

100062

Aktennotiz

über die Besprechung mit Herrn Dr. Pichler
vom Kaiser-Wilhelm-Institut

Verfasser: Dr. Velde

Durchdruckfan:

Herrn Prof. Dr. Martin
Herrn Dir. Dr. Hagemann
Herrn Dr. Velde

in Mulheim am 11.8. 19 45

Anwesend:

Herr Dr. Pichler	KWI
Herr Dr. Ziessecke	KWI zeitweilig
Herr Dr. Velde	RCH
Herr Scheidt	RCH

Zeichen:

BL KW V/WK

Datum:

14.8.45

Betrifft: IsoSynthese

Herr Dr. Pichler teilte uns über die IsoSynthese zusammengefaßt folgendes mit:

Die IsoSynthese zur Herstellung verzweigter Kohlenwasserstoffe oder Alkohole wird mit Wassergas, das nicht so völlig schwefelfrei zu sein braucht wie bei der üblichen Synthese, bei 300 Atmosphären und 450° betrieben. Bei den Versuchen des Kaiser-Wilhelm-Institutes hat sich herausgestellt, daß durch Erhöhung des Druckes die Ausbeuten kaum gesteigert werden und kondensierte sauerstoffhaltige Verbindungen, wie beispielsweise Diäthyläther, gebildet werden, während bei den niedrigen Drücken mehr Alkohole entstehen. Für die Temperatur gilt, daß eine Temperaturerhöhung die Reaktion mehr auf die Seite der Kohlenwasserstoffe lenkt, wobei allerdings eine geringe Kohlenstoffbildung auftritt, während Temperaturerniedrigung, beispielsweise auf 400°, deutlich den Anteil an Alkoholen erhöht (vorwiegend Isobutylalkohol). Als Kontaktmaterial hat sich Thoriumoxyd, das je nach dem gewünschten Endprodukt entweder Aluminiumoxyd enthalten kann oder in kleinem Umfange mit Kaliumcarbonat alkalisiert ist, bewährt. Die Kontaktbeaufschlagung beträgt durchschnittlich 1000 l Gas/l Kontakt, ist also wesentlich größer als bei der üblichen Kobaltsynthese. Die Ausbeuten betragen hierbei etwa 120 g flüssige Produkte + Gasol je Norm-CO-H₂-Gemisch; dabei wird das Kohlenoxydwasserstoffgemisch zu etwa 75 % aufgearbeitet. Die Methan- und Ethanbildung ist anscheinend sehr stark von der Auswahl des Kontaktes abhängig und liegt bei den infragekommenden Kontakten in der Größenordnung von 10 bis 15 % bezogen auf das umgesetzte Kohlenoxydwasserstoffgemisch, liegt also etwa in der gleichen Größenordnung wie bei der Kobaltsynthese. Die Aufarbeitung des Wasser-

100063

Innenrohr von 15 cm \varnothing und 4 m Höhe einer Anzahl von 10 Rohren entspricht.

001411

Min

13. August 1945

Beschreibung der Isosynthese

100064

001412

Unter "Isosynthese" versteht man eine katalytische Kohlenoxydhydrirung bei der vorwiegend verzweigte Kohlenstoffe, fastausschließlich paraffinischer Natur, gebildet werden. Daneben werden auch in wechselnden Mengen je nach Wahl der Versuchsbedingungen und der Art des Kontaktes sauerstoffhaltige Verbindungen, in erster Linie höhere Alkohole, gebildet. Die verzweigten Kohlenwasserstoffe zeichnen sich bekanntlich durch eine besonders hohe Klopfestigkeit aus, sodaß es möglich ist, Benzine im Siedebereich bis 200° herzustellen, die, direkt von der Synthese herkommend, ohne weitere Nachbehandlung außer einer Stabilisation und Auswaschung Motoroktanzahlen in der Größenordnung von 80 besitzen. Leitet man die Reaktion so, daß vorwiegend gasolartige Kohlenwasserstoffe, d.h. C_3 und C_4 -Kohlenwasserstoffe, gebildet werden, so erhält man als Hauptprodukt Isobutan, das auf verschiedenen Wegen entweder durch eine leicht durchzuführende Dehydrierung zu Iso-Butylen und anschließende Polymerisation oder eine Alkylierung mit n-Butylen in Isooktan mit der Oktanzahl 100 umgewandelt werden kann. Die entsprechenden Alkohole, es handelt sich vorwiegend um Isobutylalkohol, können entweder in der chemischen Industrie, z.B. in der Lackindustrie oder als Weichmacher verwendet werden oder durch eine Dehydratation durch Abspaltung von Wasser in entsprechende Olefine umgewandelt werden, die wieder zur Polymerisation oder Alkylierungen benutzt werden können.

Die Isosynthese geht, wie die übliche katalytische Kohlenoxydhydrirung vom Wassergas aus, das bei hohen Drucken in der Größenordnung von 300 Atmosphären und hohen Temperaturen, z.B. 450° , über besonders entwickelten Thoriumkontakten umgesetzt wird. Die Kontakte sind so ausgebildet, daß sie gegen Schwefel unempfindlich sind, sodaß die bei der Kobaltsynthese notwendige Feinreinigung des Gases unterbleiben kann. Die Beaufschlagung des Kontaktes ist bei der Isosynthese wesentlich höher als bei der Synthese mit Kobaltkontakten; sie beträgt $1 \text{ m}^3/\text{h}/1$ Kontaktraum. Bei diesem Durchsatz werden bei vollständiger Aufarbeitung des Gases, die durch zweistufige Leitung des Prozesses erreicht werden kann, etwa 145 - 150 g Gesamtprodukt (flüssige Produkte + Gasol) / $\text{Nm}^3 \text{ CO-H}_2$ -Gemisch erzeugt.

Kun

100065

001413

Abschrift

Tafel 12ThO₂ + 20 % Al₂O₃ (getrennt gefällt)Ausbeuten in g/nobm CO-H₂-Gemisch

Druck at	Tmp. °C	fl. KW	Alkohole	1-C ₄	n-C ₄	C ₃	C ₂ + C ₁	fl. Prod. + Gasöl
300	450	34,1	3,3	60,5	9,0	8,6	25,0	115,5
300	475	25,9	0,5	69,0	8,0	9,8	36,5	113,2
600	450	56,4	-	61,3	6,6	5,5	22,8	129,8

Abschrift

Tafel 12

$\text{ThO}_2 + 20\% \text{Al}_2\text{O}_3$ (getrennt gefüllt)

Ausbeuten in g/norm CO-H_2 -Gemisch

Druck at	Temp. $^{\circ}\text{C}$	fl. KW	Alkohole	i-C ₄	n-C ₄	C ₃	C ₂ + C ₁	fl. Prod. + Gasol
300	450	34,1	3,3	60,5	9,0	8,6	25,0	115,5
300	475	25,9	0,5	69,0	8,0	9,8	36,5	113,2
600	450	56,4	-	61,3	6,6	5,5	22,8	129,8

100066

001414

Abschrift
Tafel 14.

Versuche mit Katalysatoren, welche neben $\text{ThO}_2 + 20\% \text{Al}_2\text{O}_3$ versch. Mengen K_2CO_3 enthalten (300 at, 450°).

% K_2CO_3 (bez. auf Al_2O_3)	Umsatz CO H_2 %	fl. KW 1. Öl; H_2O	Ausbeuten in g je Ncbm Alkohole			H ₂ - Gemisch			% i-C ₄ inges. in C ₄	% C ₄ H ₈ in Geg. 1-C ₄	fl. Prod. + Gasol g je Ncbm		
			1-C ₄	n-C ₄	CO	C ₂	C ₁						
0	73	67	34,1	1,0	2,3	60,5	9,0	8,6	10,2	14,8	87	8	115,5
1	72	68	34,9	0	1,2	67,4	10,1	0	8,6	15,8	87	8	113,6
3	78	75	25,4	0	0,2	84,6	9,8	0	7,3	21,5	90	5	120,0

Tafel 15

Die katalytische Wirkung von ThO_2 , Al_2O_3 und Alkali (450°, 300 at, 10 Lit. Endgas/28 g ThO_2).

Nr.	Katalysator	fl. KW	Ausbeuten in g je Ncbm Alkohole im		CO - H ₂ - Gemisch			C ₁	C ₂	C ₃	CO-Ums. %
			Öl	H_2O	i-C ₄	n-C ₄	CO				
1	Al_2O_3 (aus Aluminat)	14	0,7	-	10	6	4	0	9	24	
2	$\text{Al}_2\text{O}_3 + 3\% \text{K}_2\text{CO}_3$	24	< 1	< 1	2	1	0	8	14	25	
3	ThO_2	42	9	11	23	3	11	4	11	62	
4	$\text{ThO}_2 + 0,6\% \text{K}_2\text{CO}_3$	65	21	5	12	1	8	1	6	62	
5	$\text{ThO}_2 + 20\% \text{Al}_2\text{O}_3$	34	1	2	61	9	9	10	15	73	
6	$\text{ThO}_2 + (20\% \text{Al}_2\text{O}_3 + 3\% \text{K}_2\text{CO}_3)$ bez. auf Al_2O_3	25	0	0	85	10	0	7	22	78	
7	$(\text{ThO}_2 + 0,6\% \text{K}_2\text{CO}_3) + 20\% \text{Al}_2\text{O}_3$	42	2	4	51	7	18	6	12	70	

100067

1415

Abschrift

Tafel 14

Versuche mit Katalysatoren, welche neben $\text{ThO}_2 + 20\% \text{Al}_2\text{O}_3$ versch. Mengen K_2CO_3 enthalten (300 at., 450°):

Nr.	% K_2CO_3 (bez. auf CO_2)	Umsatz in %	fl. KW 1.0 l. H ₂ O	Ausbeuten in % je Norm CO - Gemisch 1-C 2 C ₁	H ₂ - H ₂ O n-C ₄	versch. K ₂ CO ₃	Mengen K_2CO_3 enthalten (300 at., 450°)
0	73	67	34,1	1,0 2,3 60,5	9,0 8,6	10,2 14,8	87 8
1	72	68	34,9	0 1,2 67,4	10,1 0	8,6 15,8	87 8
3	78	75	25,4	0 0,2 84,6	9,8 0	7,3 21,5	90 5

Tafel 15

Die katalytische Wirkung von ThO_2 , Al_2O_3 und Alkali (450° , 300 at., 10 Lit. Endgas/28 g ThO_2):

Nr.	Katalysator	Ausbeuten in % je Norm CO - H ₂ - Gemisch fl. KW	Alkohole im 01 H ₂ O	1-C ₄	n-C ₄	C ₁	C ₂	C ₃	C ₄	CO- Ums. %
1	Al_2O_3 (aus Aluminat)	14	0,7	-	10	6	4	0	0	24
2	$\text{Al}_2\text{O}_3 + 3\% \text{K}_2\text{CO}_3$	24	< 1	11	2	1	0	0	8	25
3	ThO_2	42	9	11	23	3	11	4	4	62
4	$\text{ThO}_2 + 0,6\% \text{K}_2\text{CO}_3$	65	21	5	12	1	8	-	1	62
5	$\text{ThO}_2 + 20\% \text{Al}_2\text{O}_3$	34	1	2	61	9	9	10	15	73
6	$\text{ThO}_2 + (20\% \text{Al}_2\text{O}_3 + 5\% \text{K}_2\text{CO}_3)$ bez. auf Al_2O_3	25	0	0	85	10	0	0	7	78
7	$(\text{ThO}_2 + 0,6\% \text{K}_2\text{CO}_3) + 20\% \text{Al}_2\text{O}_3$	42	2	4	51	7	18	6	12	70

200368

001416