

Die Versuche wurden auf Lebensdauer von 7 Monaten beschränkt. Halbertechnisch wurden grundsätzlich die Laborergebnisse ebenfalls erreicht.

Von entscheidender Bedeutung ist beim Eisenkator die Ofenkonstruktion. Rhpr. hat eine geeignete Lösung gefunden. Die von anderer Seite vorgeschlagene Ölfüllung scheint keine befriedigende Lösung zu sein. Rhpr. ist daher bei Wasser als Kühlmittel geblieben. Es wurde dort eine neue Ofenkonstruktion ausgearbeitet, welche es ermöglicht, dass der Druck nicht über 10 atü steigt, trotzdem Wasser als Kühlmittel verwendet wird.

Besonders wichtig scheinen bei Eisenkatalysatoren alle Massnahmen zu sein, welche die Gefahr der Kohlenstoffabscheidung vermindern. Deswegen wurden bei Rhpr. auch Versuche in flüssiger Phase aufgenommen. Hierfür wurde eine sehr einfache Ofenkonstruktion entwickelt. Grundsätzlich wurde der gleiche Umsatz wie in der Gasphase erzielt. Die Versuche sind erst einige Monate im Gange.

Diskussion: 2. Pichler

Auf den Einwand von Kölbel, dass die Formierung bei Unterdruck technisch ungeeignet sei, erwiderte Pichler, dass man auch bei gewöhnlichem Druck formieren kann und annähernd gleich gute Ergebnisse erhält. Der Vorteil des verminderten Druckes ist die Zurückdrängung der Abscheidung von elementarem Kohlenstoff.

Diskussion: 3. Ritter

Ritter fragt, ob bereits versucht ist, die Bildung von elementarem Kohlenstoff bei der Formierung durch Zugabe von Wasserdampf zu unterdrücken.

Pichler antwortet mit ja, er fügt jedoch hinzu, dass auf diese Weise die Formierungsdauer auf Wochen und Monate hinaus verlängert würde.

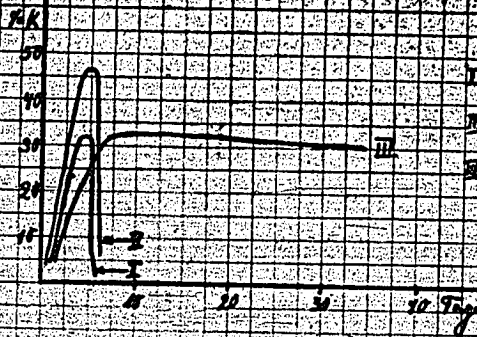
gez. Roelen

Anlage

18 Zahlentafeln

### Tafel 1

Abmildert Synthesen bei festem Druck und Synthesen bei festem Druck



I CO-reicher Gas: 235°C  
 II " " " " : 215°C  
 III " " " " (O:H<sub>2</sub>=1:2): 235°C

### Tafel 2

Formierung in Synthesen bei festem Druck; CO-reicher Gas

Tage	Temp. °C	% Kontraktion
1	245	4
11	"	10
21	260	24
28	270	36
60	290	50
75	280	49
106	285	43
150	298	47

### Tafel 3

Formierung in Synthesen bei verschiedenen Drücken

Tage	Druck atm	Temp. °C	% Kontraktion
1	1	245	4
5	1/15	245	37/50
6	15	245	47
14	"	252	46
50	"	255	51
100	"	265	65

Tafel 4

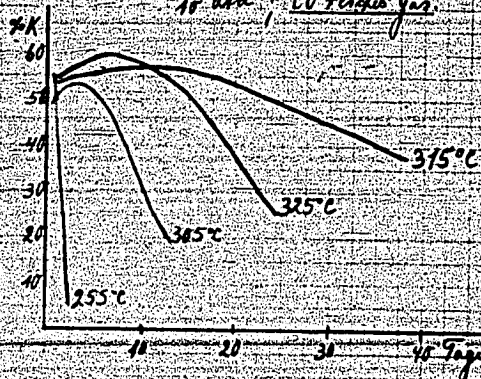
Einfluss d. Fermentationsdauer auf den Umsatz

Fermentationsdruck ata % Kontraktion

19	5
3	17
1	27
0,1	30

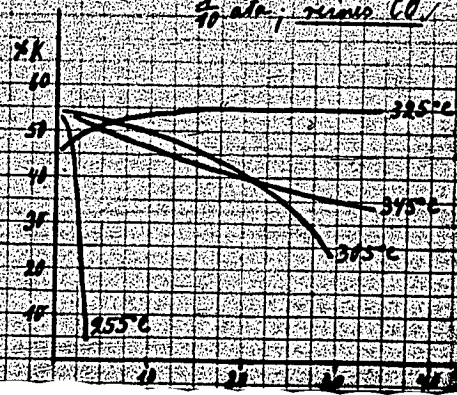
Tafel 5

Einfluss d. Fermentations Temperatur auf den Umsatz  
to ata, CO-reiches Gas



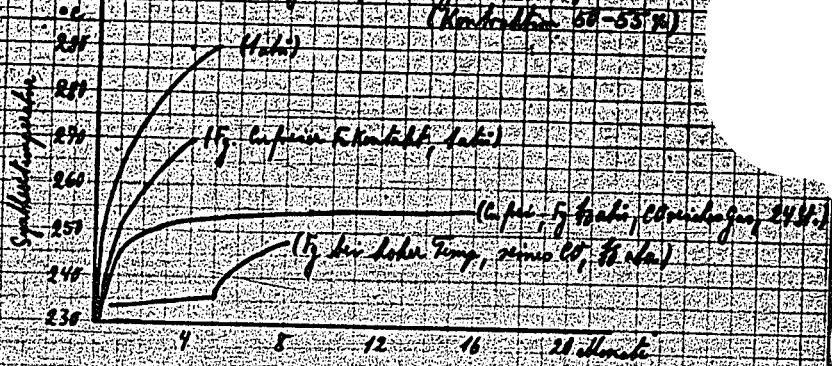
Tafel 6

Einfluss d. Fermentations Temperatur auf den Umsatz  
to ata, reines CO



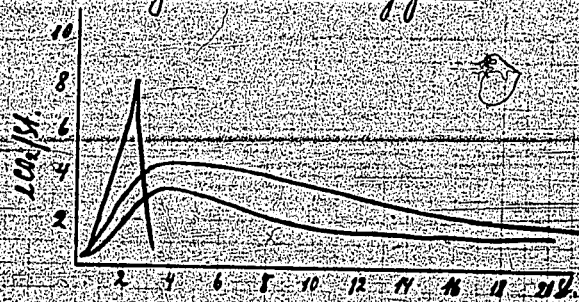
Tafel 7.

Einfluss d. Formierung auf die Synthesetemperatur.  
(Kontrollen 50-55%)



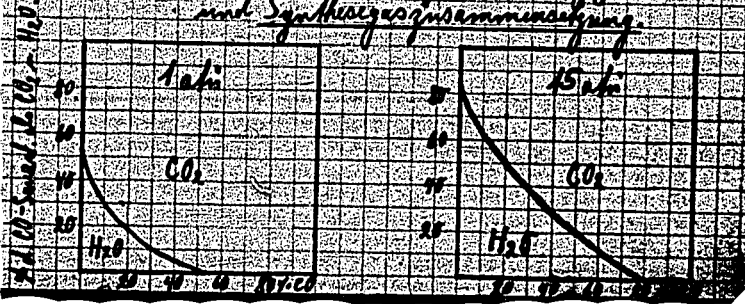
Tafel 8.

Kohlendioxidmengen in Abhängigkeit von d. Strömungsgeschwindigkeit d. Formierungsgases.



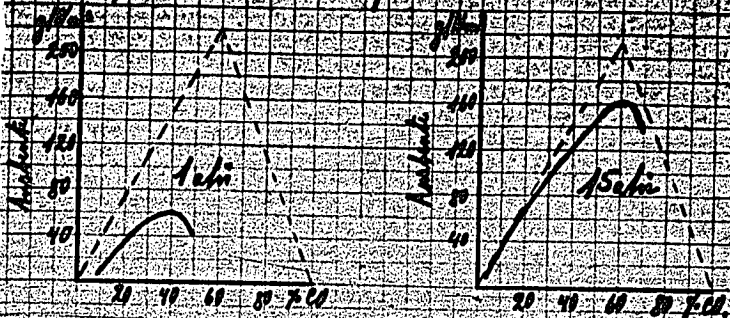
Tafel 9.

Kohlendioxid- u. Wasserbildung in Abhängigkeit von Druck und Synthesegaszusammensetzung.



Tafel 10

Einfluss des Drucks auf die Kontraktion



Tafel 11.

Kontraktion in Abhängigkeit vom Synthesedruck

Tage	5 at		10 at		30 at		60 at	
	Temp. °C	l. K	Temp. °C	l. K	Temp. °C	l. K	Temp. °C	l. K
1	235	30	233	42	235	53	236	50
2					234	37		
6	250	38	238	50			235	40
9							234	52
12			237	50				

Tafel 12.

Abhängigkeit d. Produktbeschaffenheit von d. Temperatur

Temp. °C	g/100g Polymer		
	Paraffin	flüss. Prod.	Gase
235	39	83	26
270	4	94	46
280	2	82	33

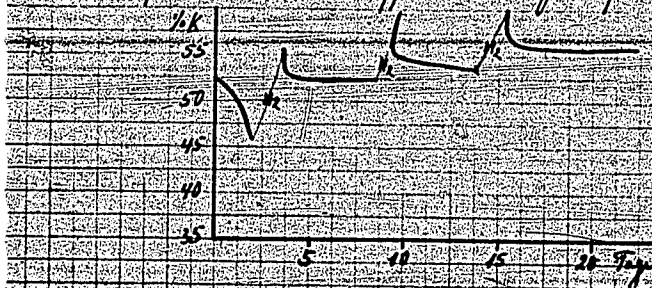
Tafel 13.

Einfluss d. Alkali auf Verdichtungsamarefung u. Ankerite

Füllungsmitel	Kraatz	Ankerite g/Km <sup>3</sup>	Paraffin g/l	fl. K <sub>2</sub> O %	geogr. %
NH <sub>3</sub>	—	141	12	67	21
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	—	140	13	67	20
"	1/4% K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	148	26	56	18
"	1% K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	157	42	49	11
"	1% KMnO <sub>4</sub>	155	41	45	14
"	1% K <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>8</sub>	158	43	41	16
"	1% K <sub>2</sub> F <sub>2</sub>	163	46	42	12
"	1% K <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	154	38	52	10
Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	2% K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	143	43	44	13
"	5% K <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	161	45	43	12

Tafel 14.

Einfluss d. Wasserstoffbehandlung auf die Kontraktion



Tafel 15.

Benzin mit NaOH gereinigt u. stabilisiert

	Dichte	Alfine	Siedep. °C	50% K <sub>2</sub> O	10% K <sub>2</sub> O	Uhrzeit
1	0,696	64	30	81	145	14
2	0,705	65	32	100	150	6
3	0,707	65	37	95	130	12



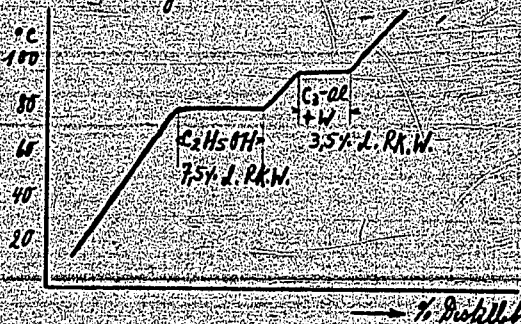
### Tafel 16

#### Gasanalysen

Fällungsmittel	Alkaliesmenge	Temp. C	Ammoniak	% $\text{CO}_2$
$\text{NH}_3$	—	235	30	40
$\text{Na}_2\text{CO}_3$	—	235	28	80
"	4% $\text{K}_2\text{CO}_3$	235	26	76
"	1% $\text{K}_2\text{CO}_3$	235	17	80
"	4% $\text{K}_2\text{CO}_3$	270	46	47
$\text{Fe-Ky}$	1% $\text{K}_2\text{CO}_3$	235	36	35

### Tafel 17

#### Mittelanalyse des Reaktionswassers



### Tafel 18

#### Veränderung d. Zusammensetzung d. Endgases mit d. Biotritikulation

Monat	Temp. °C	% $\text{NH}_3$	$\text{CO}_2$	$\text{AKW}$	$\text{CO}$	$\text{H}_2$	$\text{KW}$	$\text{C}_2$	$\text{H}_2$
I	25.3	50	50	2	45	13	18	7.5	10
II	25.7	50	55	3	14	9	9	2.1	10