

01087 *W. K.*

RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT
Oberhausen-Holtent

1156

Besprechung über die Fahrweise Chemische Werke Essener-Steinkohle
am 26. März 1943 in Bergkamen.

Vorsitz: Dir. Alberts

Anwesend:

Chem. Werke Ess. Steinkohle:	Schwenke Löbmann Thies Gabriel
Brabag-Schwarzheide:	Voingärtner Kaunert
Rheinpreussen:	Grimme Strüwen
Viktor-Rauxel:	Braune
Hoesch-Benzin:	Verres Ullrich
Krupp-Treibstoffwerk:	Mohry Fischer
Schaffgotsch:	Hayek
Ruhrchemie:	Dahn Foisst

Alberts begrüßte die Vertreter der einzelnen Werke und stellte fest, dass auf dieser von der Ruhrchemie einberufenen Besprechung einmal die Stellungnahme der einzelnen Werke zur Synthesefahrweise der Chemischen Werke Essener Steinkohle, zum anderen die Kobaltversorgungslage besprochen werden soll.

Schwenke begrüßt für die Chemischen Werke Essener Steinkohle die Teilnehmer. Vor dem Referat Löpmanns, das eingehend die Fahrweise seines Werkes darlegen soll, erklärt Schwenke in kurzer Ausführung die Entwicklung des Treibstoffwerkes in Bergkamen wie folgt:

Da der Absatz an Koks und Gas bei der Kokerei Bergkamen Schwierigkeiten bereitet, wurde in den Jahren 1935/36 mit der Planung des Treibstoffwerkes begonnen. Das Werk sollte an die vorhandene Betriebseinheit angegliedert werden, d.h. sowohl die elektrische Energie wie die zusätzlich benötigte Dampfenergie wurde von der Zeche übernommen. Ferner sollte zur Verfügung stehendes Koksgas zur Herstellung des Synthesegases verwendet werden. Diese Koppelung hat sowohl wirtschaftliche Vorteile, wie aber auch beträchtliche Nachteile. Die letzteren liegen hauptsächlich in der Koksqualität. Der Koks besitzt wohl eine gute Reaktionsfähigkeit, aber sein Ascheschmelzpunkt liegt zu niedrig, vor allem bei gleichzeitiger Koksspaltung im Generator. Es war von vornherein vorauszusehen, dass keine maximale Generatorleistung zu erzielen war, und es wurde daher die Gaserzeugungsanlage mit den nötigen Reserven ausgestattet. Die Spaltung von Koksgas im Generator, über die im Grossbetrieb kaum Unterlagen vorlagen, machte eine besonders sorgfältige Überwachung der Gaszusammensetzung notwendig. Die im Synthesegas auftretenden Kondensate, die aus dem Koksgas stammen, bereiten sowohl in der Feinreinigung wie in der Synthese Schwierigkeiten, die durch nachträgliche Aufstellung eines Nachreinigers und einer Vorreinigungsanlage zur Entfernung der Kondensate mittels Aktiv-Kohle behoben werden. Das in die Gaserzeugung eingesetzte Koksgas wird dem Verwendungszweck entsprechend bewusst in seinem Stickstoffgehalt auf nur 3-4 %, also weit besser als bei anderen Kokereien gefahren. Schwankungen in der Koks zusammensetzung, die sich gerade bei dieser Art der Synthesegasherstellung sehr ungünstig bemerkbar

1157A

- 3 -

machen kann, sind durch die gute Zusammenarbeit der beiden Betriebe weitgehend ausgeglichen. Die Zusammenarbeit in der Kraftwirtschaft war schon dadurch gegeben, dass die Planung und Ausarbeitung durch einen Mann ausgeführt wurde, der jetzt diese Betriebe leitet.

Störungen durch äussere Einwirkungen, wie Fliegeralarne, sind selten, da 3-4-stündige Fliegeralarne keine Einwirkung auf den Kokereibetrieb haben. Bei längeren Störungen tritt Gaszangel und Veränderungen in der Gaszusammensetzung auf, doch kann durch Abschalten anderer Abnehmer auch diese Schwierigkeit überwunden werden.

Schwenke betont besonders, dass die bei diesem Troitstoffwerk über das normale Mass hinausgehenden Ergebnisse auf ein persönliches Moment zurückzuführen sind. Das besteht darin, dass Löpmann allein die Leitung der Gaserzeugung und der gesamten Verarbeitung in seiner Hand vereinigt und durch seinen Einsatz, der über den normalen hinausgeht, die noch vorhandenen labilen Verhältnisse weitgehend stabilisiert werden.

Anschliessend an diese Ausführungen berichtet Löpmann über die Synthesefahrweise seines Werkes wie folgt:

(Der Vortrag von Herrn Dr. Löpmann wird nachgereicht.)

Alberts weist zusammenfassend noch einmal auf den in dieser Vert
möglichst störungsfreien und regelmässigen Betrieb hin, dessen Be-
triebskontrolle bei dem einfachen und klaren Aufbau des Werkes jede
Veränderung täglich, ja sogar stündlich feststellen kann. Bevor in
eine allgemeine Diskussion eingetreten wird, sollen die Werke
Rheinpreussen und Viktor, die sich hauptsächlich
um die Fahrweise Essener-Steinkohle bemüht haben, über ihre Erfah-
rungen berichten.

Für Rheinpreussen führt Grimme wie folgt aus: Über längere Zeit hin-
weg wurde durch mehrere Herren die Fahrweise in Bergkamen genau un-
tersucht, wobei vor allem durch analytische Untersuchungen die Be-
triebsergebnisse bestätigt wurden. Aufgrund dieser Untersuchungen
entschloss man sich, diese Fahrweise im eigenen Werk zu erproben.
Hierzu waren eine ganze Reihe von Umstellungen notwendig. Zuerst
wurde die Umstellung der Aktiv-Kohle-Anlage auf 2-stufigen Betrieb
vorgenommen, d.h. nach jeder Synthesestufe wurde eine Aktiv-Kohle-
Anlage eingeschaltet. Schon frühere Versuche, diese Fahrweise durch-
zuführen, scheiterten an den hohen Temperaturen in der 2. Synthese-
stufe. Die mit der Herausnahme von Benzin- und Gasöldämpfen verbun-
dene Anreicherung des Synthesegases II an Aktiven hätte eine schlag-
artige Temperatursenkung zur Folge gehabt, die früher nicht durch-
führbar war.

Erst der Stillstand im August 1942, bei dem zahlreiche Kontakte aus-
gewechselt wurden, liess diese Massnahme zur Durchführung kommen, so-
dass die Durchschnittstemperatur der 2. Stufe von 194/195° auf 188°
gesenkt werden konnte. Die stufenweise Einschaltung der Aktiv-Kohle
erfolgte dann in der 2. Hälfte des Oktober. Ferner musste die Syn-
thesegasmenge gedrosselt werden, um die Ofenbelastung der bei den
Chemischen Werken Essener-Steinkohle einigermaßen auszugleichen. Man
hoffte, den hierdurch entstehenden Produktionsausfall durch Erhöhung
der spez. Ausbeute ausgleichen zu können, da bisher eine Gesamtan-
beute von 152 g/m³ Nutzgas erreicht wurde, während diese bei Essener
Steinkohle bei 160 g/m³ Nutzgas lag. Gleichzeitig mit dieser Be-
lastungssenkung wurde versucht, die Aufarbeit ung gleichmässiger auf
beide Stufen zu verteilen. Bisher ergab die 2. Stufe nur 15-20 % des
Gesamtumsatzes. Vom gleichen Zeitpunkt ab wurden neue Kontakte nur
noch mit längerer erster Laufzeit in die 2. Stufe hereingekommen und

1158A

- 5 -

eine Rückschaltung von der 1. Stufe auf die 2. Stufe gegen Ende der Laufzeit nicht mehr durchgeführt. Ende Oktober war dieses ganze Umschaltprogramm beendet. Die in diese Massnahmen gesetzten Erwartungen sind nicht eingetreten. Das mittlere Kontaktalter ist zwar um 25 % gestiegen, doch stieg die Kobaltleistung nur um 15-20%, d.h. von 250 t je t eingesetztes Kobalt auf rund 300 t an. Da die spez. Ausbeute keinen Anstieg zeigte, konnte der Produktionsausfall, der durch die Belastungssenkung entstand, nicht wettgemacht werden. Die spez. Ausbeute konnte unter den geschilderten Verhältnissen mit 152 bis 154 g C₃ und höhere Kohlenwasserstoffe je m³ Nutzgas gehalten werden. Grimme möchte diese Ergebnisse nicht als endgültige Ergebnisse gewertet wissen, da einmal die Zeit ihrer Durchführung wahrscheinlich noch zu kurz ist und zum anderen eine Reihe von Massnahmen, die bei Essener Steinkohle angewandt werden, bei Rheinpreussen nicht durchgeführt werden konnten. Zu diesen Massnahmen gehört einmal der Zusatz von Restgas beim Anfahren der Öfen in der 2. Stufe. Dieser Zustand war bisher nicht notwendig, da der Nutzgasgehalt des Synthesegases II mit 54-55 % schon niedriger als bei Essener Steinkohle lag. Nach der Umstellung hatten sich diese Verhältnisse durch die gleichmässige Verteilung der Aufarbeitung auf die beiden Stufen zur ungünstigen Seite hin entwickelt, wenn auch durch den hohen Inertengehalt des Synthesegases I, der 18-19 % beträgt, die Werte von Essener-Steinkohle nicht überschritten wurden. Ferner ist eine Auffrischung des CO+H₂-Verhältnisses im Synthesegas II durch Zusatz von Wasserstoff nicht möglich, da die Wasserstoffanlage ausgefallen ist. Aus dem gleichen Grunde ist die Durchführung der kombinierten Regeneration, der Regeneration durch Extraktion und Hydrierung ebenfalls nicht möglich. Als letzten und vielleicht wichtigsten Punkt sieht Grimme die häufigen Störungen des Gesamtbetriebes an, die beim Vergleich der Kontroll-diagramme mit denen des Werkes Bergkamen deutlich werden. Vor allem treten hier die Schwankungen im CO+H₂-Verhältnis des Synthesegases und der Synthesegasmenge hervor. Sie spielen nach Grimmes Ansicht eine erhebliche Rolle bei der Erreichung eines guten Endresultates. Die Gasreinheit dürfte eine ähnlich gute wie die bei Ess. Steinkohle sein, zumal aufgrund der andersartigen Koksapaltung die schädlichen Kondensate vollständig fehlen. Die Schwefel- und Sauerstoffgehalte weisen ebenfalls keinen deutlichen Unterschied gegenüber Ess. Steinkohle.

kohle auf.

Alberte machte darauf aufmerksam, dass trotz der Gasanzugendrosselung die Belastung von Ess.-Steinkohle nicht erreicht wurde. Grimme misst diesem Unterschied weniger Bedeutung zu, da durch den geringen Nutzgasanteil des Synthesogaß² bei Rheinpreussen die $\text{CO}+\text{H}_2$ -Belastung bei beiden Werken weitgehend angeglichen ist. Ob aber die höhere Gesamtbelastung bei wohl gleicher $\text{CO}+\text{H}_2$ -Belastung nicht doch von wesentlichem Einfluss auf die Umsetzung bzw. Verflüssigung ist, kann ohne experimentellen Nachweis nicht entschieden werden. Löppmann glaubt, dass der Nutzgasgehalt von besonderer Bedeutung ist. In Bergkamen liegt dieser zwischen 84 und 85 %. Bei stärkeren Schwankungen dieses Nutzgehaltes ist hier die Ausbeute deshalb nicht abgefallen, weil die Anlage auf einen bestimmten Gasverbrauch eingestellt ist, i. h. bei einem Rückgang des Nutzgasgehaltes steigt die spez. Ausbeute, da der gleiche Kohlengehalt vorliegt. Ferner weist Löppmann auf die Unterschiede bezüglich der Ofenanordnung der beiden Werke hin. Rheinpreussen besitzt nur Einzelöfen, während Essener Steinkohle mit Viererblocks führt. Während theoretisch den Einzelöfen Vorzüge zu geben sind, zeigt die Praxis, dass eine Überwachung der in Viererblocks ausgelegten Anlage leichter durchzuführen ist, da für die Bedienung und die analytische Überwachung eine geringere Anzahl von Einzelelementen vorhanden sind. Bei einigermaßen gleichbleibender Reaktionsaktivität ist die Einstellung einer guten Aufarbeitung durch Variation der Belastung bei 4-Blocks leicht auszuführen. Polassi weist auf mögliche Unterschiede in der durch das Betriebsalter bedingten Ofenqualität hin. Während Grimme diese Möglichkeit bejaht, glaubt Löppmann, sie für seine Anlage verneinen zu müssen, da hier auch Öfen mit beschädigten Lamellenpaketen gute Aufarbeitung zeigen. Die Unterschiede zwischen Rohrbogen- und Zammeröfen treten nur beim Anfahren bzw. Umfahren von einer Stufe zur anderen in Erscheinung. Weingärtner glaubt, dass den Einzelöfen der Vorzug zu geben ist, da in Schwarzhöhe I mit ihnen bessere Ausbeuten und etwas längere Laufzeiten erzielt werden als mit den in Schwarzhöhe II aufgestellten Viererblöcken. Zur Erleichterung der betrieblichen und analytischen Überwachung werden in Schwarzhöhe I Gruppen von 6-12 Einzelöfen, die einigermaßen gleiche Reaktionsbedingungen zeigen,

zusammengefasst. Weingärtner misst Schwankungen in der Kontaktaktivität nur geringen Einfluss zu. Allgemein war für die Fahrweise der Brabag die Auflage des Reichsamtes massgeblich, wonach auf eine möglichst hohe Verflüssigung verbunden mit hoher Paraffin-gatschgewinnung hingearbeitet werden sollte. Grimm weist darauf hin, dass augenblicklich die Kobaltausnutzung als Hauptgesichtspunkt für den Betrieb der Synthese gelten muss, während früher weniger darauf gesehen werden musste. Durch die augenblickliche Fahrweise konnte die Kobaltleistung bei Rheinpreussen von 250 jato auf 290-300 jato gesteigert werden. Alberts fasst die Ergebnisse und Unterschiede der Versuchsperiode bei Rheinpreussen nochmals wie folgt zusammen:

- 1.) Die Gesamtbelastung der Anlage konnte der der Chemischen Werke Ess.Steinkohle nicht ganz angeglichen werden.
- 2.) Die spez. Ausbeute blieb trotz der Belastungsenkung konstant.
- 3.) Das Kontaktalter stieg um rund 25 % an.
- 4.) Das Kobaltausbringen stieg um 15-20 % an.
- 5.) Das Anfahren der Kontakte erfolgt ohne Restgaszusatz.
- 6.) Eine Hydrierung im Anschluss an die Extraktion kann nicht durchgeführt werden.
- 7.) Ein Wasserstoffzusatz zur Verbesserung des $\text{CO} + \text{H}_2$ -Verhältnisses in der 2. Stufe ist nicht möglich.
- 8.) Der Aktivengehalt im Synthesegas liegt um 3-4 % niedriger als bei Essener Steinkohle.
- 9.) Die Überwachung der Einzelöfen bei Rheinpreussen ist schwieriger als die der Viererblocköfen bei Essener Steinkohle.
- 10.) Die Konstanz der ganzen Betriebsverhältnisse ist wesentlich schlechter als die in Bergkamen.
- 11.) Die Extraktion wird bei Rheinpreussen bei 160° mit Schwerbenzin durchgeführt, während in Bergkamen bei 100° mit Leichtbenzin extrahiert wird.

Während Fischer von Versuchen mit verschiedenen Extraktionsmitteln berichtet, bei denen sich die Extraktion mit leichten Lösungsmitteln als besonders günstig erwiesen hat, da die Reaktionstemperatur nach dieser Extraktion niedriger gehalten werden konnte, weist Löpmann vor allem darauf hin, dass bei Anwendung von Leichtbenzin die Feststellung der extrahierten Paraffinmenge exakt durchzuführen ist. Aus dieser Paraffinbestimmung lassen sich wesentliche

Rückschlüsse auf die Kontaktaktivität und die Richtigkeit der Betriebsbedingungen ziehen.

Auf die Frage Alberts, was Rheinpreussen weiterhin zu tun gedenkt, antwortet Grimm, dass vorerst der Versuch fortgesetzt wird, normal die Gaserzeugung noch nicht in der Lage ist, einen höheren Gaserzeugung zu erlauben, sodass also ein wesentlicher Produktionsausfall durch die Fortführung der Versuche nicht eintritt. Späterhin, wenn grössere Gasemengen wieder zur Verfügung stehen, will man eine Reihe von Öfen in der 2. Stufe längere Zeit laufen lassen und so die Fahrweise Essener Steinkohle teilweise fortsetzen, während für den anderen Teil der Öfen, um die grössere Gasmenge umsetzen zu können, eine kurzfristige Umschaltung vorgenommen wird.

Nach den bisherigen Betriebserfahrungen bei Rheinpreussen kann man feststellen, dass abgesehen von der Schwefelschädigung ein gleichmässiges Nachlassen der Kontaktaktivität in der 1. und 2. Stufe eintritt. Diesem Befund widerspricht Löppmann, da in Bergakken die Öfen der 2. Stufe selbst nach langer Laufzeit mit voller Aktivität in die 1. Stufe umgeschaltet werden. Dass dies möglich ist, glaubt Löppmann auf die Vermeidung von Überbelastung in der 2. Stufe zurückführen zu können. Vielleicht ist auch der Wasserdampfgehalt in dem Synthesegas 2 eine bestimmte Wirksamkeit zuzuschreiben. Weingärtner weist darauf hin, dass auch in Schwarzhöhe die Kontakte der 2. Stufe stärkere Aktivitätsschäden aufweisen als die der 1. Stufe, wenn man die Katalysatoren unter dem Gesichtspunkt gleicher $\text{CO} + \text{H}_2$ -Aufarbeitung betrachtet. Nach seiner Meinung sind 2 Faktoren für diese Schädigung massgebend, einmal die in der 2. Stufe zwangsweise vorhandenen höheren Reaktionstemperaturen, deren Einfluss Weingärtner aber als gering erachtet, zum anderen der im Synthesegas 2 enthaltene höhere Inertiengehalt, der hauptsächlich von Bedeutung sein dürfte. Hier ist vor allem der Wasserdampfgehalt in Anwesenheit der hohen Kohlenstoffsgehalte zu beachten. Labormässig konnte nachgewiesen werden, dass schon im kalten Zustand Kohlenstoffs und Wasserdampf stark schädigend wirken. Da im Synthesegas der Brabag neben 45 % Kohlenstoffs 120-140 g Wasserdampf je m^3 vorhanden sind, muss dieser Umstand für den stärkeren Zurückgang des Reduktionswertes der Kontakte der 2. Stufe

verantwortlich gemacht werden. Dieser Rückgang wurde bei ausgetriebenen Katalysatoren eindeutig festgestellt. Da in den tieferen Kontaktschichten aufgrund der fortgeschrittenen Reaktion der Kohlensäure- und Wasserdampfgehalt des Synthesegases auch in der 1. Stufe stark angestiegen ist und keine Beeinflussung des Reaktionswertes festgestellt werden konnte, muss man annehmen, dass entweder bei den hier herrschenden höheren Temperaturen keine Einwirkung dieser beiden Komponenten auf den Kontakt eintritt, oder dass die Paraffinbildung den Katalysator vor dieser Einwirkung schützt.

Um dieser Schädigung der Katalysatoren der 2. Stufe zu begegnen, will man durch Verbesserung der Kühlung nach der 1. Stufe der Aktivkohle eine weitgehende Trocknung des Gases erreichen und durch Erhitzung des Synthesegases vor der 2. Stufe die Schädigung weitgehend unterdrücken. Fischer berichtet von ähnlichen Versuchen, die bei Krupp durchgeführt wurden, bei denen Kohlensäure mit 100% Wasserdampfgehalt bei 200° nach etwa 14 Tagen den Katalysator vollständig inaktivierte, während ein mit trockener Kohlensäure bei der gleichen Temperatur behandelter Kontakt bei der Kohlenoxyd-Wasserstoff-Umsetzung zwar nur langsam in Reaktion kam, danach aber nach kurzer Zeit seine volle Aktivität erreichte. Weingärtner berichtet fernerhin, dass in Schwarzheide 1938/39 schon einmal der Versuch unternommen wurde, neue Kontaktfüllungen in der 2. Stufe anzufahren und längere Zeit in dieser Stufe zu halten, aber schon damals wurde ein starker Rückgang der Kontaktaktivität vor Umschaltung in die 1. Stufe festgestellt. Heute werden die Katalysatoren zuerst in der 1. Stufe und erst gegen Ende ihrer Laufzeit in der 2. Stufe gefahren.

Bei Kreislaufversuchen, die ohne Kondensation der Reaktionsprodukte unternommen wurden, hatten die Kontakte schon nach 300 Stunden ihre Wirksamkeit verloren. Wurden dagegen die Reaktionsprodukte Cl und Wasser abgeschieden, so wurden gute Ergebnisse erzielt. Dahn weist darauf hin, dass durch Einschaltung der Kohlensäurewäsche, d.h. durch Absenkung des Kohlensäuregehaltes in den 3 Stufen der Drucksynthese bei der Ruhrchemie eine Erhöhung der Laufzeit der 2. und 3. Stufe erreicht wurde. Grimme stellt fest, dass bei Essener-Steinkohle das Synthesegas der 2. Stufe 12% CO_2 , bei Rheinpreussen 18-20 % und bei Schwarzheide 45 % aufweist. Mit dieser Steigerung

des Kohlendioxidgehaltes dürften auch die Schmelzungen sich verstärken, wenn nicht gleichzeitig die Herausnahme des Wasserdampfes weitgehend durchgeführt wird.

Strüwen berichtet über verschiedene Versuche mit Einzelöfen wobei festgestellt wurde, dass bei einer Einfahrzeit von 10 Tagen in der 2. Stufe und bei höheren Belastungen eine anschließende Laufzeit von 130-150 Tagen in der 1. Stufe bei guter Umsetzung erreicht wird, während bei einer Einfahrzeit von 40-50 Tagen mit niedriger Belastung in der 2. Stufe, also der Fahrweise Essener Steinkohle entsprechend, die nachfolgende Fahrzeit in der 1. Stufe nur 90-100 Tage beträgt. Wird aber die Laufzeit der 2. Stufe auf 110-120 Tage ausgedehnt, so ist hier nur eine Fahrperiode von 14 Tagen in der 1. Stufe bei normalen Umsetzungen möglich. Die Laufzeiten waren also in allen 3 Fällen gleich, doch wurde der Durch- und Umsatz an Nutzgas immer niedriger, je länger zuvor in der 2. Stufe der Katalysator betrieben wurde. Ferner wurde beim Grossversuch mit der Fahrweise Ess.-Steinkohle bei Rheinpreussen bezogen auf das umgesetzte CO trotz geringeren Umsatzes eine höhere Gasbildung beobachtet, obwohl man annehmen musste, dass diese vorsichtige Fahrweise ein Absinken der Methanbildung bringt.

Über die Erfahrungen, die Viktor mit der Fahrweise Ess.-Steinkohle gemacht hat, berichtet Braune wie folgt: Nachdem lange Zeit das Treibstoffwerk Viktor die besten Betriebsergebnisse aufwies, die mit einer in Treibstoffwerk Rheinpreussen ähnlichen Fahrweise, bei der der Hauptumsatz bei hohen Belastungen in der 1. Stufe erzielt wurde und die 2. Stufe nur als Nötbehelf diente, wurden mit der Zeit diese guten Ergebnisse von anderen Werken überflügelt. Vor etwa 2 Jahren hat man die Fühlung mit Essener Steinkohle aufgenommen und langsam diese Fahrweise übernommen. Als erste Schwierigkeit trat der Umstand auf, dass bei Viktor nicht alle Öfen in die 2. Stufe eingeschaltet werden konnten. Durch Umbau während des Betriebes gelang es dann, seit April 1942 diese Forderung zu erfüllen. Mit dieser Massnahme wurde wohl ein Ansteigen der spez. Ausbeute erzielt, doch glaubt Braune, dass der volle Erfolg durch eine zu frühe Verminderung des Kontakteinsatzes beeinträchtigt wurde. Nach den jetzt vorliegenden Erfahrungen muss der Kontakteinsatz in Rauxel 11-12 Ofenfüllungen/Monat betragen, während bei Übertragung

der Verhältnisse des Werkes Ess.-Steinkohle nur 6-7 Ofenfüllungen notwendig sind. Braune glaubt, dass dieser Unterschied hauptsächlich einmal auf das stark schwankende $\text{CO}+\text{H}_2$ -Verhältnis und zum anderen auf die Gasmengenschwankungen zurückzuführen ist. Man beschäftigt sich daher zurzeit vor allem mit der Stabilisierung der Gaserzeugung. Ferner wurde erkannt, dass die 2. Stufe nicht das leistet wie bei Ess.-Steinkohle. Dies war zuerst durch das Fehlen eines Schlusskühlers nach der 1. Stufe der Aktiv-Kohle bedingt, der nach Einbau vorübergehend eine Besserung brachte, heute aber schon wieder so defekt ist, dass seine Kühlung nicht ausreichte, das Synthesegas II auf $40-50^\circ$ konstant herabzukühlen. Der schädigende Einfluss des Wasserdampfgehaltes im Synthesegas II wurde hier schon frühzeitig erkannt. Auch das Absinken des $\text{CO}+\text{H}_2$ -Verhältnisses, das nach Braunes Meinung zur Erzielung einer günstigen Aufarbeitung mit 1:1,9 bis 2,0 in der 2. Stufe gehalten werden muss, kann bei diesem Werk mit den vorhandenen Mitteln nicht erreicht werden. Mit einem hohen $\text{CO}+\text{H}_2$ -Verhältnis sind Schädigungen in der 2. Stufe weitgehend zu vermeiden. In Einzelfällen wurde das Auftreten der Konvertierungsreaktion in Öfen der 2. Stufe beobachtet. Ob eine Schädigung der Kontakte damit verbunden ist, kann nicht gesagt werden. Zusammenfassend stellt Braune fest, dass mit der Angleichung der Fahrweise an die der Chem. Werke Ess.-Steinkohle die Produktion um rund 15 % erhöht wurde und die Temperatur in beiden Stufen gesenkt werden konnte. Auch trat eine geringe Erhöhung des Kontaktalters ein. Die spez. Ausbeuten von Essener-Steinkohle können erst dann voll erreicht werden, wenn die Gaserzeugung und die Konstanz der anderen Betriebsbedingungen verbessert sind. Altaris stellt hierzu fest, dass die Ausbeute erhöht werden konnte, das Kontaktalter aber nicht wesentlich angestiegen ist, obwohl praktisch die gleichen Verhältnisse wie in Bergkamen vorliegen. Die Schwankungen in der Gaserzeugung allein müssen daher für die Abweichung von den Ergebnissen in Bergkamen verantwortlich zu machen sein. Seine Frage, ob Veränderungen der Belastung oder anderer Betriebsbedingungen eine dauernde Schädigung des Kontaktes hervorrufen, wird von Löpmann bejaht. Weingärtner berichtet fernerhin über Versuche der Brabag, die unabhängig von den Ergebnissen bei

Essener-Steinkohle den Einfluss von Hydrierung und Extraktion aufklären sollten. Nachdem die Hydrierung aus betrieblichen Gründen zeitweise in den Hintergrund getreten war, wird jetzt wieder dieses Regenerationsmittel verbunden mit der Extraktion voll eingesetzt. Die günstigste Wirkung wird mit einer Extraktion und anschließender Kurz-Hydrierung (6 Stunden), der eine Trocknung mit Wasserstoff bei niedrigen Temperaturen vorausgeht, erreicht. Diese Kurz-Hydrierung wird schon nach der 2. Extraktion zur Anwendung gebracht. Durch diese war ein starkes Absenken der Temperatur unter Erzielung einer günstigen Verflüssigung möglich. Der Anstieg der flüssigen Ausbeute im Jahre 1942 um 8-10 % ist auf die Kombination von Extraktion und Hydrierung zurückzuführen. Ein Anstieg der Gesamtausbeute (C_2 und höhere Kohlenwasserstoffe) und ein Anstieg des Kontaktalters konnte nicht erreicht werden. Ferner wurden bei der Brabag zahlreiche Versuche durchgeführt, die das günstigste Stufenverhältnis ergeben sollten. Hierbei wurde festgestellt, dass dieses günstigste Verhältnis für das Werk Schwarzheide bei 1,6 bis 1,7:1 liegt. Diese Verhältnis wurde 1942 der Fahrweise zugrunde gelegt. Auch damit glaubt man eine Verbesserung der Verflüssigung erreicht zu haben. Die Schwierigkeiten, die ein Erreichen der günstigsten Betriebsergebnisse von Ess.-Steinkohle verhindern, sind bei der Brabag vor allem in der Gaserzeugung aus Braunkohle begründet. Wenn auch die Schwefelreinigung im Verlauf der Zeit weitgehend verbessert werden konnte, sodass heute der Gesamtschwefel im Synthesogas I zwischen 0,12 und 0,15 g/100 m³ liegt, so sind die im Gas noch enthaltenen Kondensate, die einen wesentlich anderen Charakter als die aus Kokereigasen besitzen, vor allem für die Schädigung der Kontaktqualität verantwortlich zu machen. Die Beseitigung dieser Kondensate wird jetzt in Schwarzheide nach dem Vorschlag der Lurgi durch Einsatz des Synthesogases als Trocken- und Kühlgas in den Aktivkohle-Anlagen versucht. Als weiterer schädigender Bestandteil des Synthesogases I wird der Sauerstoffgehalt, der bei 0,1 bis 0,15 % liegt, angesehen. Der in der oberen 10-15 cm betragenden Kontaktschicht beobachtete Rückgang des Reduktionswertes wird auf die Einwirkung des Sauerstoffgehaltes zurückgeführt. Eine Tiefenwirkung muss verneint werden, d. die oben angeführten Sauerstoffgehalte, wenn sie allein kontaktoxydierend wirken würden, bei den üblichen

Gasdurchsätzen innerhalb von 5 Tagen den Kontakt vollständig oxydieren müssten. Es ist anzunehmen, dass der Sauerstoff durch andere Umsetzungen in den oberen Kontaktschichten schnell unschädlich gemacht wird.

Die in der 2. Stufe auftretenden Schädigungen sind, da weder Kondensate noch Sauerstoff im Synthesegas II vorhanden ist, allein auf den Inertengehalt des Gases zurückzuführen. Der Stickstoffgehalt dürfte kaum schädigend wirken, dagegen muss der Kohlensäure- und Wasserdampfgehalt, wie schon oben ausgeführt, für die Verminderung der Kontaktaktivität verantwortlich gemacht werden. Es ist daher vorgesehen, da eine Herausnahme der Kohlensäure nicht infrage kommt, den Wasserdampfgehalt nach den ersten Stufen einmal durch Einbau eines neuen Schlusskühlers, zum anderen durch die Einschaltung einer Dampfstrahl-Kälte-Anlage, vor allem im Sommer, weitgehendst herabzusetzen.

Die Frage der Anfahrweise, ob in der 1. Stufe oder 2. Stufe, die bei Schwarzheide ebenfalls überprüft wurde, hat keinen Einfluss auf das Kontaktalter ergeben. Eine Anfahrt mit Restgas II wurde nicht versucht. Die Inbetriebnahme eines Ofens erfolgt in Schwarzheide I nach folgenden Schema:

Von 100° an wird die Temperatur je Stunde um 10° bis auf 140° gesteigert, dann werden $300 \text{ m}^3/\text{h}$ Synthesegas I aufgegeben und die Temperatur langsam auf 160° erhöht. Jetzt wird die Gasbelastung alle 4 Stunden um $100 \text{ m}^3/\text{h}$ bis auf $1000-1100 \text{ m}^3$ gesteigert. Anfangs treten hohe Kohlensäurekontraktionen auf. Die normale Kontraktion und Belastung ist nach dieser Anfahrweise etwa nach 40 Stunden erreicht.

In Schwarzheide II wird wie folgt angefahren:

Nach Erreichung von 150° wird der Ofen mit 500 m^3 Synthesegas II belastet und die Temperatur so lange gesteigert bis 30-35 % Kontraktion erreicht ist. Nach weiterer Erhöhung der Belastung wird dann stufenweise das Synthesegas II durch Synthesegas I ersetzt. Ist die Aufgabe von reinem Synthesegas I erreicht, so treten Kohlensäurekontraktionen von über 60 % auf. Wird in Schwarzheide II ein Ofen für die 2. Stufe angefahren, so wird ebenfalls bei 150° mit 500 m^3 Synthesegas II belastet und dann die Belastung unter

Temperatursteigerung bei einer Kontraktion von 30 % auf 990-900 m³/h gebracht.

Die spez. Ausbeute an C₃ und höheren Kohlenwasserstoffen beträgt in Schwarzheide durchweg 165 g/m³ Nutzgas. Hiervon können im Winter 162 g und im Sommer 158 g gewonnen werden. Der Anteil an C₃ und höheren Kohlenwasserstoffen beträgt jetzt durchschnittlich 140 g/m³ Nutzgas. Ferner betont Weingärtner, dass Änderungen in der Belastung die versuchsweise zwischen 700 und 1300 m³/h durchgeführt wurden, keine Schädigung der Kontaktaktivität gebracht haben. Aus den Versuchen in Schwarzheide ist zu entnehmen, dass im Bereich von 500 bis 1600 m³/h Belastungsänderungen um 100 m³/h eine Temperaturänderung von rd. 0,8° bedingen, wenn der Umsatz gleichgehalten werden soll. Bei diesen Versuchen wurde aber eine Kontrolle des Verflüssigungsgrades nicht durchgeführt. Zusammenfassend stellt Alberts fest, dass die Erreichung eines höheren Kontaktalters durch die Einführung der Fahrweise Ess.Steinkohle bei der Erzeugung Hauptkohlen durch 2 Umstände verhindert wird,

1. durch den Kondensatgehalt des Synthesegases der 1. Stufe und
2. durch den Kohlensäure-Wasserdampfgehalt des Synthesegases der 2. Stufe.

Krupp Treibstoffwerk ist aufgrund der Kombination der Normalsynthese und Drucksynthese in 2 Stufen auf eine Aufarbeitung von 60 % in der 1. Stufe festgelegt und deshalb ausgerüstet, die Öfen der 1. Stufe längere Zeit auf die 2. Stufe zu schalten, da in diesem Falle noch stärker aufgearbeitet werden müsste. Es wurde aber eine Möglichkeit geschaffen, alle Öfen der 1. Stufe wenigstens 6-7 Tage in der 2. Stufe, also mit Retgas I anzufahren. Diese Anfahrt wird nach den Angaben von Essener-Steinkohle vorgenommen und soll auch weiterhin beobachtet werden. Über die Auswirkungen dieser Massnahme können keine Angaben gemacht werden, die zur Beurteilung der Fahrweise Ess.-Steinkohle herangezogen werden können.

Die Normalsynthese der Ruhrohmie möchte Alberts ebenfalls nicht zur Beurteilung herangezogen wissen, da sie vor allem als Aushilfe neben der grösseren Druckanlage betrieben wird, d.h. um die Betriebsverhältnisse der Druckanlage möglichst konstant zu halten, werden sämtliche Schwankungen des Betriebes, vor allem der Gaszusammensetzung

weitgehendst allein von der Normal-synthese übernommen. Ferner muß berücksichtigt werden, dass aufgrund des Energiebesuges von RWE zahlreiche Stillstände der Gesamtanlage die Ergebnisse beeinflussen. Als Beispiel hierfür kann der Monat Januar 1943 mit 10 Stromausfällen angesehen werden.

Die gesamte Besprechung über die Erfahrungen mit der Fahrweise der Chemischen Werke Essener Steinkohle schließt Alberts mit der Feststellung ab, dass eine vollständige Erreichung der Ergebnisse von Bergkamen, aufgrund der bei den einzelnen Werken vorhandenen betrieblichen Schwierigkeiten wohl kaum möglich ist, wenn auch Erfolge bei Rheinpreussen und Viktor zu verzeichnen sind. Alberts betont besonders, dass nach den heute bekannt gegebenen Ergebnissen alle Werke auch weiterhin bemüht sein müssen, das Kontaktalter so weit wie möglich zu erhöhen. Sollten die von der Ruhrchemie mit Kontakt belieferten Normal-synthesewerke das Kontaktalter von Ess.-Steinkohle mit der Zeit erreichen, so bedeutet dies eine Einsparung von 27 t Kobalt jährlich, d.h. rund die Hälfte der heutigen Verluste. Hierdurch könnte also unser Kobaltvorrat um etwa ein weiteres Jahr sichergestellt werden. Da ferner bei der Katorfabrik Ruhrchemie die Regenerationsverluste in letzter Zeit durch starke Kontrolle des Fabrikationsganges eine wesentliche Verminderung erfahren haben und nahezu die gleiche Grösse wie die der anderen Katorfabriken erreichen, ist aus dieser Einsparung von rund 30 t Kobalt ebenfalls eine Streckung unseres Kobaltvorrates um 1 Jahr zu erwarten. Durch diese beiden Massnahmen wäre also die Kobaltbasis bis einschliesslich 1946 für die Synthesewerke ziemlich sichergestellt. Für die Einführung der Eisen-synthese ist also eine Zeitspanne von nahezu 3 Jahren gegeben. Lassen sich dann die Druckanlagen auf Eisenkontakt umstellen, so ist durch die hieraus zurückfliessende Kobaltmenge der Vorrat auf weitere Jahre gesichert. Da aber durch Verminderung des Kobaltgehaltes unserer Katalysatoren um 10 % eine Einsparung von rund 70 t Kobalt erzielt werden kann ohne dass nach den bisher bekannt gewordenen Ergebnissen eine Beeinträchtigung der Produktion eintreten muss, so ist hiermit neben den oben angeführten Einsparmöglichkeiten ein Mittel gegeben, die Kobaltgrundlage der Synthesewerke auf genügend lange Zeit hinaus sicherzustellen. Es eine Erhöhung:

unseres Kobaltwertes um 70 t einen Zeitgewinn von rd. 2 weiteren Jahren gleichkommt. Nachdem festgestellt wurde, dass die Kobaltdichte des von der Katorfabrik Schwarzheide hergestellten Kontaktes dauernd um fast 10 % niedriger liegt als die der anderen Katalysatorfabriken und nachdem vonseiten der Brabag betont wurde, dass diese Senkung der Kobaltdichte keine Auswirkung auf die Verflüssigung, vor allem auf die Paraffingatsch- und Hartparaffinbildung gehabt haben, schlägt Alberts vor, durch Verringerung des Kobaltgehaltes im Kontakt der Normalsynthesewerke, die von Ruhrchemie aus beliefert werden, einen Versuch in dieser Richtung zu unternehmen. Ab 1. April 1943 soll der Kobaltgehalt um 5 %, bei einem guten Ergebnis dieses Schrittes nach 1/2 Jahr nach allgemeiner Besprechung um weitere 5 % gesenkt werden. Einzelversuche werden allgemein aufgrund der Erfahrungen, die man in ähnlichen Fällen mit Einzelversuchen gemacht hat, als nicht zweckmäßig erachtet, vor allem auch, da dieser Grossversuch bei den Werken mit konstanten Betriebsbedingungen sehr rasch ein eindeutiges Bild ergibt und die jahrelangen Ergebnisse der Brabag ein Fehlschlagen weitgehendst ausschliessen. Es wird besonders darauf hingewiesen, dass das durch diesen Versuch eingesparte Kobalt als Reserve unbedingt festzuhalten ist, da es bei einem Fehlschlagen des Versuches sofort wieder in die Produktion eingesetzt werden muss.

Sofort einverstanden mit der Durchführung dieses Versuches sind die Chemischen Werke Ess.-Steinkohle, Treibstoffwerk Viktor und die Ruhrchemie. Ihre schriftliche Zustimmung vor dem 1. April stellt das Treibstoffwerk Rheinpreussen und Krupp Treibstoffwerk in Aussicht.

Zum Schluss gibt Alberts folgend die für die letzten 2 Jahre berechnete Kobaltleistung der einzelnen Werke bekannt:

<u>1.) Mitteldrucksynthese</u>	<u>1941</u>	<u>1942</u>
Ruhrchemie	310	460
Hoesch-Benzin	410	430
Schaffgotsch	260	271

<u>2.) Normaldrucksynthese.</u>	<u>1941</u>	<u>1942</u>
Viktor	250	260
Rheinpreussen	240	250
Ruhrchemie	160	150
Krupp	205	257
Schwarzheide	220	210
Essener Steinkohle	306	413
Lützkendorf	<u>40</u>	43,5

Es fällt hierbei vor allem die ausgesprochen schlechte Leistung des Werkes Lützkendorf auf, dessen Kobaltverbrauch pro t erzeugte Kohlenwasserstoffe ein vielfaches desjenigen der anderen Werke ist. Auf allgemeinen Wunsch wird festgelegt, dass über diese Versuche zur Einsparung von Kobalt strengste Verschwiegenheit nach aussen hin beachtet werden muss.

Gen. Peisot