

Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Rhein

Oberhausen-Rhein, den 20. 10. 1941
Abtg. XL Ess/St.

500280

2441 - 30 | 5.01 - 113

Herrn Dir. Alberts
Herrn Dr. Schreie.

Stück. Kennzeichnete Kobalt-Kontakte.

Als Katalysator für eine erhöhte Paraffin-Erzeugung in der Mittel-
druck-Synthese wurde unter Berücksichtigung aller Umstände folgende
Zusammensetzung festgelegt:

100 Co 15 ThO₂ 15 Kgr.

Die wichtigsten Daten, welche wir mit derartigen Kontakten erhal-
ten haben, sind aus Anlage I zu entnehmen.

Ferner legen wir bei eine genaue Verschrift über die Herstellung
dieses Katalysators mit Hinweisen darauf, was besonders zu beachten
ist.

Ddr.: Ma.

Hg.

lagen.

Herstellung des verdichteten Co-ThO₂-Kontaktes.

Die Herstellung des konzentrierten Co-Kontaktes verläuft grundsätzlich ähnlich wie die normale Co-Fällung: Vorgelagte Zerkleinerung kochende Sodälösung, Zugabe der heißen Co-Nitratlösung und Zugabe der Kieselgur. Veränderungen ergeben sich lediglich aus der Anpassung der größeren Konzentration an die vorhandenen Verhältnisse.

100 g Co in der Form des Nitrates durch Auflösung von Co-Kondensat in HNO₃, sowie 15 g ThO₂ in salpetersaurer Lösung wurden mit dest. H₂O auf ein Volumen von 1500 cm³ getracht und zum Sieden erhitzt. Gleichzeitig wurden 244 g Soda in 1000 cm³ H₂O gelöst und aufgekocht. In die kochende Sodälösung wurde unter dauerndem, intensivem Turbinieren die erhitzte Co-Lösung in ruhigen, gleichmäßigen Gaszulaufen lassen. Nach Zugabe der Co-Lösung wurde noch etwa 10 - 15 Sek. weitergerührt, 15 g Kieselgur zugegeben, neuerdings zur Vereinheitlichung der Masse kräftig durchgerührt und schließlich der Kontaktbrei auf die Matsche gegeben. Nach Absaugen der Mutterlange wurden mit \approx 6000 cm³ kochend heißes Wasser in 20 Portionen zu je 300 cm³ ausgewaschen. Die Schichtdicke des Kochens betrug 22 mm. Die Dauer der Auswaschung erstreckte sich über 1 Std. 20 Min

Die Trocknung des Kontaktes erfolgte entweder auf offener Heizplatte an der Luft bei einer Temperatur von 75 - 80° oder im Trockenschrank mit Luftzirkulation und wenig Frischluft bei 100°.

Die Reduktion wurde stets bei Temperaturen vorgenommen, die nicht über 350° lagen. Normalerweise wurden 4 g Co mit 300 l H₂N₂ bei 350° 45 Min. lang reduziert. (Halbtechnische Reduktion s. Anlage I unter A. Kontakt!)

Der konzentrierte Co-ThO₂-Kontakt erleidet infolge seines geringen Gehaltes an Kieselgur während seiner Herstellung eine beträchtliche Schrumpfung. Folgende Zahlen wurden festgestellt:

Für 100 g Co gefällt	Volumen	Schwund
1. Feuchter Kontaktkuchen von der Matsche	780 cm ³	62%
2. Getrockneter Kontakt	300 cm ³	
3. Reduzierter Kontakt	180 cm ³	40%

Der Gesamtschwund des Kontaktes vom feuchten Zustand bis zur voll-
(Fortsetzung Seite 2)

Ruhchemie Aktiengesellschaft (Fortsetzung Anlage II.)
Oberhausen-Hohen

Sogener Reduktion beträgt gesamt 77%.

Die Korngröße ist entsprechend der geringen Trügemenge sehr gut.

Im Folgenden sind die wichtigsten Punkte aufgeführt, die, soweit bis heute zu übersehen ist, von Einfluss auf die Herstellung sein können.

1. Es war nötig, die Konzentration der Füllungs Lösungen zu erhöhen:

Früher: 25 g Co in 750 cm³ H₂O + 61 g Na₂CO₃ in 750 cm³ H₂O.

Gegen: 100 g Co in 1500 cm³ H₂O + 244 g Na₂CO₃ in 1000 cm³ H₂O.

Damit wurde die Konzentration der Co-Lösung verdoppelt, die der Sechslösung verdreifacht.

2. Die größere Menge von Reaktionsstoffkern erfordert etwas längere Zeit zur Umsetzung bei der Füllung. Es ist vorteilhaft, vor der Zugabe der Kieselgur die Rührzeit zwischen beendeter Füllung und Kieselgurgabe zu verlängern.

3. Der Frage der Auswaschung wurde besondere Aufmerksamkeit zugewendet. Es wurde möglichst so gearbeitet, daß der gefüllte Knaben auf der Kutsche eine Schichtdicke von 21 - 25 mm besaß. Bei verschiedenen konzentrierten Co-ThO₂-Kontakten wurde die Auswaschung verkürzt und festgestellt, wie weit der Nitratgehalt im Kontakt entfernt werden war. Es ergab sich folgendes Bild:

Kt.Zusammensetzung	Gef.Co-Menge	Angewandte Waschwasser- Menge	Waschwasser in % der RORE.Wasch.	Nitrat- gehalt % v. Co	
Kontaktschichten					
1.100 Co 15 ThO ₂	12.5 Kgr	25	3 l	100	0.12
"	"	100	3 l	25	0.22
"	"	100	6 l	50	0.16
"	"	100	12 l	100	0.15
2.100 Co 15 ThO ₂	15 Kgr.	100	3 l	25	0.29
"	"	100	6 l	50	0.24
"	"	100	12 l	100	0.23
3.100 Co 15 ThO ₂	50 Kgr.	50	3 l	50	0.17
"	"	75	3 l	33	0.13
4.100 Co 15 ThO ₂	100 Kgr.	50	3 l	50	0.13
"	"	75	3 l	33	0.25

(Fortsetzung Seite 3)

Ruhrchemie Aktiengesellschaft (Fortsetzung Anlage II.)
Oberhausen-Nobben

Hieraus geht hervor, daß zur Anreicherung des Nitrites beim konzentrierten Co-Kater weniger Wassermenge erforderlich ist, als beim normalen Co-Kater.

Trotz erheblich herabgesetzter Wassermenge ist jedoch die Vaschmenge (Wäsche) gegenüber dem normalen Co-Kater wesentlich länger, und zwar ungefähr dem proportional der Co-Richte. Es ist dankbar, daß dies bei Filterpressen günstiger wird.

4. Bei der Reduktion des konzentrierten Co-ThO₂-Kontaktes im Großbetrieb wird außer der Einhaltung einer niedrigen Arbeitstemperatur zu beachten sein, daß aus einem Volumen Kontakt eine etwa dreifache Menge H₂O und CO₂ in das Reduktionsgas gelangt, gegenüber dem normalen Kontakt. Ferner ist der beträchtliche Schwund während der Reduktion zu berücksichtigen für die Verteilung des Reduktionsgases im Reduktionstrog.

5. Bei dem Anfahren des reduzierten Kontaktes für die Synthese gilt, daß die außerordentliche Reaktionsfähigkeit eine besondere Sorgfalt und Vorsicht notwendig macht. Das Anfahren muß daher unter Anwendung aller Vorichtsmaßnahmen geschehen, die geeignet sind, ein Durchgehen des Ofens zu verhindern.

Mitteldruckversuche mit konzentrierten Co-H₂-Kationen.

100 Gg 15 ZnO₂ 12.5 Kgr. 100 Gg 15 ZnO₂ 25 Kgr.

A. Kontakt:

Versuchs-Nr.		191		149
Kontakt Bez.		Kt. v. 24.5.39		P 2149
Herstellung		halbtechnisch		Labor
Reduktion	8 l Kt.	20 m ³ H ₂ /h 2 Std.	4 g Co	330° 3/4 Std.
				300 l H ₂
	8 l "	20 m ³ " /h 1/4 Std.		300°
Angewandte Menge	I. Stufe	4200 cm ³ Kt. = 1583 g		50 cm ³ = 27.7 g Kt.
g Co/l		300 g		200 g
	II. Stufe	1470 cm ³ Kt. = 555 g		-

B. Synthesbedingungen:

Druck	I. Stufe	10 atü	Nur	{ 10 atü bis 3711 Std. 18 atü v. 3711-5663 Std. }
	II. Stufe	20 atü	1. Stufe	
Temperatur	I. Stufe			
	Anfahrt	150° - 170°		160 - 165°
	Weitere Betr. St.	175°		170 - 185°
	II. Stufe			
	Anfahrt	165 - 175°		
	Weitere Betr. St.	179 - 184°		
Gasart		Sy-Gas		Sy-Gas
Gasführung		gerader Durchgang		gerader Durchgang
Gasmenge	I. Stufe	100 l/1 Ktraum		100 l/1 Ktraum
	II. Stufe	100 l Restgas der I. Stufe je 1 Ktraum		
Betriebsdauer	I. Stufe	3093 Std.		5663
	II. Stufe	1925 Std.		

(Fortsetzung Seite 2) - 2 -

Ruhrchemie Aktiengesellschaft
Oberhausen-Neben

Mitteldruckversuche mit konzentrierten Co-ThO₂-Katalys.
(Fortsetzung)

100 Co 15 ThO₂ 12.5 Kgr. 100 Co 15 ThO₂ 25 Kgr.

G. <u>Verfahren:</u>	I. + II. Stufe	I. Stufe	
Kontraktion %	70	60	65
CO-Umsatz	85	72	78
CO als CO ₂	0	0	0
CO als CH ₄	10	10	15
CO-Verfl. Grad	90	98	87
H ₂ -Umsatz	87	76	85
CO+H ₂ -Umsatz	86	74	83
<u>B. Ausbeute:</u>			
Gesam. g/Km ³ Nutgas	15	10	13
flüss. Prod. g/Km ³ Nutgas	130	100	110
Ges. Ausbeute " "	145	110	123 (142 g/90% Ums.)
<u>F. Zusammensetzung der Produkte:</u>			
<u>Siedelages:</u>			
Benzin (-200°C) Gew. %	22		37
Öl (200-320°C) "	24		27
Weichparaffin (320-460°C)	21		17
Hartparaffin (460°C)	33		19
Gesamtparaffin	54		36
<u>Olefine:</u>			
Benzin Vol. %	16		13
Öl "	12		6
Weichparaffin Jodzahl	6		3
Hartparaffin Jodzahl	3		2

000292

Herrn Prof. M a r t i n .

Betr.: Konzentrierte Co-ThO₂-Kontakte.

In Ergänzung zu den bereits gemachten Angaben über konzentrierte Co-ThO₂-Kontakte geben wir in der untenstehenden Übersicht noch einige Zahlen wieder, die in früheren Versuchen festgestellt wurden und den Übergang zu dem Co-reichsten Kontakt betreffen.

Wir bitten um Entscheidung darüber, welcher Kontakt für die Herstellung in der Katorfabrik vorgesehen werden soll. —

Zusammensetzung 100 Co 15 ThO ₂	Schwund bei der Reduktion %	Co-Dichte reduziert g Co/l	Zusammensetzung der Produkte			Bemerk. zur Zu- sammens- setz. d. Produkte
			Benzin	Öl	Paraffin	
			%	%	%	
1. 12.5 Kgr.120	41	300	22	24	54 (21+33)	
2. 25 Kgr.120 (ca. 35)		200	37	27	36 (17+19)	Mittel v 8 Monaten
3. 50 Kgr. gereinigt	28	136	-	-	-	nur kurze Zeit ge- prüft
4. 100 Kgr. gereinigt	13	98	26	34	40	aus der Mitte der Betriebs- zeit nach 2 Monaten

Ddr.: Hg.