

Sekretariat Hg.

Eingang: 8.1.44

Lfd. Nr.: 13

Bearw:

Aktennotiz

über die Besprechung mit

Verfasser: Dr. Herbert und Dr. Roelen

Durchdruck an: Dr. Herbert Prof. Martin Dir. Hagemann

in Holten am 5.1. 1944

Anwesend: die Herren:

- Dr. Herbert Lurgi
- Dr. Roelen RCH
- Dr. Neckel RCH
- Dr. Lenke RCH

Zeichen: Datum:

7126

Abtg. PL Roe/Pa. 7.1.1944

Betrifft: Eisenkatalysatoren.

Zweck der Besprechung war die Einleitung gemeinsamer Massnahmen zur baldigen Durchführung von Grossversuchen mit neuen Eisenkatalysatoren.

1. Roelen schlug vor, sich zunächst über die Beurteilung der Versuchsergebnisse auszusprechen. Er erläuterte, dass die Kenntnis von Umsatz, Methanbildung und Aufarbeitungsverhältnis gestattet, ein Urteil über die Menge der gebildeten höheren Kohlenwasserstoffe zu bilden. Diese drei Werte sollen daher für den näherungsweisen Vergleich von Katalysatoren ausreichend sein. Zur Beurteilung des Syntheseverlaufs müssen jedoch ferner die flüssigen Produkte erfasst und untersucht werden (Siedelage, Sättigungsgrad, Gehalt an Sauerstoffhaltigen). <sup>vollständig diese</sup>

Somit ist für die näherungsweise Betrachtung die aus den drei genannten Kennzahlen errechnete theoretische Ausbeute ausreichend, um die Leistungen bzw. Fehlleistungen der Synthese zu kennzeichnen.

Herbert stimmt diesen Ausführungen zu und betont lediglich, dass die Ermittlung von prozentualen Paraffingehalten, bezogen auf flüssige Produkte, zu Trugschlüssen führen kann, wenn die Vergleichskontakte hinsichtlich ihrer Gasolbildung stark verschieden sind. So ergab beispielsweise der I.G.-Kontakt bei den Reichsamtversuchen mit 45% eine relativ gute Paraffinausbeute, bezogen auf flüssige Produkte. Wegen der hohen Gasolbildung dieses Kontaktes liegt jedoch die wirkliche Paraffinbildung ausgedrückt in g je Norm Idealgas relativ niedrig.

Aus diesem Grunde wurde vereinbart, den Vergleich von Paraffinausbeuten in g je Norm auszudrücken, bezogen auf einen noch zu bestimmenden Umsatz.

7.1.1944.

2. Die Auswahl der angewendeten Katalysatoren ist abhängig von der Art der Aufgabenstellung. Diese wurde daher noch einmal genauer erläutert. Herbert machte darauf aufmerksam, dass in gegenwärtigen Zeitpunkten und unter Berücksichtigung aller tatsächlichen Umstände es sich lediglich darum handeln könne, die praktischen Erfordernisse der vorhandenen Synthesenanlagen zu befriedigen. Dabei sei es aber so, dass mit Ausnahme von Schaffgotsch alle Werke, welche für Eisenkontakte in Frage kommen, in kurzer Zeit mit Kreislauf fahren würden. Bei Schaffgotsch dagegen käme nur ein kleiner Teil der vorhandenen Öfen zur Füllung mit Eisenkontakten in Frage, weil der grössere Teil die bekannten grossen Rohrdurchmesser besitze, und selbst für diesen kleinen Ofenanteil ist bei Schaffgotsch die Einrichtung dieses Kreislaufs im Bau. Unter diesen Umständen bestünde die praktische Aufgabe, zunächst in der Verwirklichung der Kreislaufsynthese mittels Eisenkontakt.

Darüber hinaus, betonte Herbert, würde das Reichsamt seine Zustimmung nicht dazu geben können, dass die Gesamtausbeute eines Werkes wesentlich absinke, sofern die praktische Möglichkeit bestünde, dies zu verhindern. Diese Möglichkeit besteht darin, in mit Kreislauf betriebenen Anlagen die gesamte erste Stufe, so lange der Kreislauf noch nicht eingerichtet ist, etwa zu drei Viertel mit Eisenkontakten zu betreiben. In diesen Anlagen könnte dann die Konvertierungsanlage ausgeschaltet werden. Die nachgeschalteten Stufen würden wie bisher mit Kobaltkontakten arbeiten. Eine solche Umstellung wird nach übereinstimmender Auffassung zu keiner Ausbeuteverminderung der Werke, dagegen zu einer Steigerung der Hartwachsproduktion führen, was für die einzelnen Werke einen wirtschaftlichen Anreiz zur Umstellung auf Eisenkontakte bietet. Würde man dagegen die Gesamtanlagen auf Eisenkontakte umstellen, so würden nach den bisherigen Versuchsergebnissen die Gesamtausbeute an flüssigen Produkten von ca. 160 auf 120 g abfallen (maximale theoretische Ausbeute, welche mit dem Rheinpreussenkontakt erreicht werden könnte, berechnet für 90% Umsatz, vorausgesetzt, dass der Rheinpreussenkontakt während der ganzen Laufzeit die Ergebnisse seiner Anfangszeiten beibehalten würde).

Die zusätzliche Kobaltersparnis bei Füllung der 2. und 3. Stufen mit Eisenkontakt ist aber so gering, dass das Reichsamt unmöglich einen Ausbeuteabfall von 40 g je Kubm Idealgas zulassen könnte. Auch die Synthesewerke würden sich aus wirtschaftlichen Gründen hiergegen sträuben. Es besteht daher Übereinstimmung, dass zunächst die Lösung angestrebt werden soll, dass die Versuche zur Verbesserung des Verhältnisses fortgesetzt werden mit dem Ziel, einmal eine völlige Umstellung der Mitteldruckwerke auf Eisenkontakte ohne Abfall der Gesamtausbeute zu ermöglichen. Um andersartigen Auffassungen und etwaigen Bestrebungen, die Entwicklungen in falsche Richtungen zu leiten, mit Sicherheit begegnen zu können, soll nach aussen hin herausgestellt werden, dass die Einführung des Eisenkontaktes nicht zu einer Ausbeuteverminderung führen darf, d.h. also, dass die Werke weiterhin 160 g je cbm erzeugen müssen, und dass fernerhin durch die Einführung des Eisenkontaktes die Konvertierung eingespart wird. Das sind zwei Bedingungen, welche beispielsweise Rheinpreussen heute mit seinem Kontakt nicht gleichzeitig erfüllen kann.

3. Austausch von Probekatalysatoren.

Am Vortage war vereinbart worden, dass wir gegenseitig Eisenkatalysatoren austauschen, welche für den Betrieb mit Kreislauf in Frage kommen. Rohchemie wird zu diesem Zweck zur Verfügung stellen:

7.1.1944.

1. 2 l des Katalysators F 2093. Dieser Katalysator hat jetzt rund 3300 Betriebsstunden mit befriedigenden Ergebnissen erzielt (bei 220° Endtemperatur, rund 6% CO + H<sub>2</sub> Umsatz, Verbraucherverhältnis ca. 1,1 N<sub>2</sub> : 1 CO, berechnete Ausbeute rund 100 g höherer Kohlenwasserstoffe als Methan je cbm).
2. Eisenkatalysator F 2188, welcher im Mannesmannrohröfen ähnliche Ergebnisse bei 205° bereits im geraden Durchgang brachte.

Lurgi wird zur Verfügung stellen:

1. 2 l eines Kontaktes, der etwa dem bei der Brabag eingesetzten Kontakt entspricht.
2. 2 l eines Kontaktes von ähnlicher Zusammensetzung, jedoch mit Soda gefüllt.

Dieser Katalysatoraustausch soll möglichst bald erfolgen.

#### 4. Herstellbarkeit in unserer Katorfabrik.

Um zu entscheiden, ob die von Lurgi angewendeten Arbeitsverfahren in unserer Katorfabrik durchführbar sind, wurde die Katalysatorherstellung in einzelnen durchgesprochen. Das Ergebnis ist, dass mit Ausnahme der Fällung kieselgurfreier Kontakte mit Alkalihydroxyd alle Arbeitsgänge, welche die Lurgi bisher angewendete, voraussichtlich in unserer Katorfabrik ohne Schwierigkeit durchgeführt werden können.

Um die Schwierigkeiten, welche mit der Hydroxydfällung verknüpft sind zu vermeiden, will Lurgi jetzt die bereits früher von ihr mit gutem Erfolg angewendete Sodafällung näher heranziehen.

5. Bei der Aussprache über die Katalysatorherstellung stellte sich heraus dass hinsichtlich der Vorbehandlung bei ROH noch Entwicklungsarbeiten im Gange sind, welche zur Zeit noch nicht genügend abgeschlossen und noch nicht angemeldet sind. Da diese Arbeiten für die Kreislaufkontakte jedoch nicht benötigt werden, wurde vereinbart, die Vorbehandlung von dem Erfahrungsaustausch einstweilen auszunehmen.

6. Die für die Kreislaufversuche in Aussicht genommenen Katalysatoren wurden zwecks Vergleich der Herstellungsarten in einzelnen besprochen.
  - a) ROH verwendet Katalysatoren, welche auf 100 Teile Eisen 2 - 5 Teile Kupfer, 5 - 20 Teile Kalk, 5 - 50 Teile Kieselgur enthalten und je nach den Umständen nachträglich mit Alkali imprägniert werden, z.B. mit 1 - 5% Kaliumhydroxyd. ROH hat alle Carbonate und Hydroxyde der Alkalien, sowie auch Gemische derselben als Fällungsmittel herangezogen und verwendet zur Zeit vorwiegend Soda, vor allem im Hinblick auf die großtechnische Anwendung (bessere Filtrierbarkeit, geringere Kosten). Das getrocknete Korn wird mit Wasserstoff in der üblichen Weise reduziert. Wichtig ist, dass ein Teil der angewendeten Kieselgur vor der Fällung zugegeben wird. Beispielsweise werden 10 - 20% in die kochende Sodälösung gegeben, darin ein bis zwei Minuten gekocht. Dann wird die heisse Nitratlösung eingegossen bis zum pH-Wert 8 - 9. Der Rest der Kieselgur wird dann zugegeben.

b) Lurgi verwendet Katalysatoren von der durchschnittlichen Zusammensetzung 100 Fe, 5 - 10 Cu, 9 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 9 K<sub>2</sub>O, 24 SiO<sub>2</sub>. Die kochende Lösung der Nitrate von Eisen, Kupfer und Aluminium wird in kochende Kalilauge oder neuerdings auch Soda bis zum pH-Wert 9 eingegossen. Der Schlamm wird anschliessend auf einer Zentrifuge abgeschleudert. Hierauf wird Kaliumwasserglas eingeknetet, worauf der Schlamm nochmals mit kochendem Wasser verrührt und ein zweites Mal abgeschleudert wird. Soweit kieselgurhaltige Kontakte hergestellt werden, wird die Kieselgur vor der Fällung 1,5 Minuten gekocht, wobei eine zusätzliche Wasserglasbildung einsetzt. Die Auswaschungsbedingungen und der Wasser-

7.1.1944

glaszusatz werden so variiert, dass die oben angegebene Zusammensetzung des Kontaktes erreicht wird. Die Reduktion erfolgt bei 250 - 300° mit einer Wasserstoffmenge von 1 cbm je Liter Kontakt und Stunde über eine Zeitdauer von 40 Minuten. Es liegen auch günstige Erfahrungen vor mit der Verwendung von Atmkalk als Fällungsmittel. Die Arbeiten zur Feststellung der optimalen Bedingungen sind noch im Gange. Lurgi hat neuere Entwicklungsarbeiten auf dem Gebiete der Vorbehandlung im Gange, über die eine Aussprache erst zu einem späteren Zeitpunkt erfolgen soll.

Lurgi hat Eisenkontakte aus Chloridlösungen gefällt, die sich durch besonders geringe Methanbildung auszeichneten, bei denen aber bisher ein starker Paraffinabfall nicht verhindert werden konnte.