

Herstellung von Kobalt- auf Eisenkontakten.

Stellungnahme zu den Ergebnissen der A. A. Versuche bei der Erprobung.

Geheim!

1. Dies ist / kann ein Staatsgeheimnis nach § 88 RStGB. sein.
2. Weitergabe nur verschlossen, bei Postbeförderung als „Einschreiben“.
3. Aufbewahrung unter Deckantwortung des ... auf strengem Verschluss.

A) Versuchsdurchführung und Auswertung.

Die Durchführung der Versuche konnte dank der gründlichen Vorbereitungen, für welche insbesondere den Herren der Braunkohlen-Forschung, der besondere Dank aller Teilnehmer an den Versuchen gebührt, in vorbildlicher Form erfolgen. Die Ergebnisse, die vom KWI anerkannt werden, bringen die gewünschte Klärung der Frage der Möglichkeit einer Ersetzung der Kobaltkatalysatoren der Mitteldrucksynthese durch Eisenkatalysatoren. Die Auswertung der Versuche geschah mit größtmöglicher Genauigkeit. Eringfügige noch etwa vorhandene Fehler haben auf die Beurteilung der einzelnen Katalysatoren keinen wesentlichen Einfluss.

Für die Durchführung der Versuche waren bestimmte Forderungen gestellt worden, an die sich alle Teilnehmer zu halten hatten:

- 1) Die Synthesegas sollte Wassergas Verwendung finden.
- 2) Die Synthesetemperatur durfte 225 °C nicht übersteigen (um die bisherigen Apparate der Kobalt- Mitteldrucksynthese verwenden zu können).
- 3) Der Synthesegasdruck sollte 10 at betragen.
- 4) Die vorgesehene Versuchsdauer betrug 3 Monate.
- 5) Die Syntheseprodukte sollten aus Gründen der Marktlage jenen der Synthese an Kobaltkatalysatoren weitgehend entsprechen, wobei die Kohlenwasserstoffe  $C_2$  - und höher einheitlich bewertet werden sollten. (Die bevorzugte Gewinnung bestimmter Fraktionen sollte evtl. späteren Versuchen vorbehalten bleiben).

B) Versuchsergebnisse und vergleichende Betrachtungen.

1) Fahrweise.

Die unter A) genannten Forderungen 1, 2, 3 und 4 wurden von allen Kontakten erfüllt, wenn auch in einigen Fällen erst nach mehrfachen Einsetz. Hierbei ist zu unterscheiden zwischen Kontakten,

die aus freien Lücken gegen andere ersetzt worden sind und solchen, die wegen ihrer Neigung zur Kohlenstoffverstopfung noch einmal eingesetzt werden mussten. So wurde die Füllung 1 des Ofens 1 (KWI) durch eine Füllung 2 ersetzt, weil der erste Kontakt unter den Betriebsverhältnissen des bei den ~~MA~~-Versuchen verwendeten Kontaktofens im Gegensatz zu den Ergebnissen des beim KWI verwendeten Kontaktofens zu grosse Ausbeuten an leichtflüchtigen Kohlenwasserstoffen lieferte. Die Füllung 2 war während der vorgeschriebenen dreimonatlichen Versuchsdauer in Betrieb. Eine, drei Tage vor Beendigung des Versuches eingetretene Betriebsstörung (Absinken des Kühlwasserspiegels, verbunden mit plötzlich auftretender Methanbildung - 35 % Methan im Restgas gegen unter 10 % vorher und nach Auffüllen des Kühlwassers -) verursachte eine Schädigung des Kontaktes. Von einer Wiederholung des Versuches wurde aber abgesehen, weil über die Gründe der Störung Übereinstimmung herrschte und weil während der drei letzten Tage der vorgeschriebenen und auch eingehaltenen Versuchsdauer nach der Störung noch Ausbeuten erzielt wurden, die höher lagen als diejenigen eines anderen, nicht durch eine Betriebsstörung geschädigten Kontaktes.

## 2) Kontaktsorten.

Es ist bekannt, daß die Siedelagen der an Eisenkatalysatoren anfallenden Reaktionsprodukte durch geringfügige Änderungen der Zusammensetzung des Katalysators (beispielsweise des Alkaligehaltes) in weiten Grenzen variiert werden kann. Der Kontakt des Ofens 1 lieferte Produkte, die jenen am Kobaltkontakt erhältlichsten weitgehendst entsprechen. Dies gilt nicht nur für die Siedelage der Produkte, sondern auch für Farbe, Reinheit und Gehalt der Paraffinfraktionen an ungesättigten und sauerstoffhaltigen Verbindungen usw. Diese Punkte können unter Umständen von wesentlicher Bedeutung sein, da die Herausnahme unerwünschter Produkte, z.B. die Reinigung des Paraffins oder eine für manche Zwecke notwendige nachträgliche Hydrierung desselben, mit bedeutenden Unkosten verbunden wäre.

Dem Aufarbeitungsverhältnis von Kohlenoxyd und Wasserstoff kommt im Rahmen der durchgeführten Versuche dann Bedeutung zu, wenn die gewünschte Aufarbeitung auch zu gewünschten Produkten, nicht aber wenn sie z.B. zu einer vermehrten Bildung von Methan führt.

Eine rechnerische Verwertung der im einstufigen Betrieb erhaltenen Ergebnisse auf einen mehrstufigen Betrieb ist nur in sehr begrenztem Masse, wenn überhaupt möglich, da beim Mehrstufenverfahren in der ersten Stufe eine andere Fahrweise gewählt werden muss als beim Arbeiten im Einstufenverfahren.

### 3) Kontaktleistung.

Hierzu wurde zur Ergänzung der bereits vorhandenen Versuchsauswertungen die in Anlage beigefügte graphische Darstellung angefertigt. Dieser Darstellung lag der Wunsch zu Grunde, eine möglichst klare Trennung der bei der Synthese anfallenden Reaktionsprodukte nach Kohlenwasserstoffen und sauerstoffhaltigen Verbindungen vorzunehmen, da die Anwesenheit der letzteren in vielen Fällen unerwünscht und ihre Abtrennung und Weiterverarbeitung kaum wirtschaftlich ist. (Aldehyde sind, wie Versuche im KVI gezeigt haben, im allgemeinen nur in Spuren, Ketone in untergeordneten Mengen vorhanden).

### 4) Kontaktszusammensetzung.

Der von KVI bei den RAV eingesetzte trägerlose Eisenkontakt enthält weniger als ein Prozent Kupfer und eine geringfügige Alkalimenge, ansonsten ausser Kohlenstoff keine anderen Bestandteile. Zur gefahrlosen Verschickung wurde er mit Paraffin getränkt.

### 5) Verwendung von wasserstoffreichem Synthesegas.

Hierzu wurde bereits Stellung genommen. Wasserstoffreiches Gas wirkt sich günstig auf die Betriebstemperatur, Lebensdauer der Kontakte und die Qualität des Paraffins aus. Genügt Wassergas jedoch in dieser Beziehung den gestellten Forderungen, dann dürfte seine Verwendung sicher vorteilhafter sein.

### C) Schlussfolgerung und Nutzenanwendung der vergleichenden Kontaktkritik.

Da bei den sechs Vergleichsversuchen dasselbe Verfahren unter im wesentlichen gleichen Bedingungen durchgeführt wurde und nur die Wirkung z.T. geringfügiger Unterschiede bei der Herstellung der Kontakte geprüft werden sollte, ist es für eine vergleichende Kritik notwendig, die an die Kontakte zu stellenden Forderungen zunächst genau zu formulieren und dann wichtige, weniger wichtige und unwichtige Forderungen, bzw. Ergebnisse voneinander zu trennen.

Nur wenn diese Trennung erfolgt ist und Klarheit darüber herrscht, was für Forderungen in jeder einzelnen Beziehung zu Beginn der Vergleichsversuche an diese gestellt worden sind, dürfte es möglich sein, zu einer objektiven Wertung der einzelnen Kontakte zu gelangen.

Die Einteilung der an die Kontakte zu stellenden Forderungen könnte z.B. folgendermassen erfolgen:

a) Forderungen, deren Nichterfüllung zu einer Ablehnung des betreffenden Kontaktes führt.

Hierher gehören die Forderungen bzgl. der Schattentemperatur, Lebensdauer von drei Monaten, des Nichteintretens einer Kohlenstoffverstopfung, einer Verwendbarkeit des Produktes im Sinne der Mitteldrucksynthese und u.U. des Erreichens gewisser Mindestausbeuten. Auch andere Punkte können hierher fallen, wenn sie der geforderten Verwendung der bisherigen Kontaktöfen im Wege stehen.

b) Vordringliche Forderungen, die für die Bewertung des Kontaktes von besonderer Wichtigkeit sind.

Hierher gehören:

- 1) Die Kohlenwasserstoffausbeute ( $C_2$ - oder  $C_3$ - und höhere) je Roh-Synthesegas,
- 2) die Ofenleistung in tato,
- 3) die weitgehende Abwesenheit von Sparmetallen im Kontakt, (eine Angabe von Ausbeuten je kg Kontakt ist irreführend, solange der Wert des Kontaktes nicht angegeben ist, da z.B. 1 kg Kupfer nicht 1 kg Eisen oder Nieselgur gleichgesetzt werden kann),
- 4) Aufarbeitungsverhältnis, soweit nicht durch seine Verbesserung unerwünschte Produkte, wie z.B. Methan gebildet werden.

c) Forderungen, deren unvollständige Erfüllung u.U. durch einen weiteren Verfahrensgang wettgemacht werden können, oder deren Erfüllung erst in zweiter Linie von Wichtigkeit ist.

Hierher gehören der Olefingehalt der flüssigen Produkte, die weitgehende Abwesenheit von Olefinen im festen Paraffin und die weitgehende Abwesenheit unerwünschter sauerstoffhaltiger Verbindungen.

- d) Forderungen, die nicht gestellt werden dürfen, weil sie zu Beginn der Versuche ausdrücklich nicht gestellt worden sind und bzgl. deren Wert die Ansichten auseinander gehen.

Hierzu gehört z.B. die Bewertung der verschiedenen Siedelagen. Vor Beginn der Versuche wurde angegeben, daß C<sub>2</sub>- und höhere Kohlenwasserstoffe gleich bewertet werden sollen. Das KWI wählte z.B. einen Kontakt, der wünschgemäß Produkte lieferte, die den an Kobaltkatalysatoren erhältlichen möglichst ähnlich sind, andere Teilnehmer waren der Meinung, auf Paraffin hinarbeiten zu müssen, usw. Sie bereits darauf hingewiesen, kann die Siedelage der Produkte durch eine geringfügige Veränderung der Zusammensetzung des Kontaktes in weiten Grenzen verändert werden.

D) Normaldrucksynthese an Eisenkontakten.

Hierzu hat das KWI bereits Stellung genommen.



mit Eisenkontakten,  
Durchgang,

Wasserstoffe

Of. 4 - JG

2,82

BS

C<sub>1</sub>

C<sub>2</sub>

C<sub>3</sub>

C<sub>4</sub>

C<sub>5</sub>

C<sub>6</sub>

C<sub>7</sub>

C<sub>8</sub>

C<sub>9</sub>

C<sub>10</sub>

C<sub>11/12</sub>

C<sub>13/14</sub>

Of. 6 - RHPR

2,39

C<sub>1</sub>

Of. 5 - RCH

2,05

C<sub>1</sub>

C<sub>2</sub>

C<sub>3</sub>

C<sub>4</sub>

C<sub>5</sub>

C<sub>6</sub>

C<sub>7</sub>

C<sub>8</sub>

C<sub>9</sub>

C<sub>10</sub>

C<sub>11/12</sub>

C<sub>3</sub>

C<sub>4</sub>

C<sub>5</sub>

C<sub>6</sub>

C<sub>7</sub>

C<sub>8</sub>

C<sub>9</sub>

C<sub>13/14</sub>

C<sub>12</sub>

C<sub>5</sub>

C<sub>3</sub>

C<sub>6</sub>

C<sub>4</sub>

C<sub>7</sub>

C<sub>5</sub>

C<sub>8</sub>

C<sub>6</sub>

C<sub>9</sub>

C<sub>7</sub>

C<sub>10</sub>

C<sub>8</sub>

C<sub>11/12</sub>

C<sub>9</sub>

C<sub>13/14</sub>

C<sub>10</sub>

C<sub>15/16</sub>

C<sub>11/12</sub>

C<sub>17/18</sub>

C<sub>13/14</sub>

C<sub>15/16</sub>

C<sub>17/18</sub>

raf.

Gatsch

Gatsch

Hartparaf.

Hartparaf.

Gatsch

Hartparaf.

x) farblose Felder: ungesättigte Kohlenwasserstoffe,  
farbige Felder: gesättigte Kohlenwasserstoffe,

und Ester

0,52

höhere Alkoh.

0,41

höhere Alkoh.

Ester

Ester

0,21

nied. Alkoh.

höhere Alkoh.

Ester

nied. Alkoh.

nied. Alkoh.



# R.A.V. - Synthese mit Gerader Durchg

a) Kohlenwasser





