

Referat von Dr. B. L ö p m a n n über Verbesserungen in der
Fahrweise einer Syntheseanlage zur Steigerung von Produktion,
Ausbeute und Kontaktlebensdauer.

Die Maßnahmen, die sich bei uns zur Steigerung von Kontaktaus-
nutzung, Ausbeute und Produktion seit langem bewährt haben, sind
Ihnen einmal bereits durch unser Schreiben an die Ruhrchemie vom
17. 4. 1942, worin ich die wesentlichsten Punkte kurz aufgeführt
hatte, bekannt geworden, zum anderen wurden sie des öfteren im
Gedankenaustausch zwischen Vertretern der einzelnen Werke und mir
auf unserer Anlage ausführlich besprochen. Ich glaube daher, daß
es sich erübrigt, sie nochmals, wenn auch ausführlicher, hier zu
referieren. Zweckmäßiger wird es sein, sie anschließend zum Ge-
genstand einer gemeinsamen Aussprache zu machen, da die Arbeits-
weise ja bereits auf verschiedenen Werken erfolgreich durchge-
führt worden ist. Zur Aufklärung verschiedener hierbei aufgetre-
tener Schwierigkeiten halte ich es jedoch für zweckmäßig, Ihnen
eine Schilderung der historischen Entwicklung unserer Arbeits-
weise zu geben und dabei auf mögliche Schwierigkeiten in der
Durchführung hinzuweisen. Gleichzeitig möchte ich Ihnen die
Umstände und Gründe anführen, die zu unserer Arbeitsweise ge-
führt haben.

Nach eingehendem Studium der Holtener Ergebnisse in den Jahren
1937/38, die uns dank dem Entgegenkommen der Ruhrchemie zugäng-
lich waren, erschienen mir folgende neue Gesichtspunkte für das
erfolgreiche Betreiben der Synthese sehr wesentlich:

- I. Anwendung des Gegenstromprinzips im Kontakteinsatz.
- II. Vermeidung der Schädigung der Kontakte durch Überbelastung.
- III. Erlangung höherer Ausbeute im Gange einer rationelleren,
stärkeren Aufarbeitung durch geringere Belastung der Öfen
und in Ergänzung zu I sinngemäße Ausnutzung der hohen
Anfangsaktivität der frischen Kontakte.
- IV. Vermeidung bis dahin üblicher höherer Kontraktion in der
I. Stufe und damit teilweise Verschiebung der Aufarbeitung
in die II. Stufe. (s. Bemerkung!)

- V. Möglichst laufende Erfassung der anfallenden Produkte zur besseren Beurteilung der jeweils getroffenen Maßnahmen, sodaß man nicht ausschließlich auf die mindestens im Anfang mehr oder weniger genauen Analysen angewiesen ist.
- VI. Das möglichst gleichmäßige Betreiben der Anlage insbesondere zur leichteren Beurteilung der Ergebnisse.

Ich bemerke ausdrücklich, daß die obenerwähnten Gesichtspunkte von Anfang an die Betriebsweise unserer Anlage maßgeblich beeinflusst haben. Es ist unverkennbar und auch aus den Monatsmittelwerten des Jahres 1939 zu ersehen, daß das Anlaufen dieser Maßnahmen bereits im ersten Betriebsjahr einen nennenswerten Erfolg gebracht hat, da eine Ausbeute an Primärprodukten einschl. Gasol von 145 g im Jahresdurchschnitt erreicht wurde gegenüber einem Mittel bei den übrigen Werken von 132 g und außerdem das durchschnittliche Lebensalter der Kontakte bereits 1 635 h betrug, wobei Maximalwerte von 2 491 h schon in einem Monat erreicht wurden. Die mittlere Lebensdauer bei den übrigen Werken betrug demgegenüber 1 370 h. Es hat sich damals günstig ausgewirkt, daß wir auf Vorschlag von Herrn Direktor Alberts nicht sämtliche Öfen auf einmal in Betrieb nahmen, sondern zur Erlangung eines Altersunterschiedes in den Kontakten erst im Verlauf von einigen Monaten auf den Vollbetrieb des vorhandenen Ofenraumes übergingen. Leider traten zum Herbst kurz nach Kriegsausbruch unvorhergesehene Schwierigkeiten auf. Aus den Mittelwerten des Jahres 1939/40 ist zu ersehen, daß der starke Schwefeleinbruch durch die etwa im August/September 1939 einsetzende Schädigung der Feinreinigermasse durch Kondensate aus dem Koksofengas die anfangs erreichte günstige Entwicklung erheblich abgebremst hat. Hierauf ist auch der schlagartige Rück-

B. Ich hatte auf Grund dieser Überlegung bereits anfangs vorigen Jahres den Ausbau unserer Anlage um eine weitere Stufe vorgeschlagen. Diese Erweiterung wäre auch durchgeführt worden, scheiterte aber -wenigstens vorläufig- an dem Mangel an Kobalt. Ich erwähne dies besonders, weil der Vorschlag in etwa im Gegensatz zu dem Ergebnis des 3. Stufen --Versuches von Franz Fischer und Helmut Pichler steht, wodurch die 3. Stufe nur eine ganz minimale Ausbeutesteigerung erreicht wurde. (Br.Chem. 1936, S.27, Abb. 4).

gang des Kontaktalters in den Monaten November - Dezember 1939 zurückzuführen. Dieser Rückschlag konnte erst im Laufe des Jahres 1940 durch Verbesserung der Arbeitsweise der Feinreinigung einigermaßen kompensiert werden.

Die rechtzeitige Erkennung der Bedeutung der obenerwähnten Maßnahmen haben uns nun noch den weiteren Vorteil gebracht, daß die sich hieraus ergebenden notwendigen Ergänzungen unserer Anlage frühzeitig beantragt werden konnten und uns dadurch bereits heute schon weitgehend zur Verfügung stehen. Hierunter fällt insbesondere die Vergrößerung der Ofenzahl im Kontaktöfenhaus.

Die ersten weiteren Kontaktöfen wurden gegen Ende 1940 in Betrieb genommen und konnten sich daher nennenswert erst im Jahre 1941, selbstverständlich im Zusammenhang mit der Verbesserung der Fahrweise, im obenerwähnten Sinne voll auswirken. Obwohl mir die Bedeutung des reichlichen Ofenraumes für die Anlage vor Aufstellung der ersten weiteren 8 Öfen vollkommen klar war, habe ich, insbesondere auch weil ich damals mit meiner Ansicht vollkommen allein stand - es war die Zeit der hohen Belastungen - man vergl. dazu die damaligen Mittelwerte - im Juli einen interessanten Versuch mit der ganzen Anlage durchgeführt, der einen außerordentlichen Erfolg brachte, nämlich eine Steigerung der Produktion von 4 365 t im Juni auf 4 911 t im Juli. Die Steigerung um 400 t (auf den Monat mit 30 Tagen umgerechnet), wurde ermöglicht durch entsprechende Änderung des Kontakt- und Regenerierprogramms, mit dem Ziele, mehr Ofenraum zur Verfügung zu bekommen. Ich kann diesen Versuch jedem, der noch an den Ergebnissen zweifelt, nur zur Wiederholung empfehlen. Er läßt sich jederzeit sehr leicht durchführen. Auf Grund der Ergebnisse dieses Versuches konnte ich unbedenklich die Vorschläge zur Beschaffung weiterer 16 Kontaktöfen machen, für deren Aufstellung allerdings größere bauliche Schwierigkeiten zu überwinden waren, ohne die Ergebnisse des Jahres 1941 abwarten zu müssen. Hierdurch wurde natürlich kostbare Zeit für den Ausbau gewonnen. Das Jahr 1941 brachte dann sowohl in Produktion wie in Ausbeute den erwarteten Erfolg., nämlich bei einem mittleren Ofenalter von 2 000 h eine Ausbeute von 160 g und eine Ofenleistung von bereits 1,85 t. Die Gesamtproduktion der Anlage

war dabei von 53 000 t im Jahre 1940 auf 64 000 t im Jahre 1941 angestiegen.

Das Jahr 1942 brachte dann infolge weiterer Verfeinerung der nunmehr in bereits 3 Jahren erprobten Betriebsweise einen weiteren starken Anstieg in der Kontaktausnutzung, sodaß in der gesamten Anlage ein Kontaktalter von 3 Monaten erreicht wurde, wobei die spezifische Ausbeute auf über 160 g einschl. Gasol gesteigert werden konnte. Die Kontaktleistung je Ofen erreichte fast 2 t flüssige Produkte/Tag bzw. auf Co umgerechnet über 450 t Produkt je t Kobalt.

Man darf aus dem bisher Gesagten nicht schließen, daß diese Ergebnisse allein durch Aufstellen weiterer Kontaktöfen erreicht werden können; das wäre vollkommen falsch. Es kommt nicht allein auf die Zahl der Öfen an, sondern es kommt im wesentlichen darauf an, wie sie eingesetzt und betrieben werden. Man kann diese Angelegenheit nicht nur mit dem Rechenstift allein regeln. Für die neue Betriebsweise sind jedoch zwangsläufig mehr Öfen erforderlich.

Ich möchte nun noch kurz auf die eingangs erwähnten ersten vier Maßnahmen eingehen:

Zum Gegenstromprinzip im Kontakteinsatz führte einmal die Überlegung, daß man doch die hohe Anfangskontaktaktivität besser für die Aufarbeitung schwächerer Gase verwendet, als die Kontakte durch Anfahren mit konzentrierten Gasen zu schädigen. Weiter glaube ich nicht, daß man einen Kontakt in der II. Stufe unter den angegebenen Bedingungen überhaupt wirtschaftlich restlos ausnutzen kann. Dieser Punkt scheint mir noch der wesentlichste zu sein. Der beste Beweis ist jedoch meines Erachtens das Ergebnis in unserer Anlage. Ich bin hier auch oft auf gegenteilige Ansicht gestoßen. Man scheint diese Fahrweise auch früher nicht für so wesentlich gehalten zu haben, denn wie bei den meisten übrigen Werken war auch bei unserer Anlage das Betreiben aller Öfen in der II. Stufe nicht möglich.

Als sich bei uns aus diesem Grunde ein sehr unangenehmer Engpaß anzeigte und für die Zukunft ein erheblicher Produktionsrückgang

drohte, konnte ich diese Gefahr noch eben rechtzeitig beheben durch Schaffung einer provisorischen Möglichkeit, weitere Öfen in die II. Stufe zu nehmen. Dieses Provisorium wurde dann später erweitert und hat sich so lange als sehr nützlich erwiesen, bis es im vergangenen Jahr endlich durch den vollen zweistufigen Ausbau ersetzt werden konnte.

Betreffs Kontaktüberlastung bin ich der Meinung, daß jeder Kontakt, wenn er sein Maximum an Leistung, d.h. nicht in der Zeiteinheit, sondern wenn er in seiner ganzen Laufzeit eine Höchstmenge an Benzin erzeugen soll, dies nur tut, wenn eine bestimmte Belastung nicht überschritten wird. Diese Belastung ist natürlich für jeden Zustand und auch für jeden Kontakt verschieden. Man kann diese Regelung der Belastung und Temperaturführung usw. nicht nur schematisch anordnen, sondern muß sie jemandem überlassen, der das nötige Fingerspitzengefühl dafür hat. Mit etwas Überlegung und gutem Willen läßt sich auch hierbei überall ein brauchbarer Weg finden. Er muß allerdings gefunden werden, sonst ist ein voller Erfolg nicht zu erzielen. Nach diesen Gesichtspunkten sind auch die Vorarbeiter oder Meister, die den Ofenhausbetrieb leiten, auszusuchen. Als letzte ausführende Organe brauchen sie eine mehrjährige Schulung. Man kann sich also hier kaum älteren Wechsel leisten. Nach diesen Grundsätzen wird jedenfalls bei uns mit gutem Erfolg seit langem verfahren.

Die Maßnahmen unter I und II ergeben dann zweckmäßig nach III zur stärkeren Aufarbeitung angewandt, zwangsläufig eine höhere spezifische Ausbeute.

Zu den Maßnahmen nach 4 führte die Überlegung, daß es unverständlich erscheint, warum man beide Stufen so verschieden beanspruchen soll. Da für den günstigen Ablauf der Synthese ja die schnelle Abfuhr der Reaktionswärme so außerordentlich wesentlich ist, ist es auch abgesehen von Gleichgewichtsgründen sicher zweckmäßiger, die Aufarbeitung gleichmäßig auf beide Stufen zu verteilen; hierdurch werden auch weitgehend kontaktschädigende Durchgänge in der I. Stufe besser vermieden.

Es ist klar, daß die obenerwähnten Maßnahmen, da es sich dabei um eine weitgehende Veränderung der bisherigen Betriebsweise handelt, nur allmählich, Zug um Zug, durchgeführt werden können, so daß sich die mit einer größeren Anlage in dieser Richtung durchgeführten Versuche zur Vermeidung von etwaigen Produktionsausfällen nur in größeren Zeiträumen abspielen können. Um über Auswirkungen dieser Maßnahmen möglichst bald ein klares, sicheres Bild zu bekommen, hielt ich es für richtig, von vornherein bei der Beurteilung nicht nur von der Gasanalyse auszugehen, sondern möglichst, wenn es ging stündlich, die laufend anfallende Produktion zu messen. Besonders aus diesem Grunde war es zweckmäßig, den Betrieb, soweit angängig, möglichst gleichmäßig zu führen.

Für die erfolgreiche Durchführung der obenangeführten Maßnahmen im Betriebe sind nun noch folgende Gesichtspunkte außerordentlich wesentlich:

- 1.) Die Betriebsweise der Öfen der II. Stufe,
- 2.) Regelung des Kontakteinsatzes im Einklang mit der Gaserzeugung,
- 3.) Zuverlässige Überwachung des gesamten Ofenbetriebes, insbesondere hinsichtlich der Regeneration und Temperaturführung.

Von diesen Dingen hängen weitgehend Erfolg oder Mißerfolg der gesamten Maßnahmen ab. Der Kontakteinsatz muß so geregelt sein, daß eine Überbeanspruchung in der II. Stufe nicht stattfinden kann. Ist der Kontakt in der II. Stufe durch Überbelastung, die für jeden Kontakt wieder verschieden sein kann, wesentlich geschädigt, so kann er natürlich in der I. Stufe keine langen Laufzeiten erreichen und muß frühzeitig entleert werden. Es ist nicht möglich, hierfür ein genaues Schema anzugeben. Im allgemeinen erreichen die Kontakte bei uns in der II. Stufe Temperaturen von 192 bis zu 194°C und werden dann in die I. Stufe übernommen, hierbei sind natürlich geringfügige, so vor allen Dingen kurzzeitige Überschreitungen noch nicht so gefährlich. Geht man so vor, so ist der Kontakt beim Umfahren noch derartig reaktionsfähig, daß er wenigstens in unseren Rohrbogenöfen nur unter besonderen Vorsichtsmaßnahmen umgefahren werden kann. Er zeigt also trotz Beanspruchungen in der II. Stufe über 2 - 3 Monate hinweg

noch eine Aktivität, wie sie sonst nur bei frischen Kontakten zu finden ist.

Um einen möglichst gleichmäßigen Betrieb in der Anlage zu erreichen, ist es weiter notwendig, den Kontakteinsatz weitgehend in Einklang mit der Gaserzeugung zu bringen, d.h. das Kontaktprogramm so aufzustellen, daß das Maximum in der Gaserzeugung mit der höchst möglichen in Betrieb befindlichen Ofenzahl zusammentrifft. Hierauf ist besonders beim Reparaturprogramm in der Generatorenanlage entsprechende Rücksicht zu nehmen. Das wird sich zwar nicht immer durchführen lassen, wie auch die Kontakte nicht in allen Fällen rechtzeitig herankommen werden. Es ist natürlich für eine Anlage, die wenig Kontakte verbraucht, leichter durchzuführen, als bei einer Anlage, die einen hohen Kontaktverbrauch hat. Es ist dies gleichzeitig ein weiterer Vorteil, der für die Kontakteinsparung spricht. Insbesondere ist jedoch bei der Aufstellung des Kontaktprogramms die unterschiedliche Leistung der einzelnen Kontakte zu beobachten, und das Kontaktprogramm, das auch sämtliche vorgehenden Regenerierungen zum mindesten über 1-2 Monate im voraus enthalten sollte, an Hand des Verhaltens der Kontakte im Betriebe laufend zu überprüfen. So bekommt man täglich einen Überblick über das vorhandene Kontaktvolumen und kann etwaige Engpässe, die sich dann schon für mehrere Monate im voraus berechnen lassen, durch entsprechenden Kontakteinsatz stets rechtzeitig korrigieren.

Für die Erzielung günstiger Ergebnisse ist eine zuverlässige Überwachung des gesamten Ofenbetriebes eine Selbstverständlichkeit. Von Anfang an hat sich bei uns zur Überwachung der Aufarbeitung am besten die Überprüfung durch registrierende CO_2 -Bestimmung mittels Monoapparat bewährt. Für je 4 Öfen ist mindestens ein Apparat erforderlich, sodaß jeder Ofen alle 4 Stunden zwangsläufig in seiner Kontraktion überprüft wird. Die Monoapparate selbst bedürfen dann allerdings dauernd einer Kontrolle durch Orsatanalyse. Die Orsatanalyse allein genügt jedoch meines Erachtens für eine saubere Syntheseführung nicht, da hierbei die menschliche Unzulänglichkeit nicht genügend ausgeschaltet werden kann. Um ausreichend zu sein, würde sie auch zu viel Personal beanspruchen.

Auf die laboratoriumsmäßige Überwachung des Synthesegases, die bei uns infolge der natürlichen Schwankungen in der Zusammensetzung des Koksofengases sehr wichtig ist und ganz außerordentliche Anforderungen an die analytische Arbeit des Laboratoriums stellt, möchte ich hier nicht näher eingehend.

Weitere Apparate, die zur Kontrolle der Anlage von Wichtigkeit sind und sich bei uns besonders bewährt haben, sind die Dichteschreiber im Synthesegas an den verschiedensten Stellen und das Kalorimeter im Restgas. Beobachtet man dazu noch die anfallende Gasmenge in der Stabilisierung und hat außerdem einen guten Überblick über den Zustand der Generatorenanlage, so sind alle Fehler, die auftreten können, verhältnismäßig leicht zu finden und man hat die Anlage fest in der Hand. Dieses ist auch unbedingt notwendig, wenn man alle Möglichkeiten voll ausschöpfen will. Nur so ist auch am besten ein gleichmäßiger Betrieb zu erreichen und können auftretende Engpässe frühzeitig erkannt und entsprechende Gegenmaßnahmen rechtzeitig getroffen werden. Das gute Hand- in Handarbeiten zwischen Gaserzeugungsanlage und Synthesebetrieb ist also eine wichtige Voraussetzung für die Erreichung des vollen Erfolges.

Ganz kurz möchte ich noch auf die Gasschwankungen, und zwar Mengen- und Zusammensetzungsschwankungen in der Anlage zurückkommen. Daß diese nach Möglichkeit zu vermeiden sind, ist klar, daß es nicht immer möglich ist, ist durch die Erfahrung leider mehr als einem Lieb ist, bewiesen. Auch bei uns treten des öfteren sowohl Mengen als auch außerordentlich starke Schwankungen in der Zusammensetzung des Synthesegases auf. Wie jedoch aus den hier vorliegenden Diagrammen dieses Monats, worauf ich die jeweilig erreichte Ausbeutezahl vermerkt habe, hervorgeht, wurde es möglich, so zu kompensieren, daß nennenswerte Ausbeuteverschlechterungen kaum dadurch mehr hervorgerufen werden.

Die weiteren erstmalig hier getroffenen Maßnahmen, wie das Anfahren der Kontakte mit Restgas II, die Kombination von Extraktion und Hydrierung zur Regeneration der Kontakte und der von Inbetriebnahme der H₂-Anlage im Mai 1939 an ausgeführte H₂-Zusatz zum Sygas II möchte ich nur kurz streifen, da sie schon öfter

der Gegenstand von Besprechungen in Erfahrungsaustauschsitzungen waren. Der Zusatz von H_2 zum Sygas II wurde im Mai 1939 erstmalig ausgeführt, und sollte es im wesentlichen -mit Rücksicht auf ^{das} starke Schwanken des $CO = H_2$ -Verhältnisses- ermöglichen, mit einem niederen Verhältnis als 1 : 2 in die I-Stufe einzutreten. Das Anfahren der Kontaktöfen mit Restgas II sollte neben dem Überbrücken der Anfahrschwierigkeiten den ersten Versuch für eine III. Stufe darstellen, wobei gleichzeitig die Grenze der Sygasaufarbeitung zur Ausbeutesteigerung überprüft werden sollte. Dass sie sich ausserordentlich bewährt hat, wurde schon des öfteren erwähnt. Sie wurde ja auch bereits von verschiedenen Werken mit Erfolg übernommen. Ähnlich wurde auch die Kombination von Extraktion und Hydrrierung meines Wissens schon von mehreren Werken nach unseren Erfahrungen mit Erfolg durchgeführt. Die heutige Auswirkung auf die Verlängerung des Kontaktlebensdauer ist aus den vorliegenden Temperaturkurven 6, 7 und 8 eindeutig zu ersehen. Hier sind 8 verschiedene Kurven mit einigen näheren Angaben zusammengestellt, um einmal die Abhängigkeit der Lebensdauer des Kontaktes von seiner Behandlung in der II. Stufe darzustellen, weil hier meines Erachtens eine der grössten Schwierigkeiten liegt. Zum anderen ist aus dieser Kurvenschar der erzielte Fortschritt besonders drastisch ersichtlich. Die Kurve 8 gehört zu einem in diesem Monate entleerten Kontakt. Die Kurve 1 stellt eine besonders ungünstige Kontaktfahrperiode aus der 1. Betriebszeit dar. Aus 4 und 6 ist zu entnehmen, dass eine Regeneration in der II. Stufe nicht viel nützt. Sie wird bei uns auch seit langer Zeit nicht mehr durchgeführt, höchstens gelegentlich als Notmassnahme. Die Kurven 7 und 8 zeigen eine z. Zt. noch übliche Temperaturführung und Anordnung der Regenerierung. Auch sie stellen noch nichts Abschliessendes dar, sondern sie sollen nur als Anhalt dienen. Es sind noch weitere Verbesserungen möglich bzw. bereits in der Auswirkung begriffen, wie auch schon aus den Mittelworten des Monats Februar zu ersehen ist. Nachdem die Ausbeute von 160 g bei uns schon seit längerer Zeit überschritten ist, nähert sie sich nach dem bisherigen Ergebnis dieses Monats schon sehr der nächsten Dekade. Ich verspreche mir nun noch sehr viel von der weiteren Verfeinerung unserer Fahrweise, da aus verständlichen Gründen noch immer kein Beharrungszustand erreicht ist. Wir

glauben daher, mit gutem Recht sagen zu können, dass die Benzinsynthese nach Fischer-Tropsch-Ruhrche wie durch die oben geschilderte und bei uns erstmalig ausgeführte Fahrweise eine wesentliche Verbesserung erfahren hat und dass siedadurch, insbesondere in wirtschaftlicher Beziehung, einen erheblichen Auftrieb erhalten wird.

gez. L ö p m a n n .