

Sitzungs-Protokoll.

Mündliche Aussprache über die Ergebnisse der in Schwarzheide durchgeführten Reichsamtversuche.

Tagungsort: Göttingen

Zeit : 5.Sept.1944; 8³⁰-13⁰⁰; 14³⁰-17³⁰ Uhr.

Teilnehmer:

K.W.I.	: Dr.Pichler; Dr.Weinrotter;
Lurgi	: Dr.Herbert; Dr.Groß;
Brabag	: Dr. Steinbrecher; Dr.Sauter; Dr.Weingaertner;
I.G.	: Dr.Scheuermann;
Ruhrchemie	: Dr.Roelen;
Rheinpreußen	: Dr.Kölbel; Dr.Ruschenburg; Dr.Langheim;

Den Vorsitz führt Dr.Kölbel als Bevollmächtigter des Gebechem.

Als Diskussionsgrundlage wurde das von Dr.Kölbel in dem Schreiben vom 18.6.1944 den einzelnen Teilnehmern bekanntgegebene Programm beibehalten. Da die einzelnen Firmen zu diesem Programm schon vor der Sitzung schriftlich Stellung genommen hatten, konnte bei der mündlichen Besprechung der Programmpunkte erfreulicherweise auf viele spezielle Fragen eingegangen werden.

Dr.Kölbel gibt eingangs bekannt, daß die Kobalt-Versorgung der Synthesewerke bei dem bisherigen Verbrauch und den Vorräten bis 1947 reicht. Es wäre wünschenswert die Versuche wie bisher bei der Brabag fortzusetzen.

Die Umstellung auf ~~Eisenkontakte~~ ^{Kreislauf} kommt zurzeit bei Hoesch nicht mehr in Frage, bei Schaffgotsch kaum mehr und bei der Ruhrchemie wird es noch erwogen.

Die Hauptforderung an die Mitteldruck-Eisenkontakte ist immer noch, ähnliche Produkte zu gewinnen wie sie bei der Kobalt-Mitteldrucksynthese erhalten werden.

Kontakte, die große Mengen an Spar-Metallen enthalten, scheiden aus oder sind gegenüber anderen benachteiligt.

Eine vorhandene Gaskapazität ist möglichst voll auszunutzen und eine Höchstaussbeute an g/Ncbm anzustreben.

Die Gasbeaufschlagung bei den Einstufen-Versuchen (gerader Durchgang) in Schwarzheide betrug etwa 1000 m³ je Ofen (normale Belastung).

Bei Mehrstufenversuchen soll die durchschnittliche Mindestbelastung je Ofen 750 cbm/Stunde betragen.

10 at Synthesedruck, 225° Höchsttemperatur und die übliche Lebensdauer bleiben wie bisher unverändert. Dabei ist zu berücksichtigen, daß 225° als äußerste Höchsttemperatur (Streckgrenze des Ofenmaterials) anzusehen ist und möglichst niedere Temperaturen erwünscht sind.

IB. 24.

Beim Werk Schaffgotsch z. B. ist als höchste Beanspruchung nur 15 at Dampfdruck zulässig.

Die Zusammensetzung der Produkte der Kobalt-Mitteldruck-synthese des Werkes Hoesch wird den einzelnen Beteiligten noch zugestellt. Vorläufige Zahlen:

- 30 % Paraffin bez. auf C_5 und höhere KW.
- 12-14 % Hartwachs (über 450° siedend).
- 30 % von $200-320^\circ$ siedend.
- 40 % unter 200° siedend.

13g/Ncbm = (7%) Gasol bez. auf Gesamtausbeute.

156g/Ncbm Idealgas ausbeute.

Zur besseren Verständigung über Ausbeuteangaben wird die von Dr. Roelen in seinem Bericht unter Punkt 5 angegebene Ausdrucksweise als verbindlich angenommen.

Dr. Weingaerther: Über die Fahrweise bei der Brabag. Auf 1,6 Öfen kommt im Durchschnitt 1 Ofen für die erste Stufe.

Atmosphärendruckversuche.

Pr. Steinbrecher: Die Brabag ist zur Zeit nicht in der Lage die Reichsamtversuche fortzusetzen. Für eine weitere Stellungnahme zu den Mitteldruckversuchen ist es erforderlich die von Rheinpreußen gemachten Angaben über die Synthese bei Atmosphärendruck zu überprüfen.

Dr. Langheim: Angaben über die bei Rheinpreußen erhaltenen Ergebnisse bei Atmosphärendruck:

Synthesetemperatur : $215-225^\circ$

Lebensdauer : 3-4 Monate (ohne Extraktion)

2 Stufenverfahren, davon die 1. Stufe im Kreislauf (1:3)

Ausgangsgas: $CO:H_2 = 1:1,7$ bis $2,2$

Ofenschaltung: 2 Öfen 1. Stufe
1 Ofen 2. Stufe

Durchschnittsbelastung je Ofen ,700cbm/Stunde.

Ausbeute:

150g/Ncbm $CO + H_2$ C_2 und höhere KW.

120 bis 125g C_5 und höhere KW.

Kontraktion über beide Stufen 60% und höher.

Methanbildung 3-5% von der Gesamtausbeute.

$CO + H_2$ Umsatz 75%.

Gasauarbeitungsverhältnis in der 1. Stufe 1,6 bis 1,7 H_2 auf 1 CO .

Dr. Pichler erklärte sich auf Wunsch aller Beteiligten dazu bereit, zur Überprüfung der von Rheinpreußen gemachten Angaben über Atmosphärendruckversuche einen halbtechnischen Versuch im K.W.I. über die Dauer von 4-6 Wochen durchzuführen.

Dr. Roelen (Ruhrchemie) erklärte sich bereit einen für diesen Versuch geeigneten 5 Liter Kontakt fassenden Versuchsofen zur Verfügung zu stellen.

Dr. Sauter (Brabag) übernimmt die Untersuchung der anfallenden Reaktionsprodukte (Stockanalyse, Analyse der flüssigen u. festen Produkte). Zur Untersuchung sollen die Produkte nach Schwarzheide geschafft werden.

Da die Verwendung von H_2 -reichem Synthesegas bei Mitteldruck von Interesse ist (Schaffgötsch) hat Rheinpreußen auch auf diesem Gebiet Versuche gemacht und Resultate bekanntgegeben. Zur Überprüfung dieser Ergebnisse erklärte sich Lurgi (Dr. Herbert) bereit den Versuch durchzuführen.

Über die Durchführung des Atmosphärendruck- und des Mitteldruckversuches mit H_2 -reichem Synthesegas an Eisenkatalysatoren setzen sich die Beteiligten noch in näheres Einvernehmen.

Ergebnisse der Paraffingatsch-Untersuchungen bezüglich des Verzweigungsgrades.

- 1.....wenig verzweigt
- 2-3-4....mehr verzweigt

Untersuchungsstelle:	I.G.	K.W.I.
K.W.I.	1	3
Lurgi	2	2
B.B.S.	3	2
I.G.	4	4
Rch.	1	1
Rhpr.	1	1

Als vorläufiges Ergebnis der Paraffingatsch-Untersuchung im Werk Witten konnte festgestellt werden:

Die Oxydationsgeschwindigkeit sämtlicher Paraffingatschproben war praktisch gleich und zwar sowohl bei den hydrierten als auch bei den nicht hydrierten Produkten.

Im gleichen Siedebereich sind in den Paraffingatschen die von Fe-Kontakten stammen, mehr höher molekulare Kohlenwasserstoffe enthalten, als in dem zum Vergleich herangezogenen Paraffingatsch aus der Kobalt-Mitteldrucksynthese.

Bezüglich der Hartparaffinspaltung zur Fettsäurefabrikation liegen noch keine Erfahrungen vor.

Diesbezügliche Versuche (Krackung und anschließende Hydrierung der Hartparaffine) sind bei Henckel u. Co (Düsseldorf) geplant.

Dr. Herbert: die Kontraktion muß in der 1. Stufe mindestens 45% betragen sonst sind die in den Großanlagen vorhandenen Kondensationsanlagen (wegen Überbelastung) nicht verwendbar. Daher sind Kontakte anzustreben, die über H_2O -Bildung und bei hohem Umsatz arbeiten.

Durchschnittliche Kontraktionen der Öfen bei den Versuchen in Schwarzheide:

K.W.I.	42,5
Lurgi	39,1
B.B.S.	36,4
I.G.	38,5
RCh	33,0 (37,0)
Rhpr.	39,2

Dr. Roelen: Über den Alkoholgehalt der Reaktionsprodukte. Die Alkohole lassen sich in einem einfachen Arbeitsgang zu Olefinen dehydratisieren. Das Verfahren wurde bisher angewandt um bei der Schmierölsynthese die letzten Spuren Alkohole aus dem olefinischen Ausgangsprodukt zu entfernen.

Über die Dehydratisierung der Ester liegen bisher keine Erfahrungen vor.

Dr. Herbert: Es ist auch versuchstechnisch ein Verfahren erprobt um Alkohole + Ester durch eine Extraktion aus dem Reaktionsprodukt zu entfernen.

Auf Anfrage von Dr. Roelen gibt Dr. Kölbl bekannt, daß der besprochene Atmosphärendruckversuch einstweilen mit Wassergas nicht betrieben werden kann, sondern nur mit H_2 -reichem Synthesegas.

Dr. Kölbl: Die Kontaktleistung soll in erster Linie beurteilt werden nach der Ausbeute in g/Ncbm und erst in Zweiter Linie nach der tato-Leistung, da der Gaspreis maßgebend ist für die Wirtschaftlichkeit des Verfahrens.

Dr. Scheuermann: Die I.G. hat Interesse für Paraffinkontakte (Fettsäureherstellung). Es könnte auch in Erwägung gezogen werden, Paraffin zu produzieren und dieses zu anderen gewünschten Produkten z.B. Dieselöl in einer Krackanlage zu spalten.

Die Einteilung der Kontakte bezügl. der Aktivität bei Einstufenversuchen darf nicht auf Mehrstufenversuche übertragen werden.

Kontaktzusammensetzung : (bez. auf 10 m^3 Ofen)

	Eisen t	Kupfer (Zink) kg	Alkali-gehalt %	Träger	Formierung (Reduktion)
K.W.I.	6	60	1% K_2CO_3 (bez. auf Fe)	kein	Wassergas
Lurgi	3,9	390	30% Kali- wasserglas (bez. auf Fe 9% K_2O)	Kieselsäure (Kali- wasserglas)	Wasserstoff (Reduktions- grad 30%)
Brabag	6,9	690 (690)	0,5% K_2CO_3 (bez. auf Fe)	kein	Wassergas 245° (Synthesegas) oder Wasser- stoff bei 225°
I.G.	18,0	-	1% K_2CO_3 (bez. auf Kontakt)	Al-oxyd Ca-oxyd (bis 2%)	Wasserstoff bei 500°
Ruhrch.	2,5	125	0,5-2% K_2CO_3 (bez. auf Fe)	Kieselgur	Wasserstoff
Rheinpr.	2,7	135	0,5-1% K_2CO_3 (bez. auf Fe)	gemahlener nicht gereinigter Dolomit	Wasserstoff 300-400° Wassergas 245°

Außer den angegebenen enthalten die Kontakte keine anderen Bestandteile.

Kontakt-Herstellung.

		Formierung (Reduktion)
K.W.I.	halbtechnisch	besondere Einrichtung
Lurgi	halbtechnisch	Reduktions-Trog
Brabag	halbtechnisch (Labor)	besondere Einrichtung
I.G.	schmelzen in 20kg Portionen	besondere Einrichtung
Ruhrch.	halbtechnisch(großtechnisch)	Reduktionstrog
Rheinpr.	großtechnisch	Reduktionstrog

Dr.Sauter: Hoch alkalisierte und schlecht reduzierte Eisenkontakte lösen sich beim Anfahren auf.

Dr.Herbert: Je höher die Aktivität des Kontaktes je weiter kann die Reduktion getrieben werden.(Reduktionsgrad~ 30%).