

Leuna Dr. Glöck

2168-30/4.03-194

Leuna Werke, den 9. August 1940
OI.Sab./Str.

lat.

Bericht über das Anfahren der Wasserstoffanlage Bau 16
in Litzkendorf.

Übernahme:

Gasmenge 15° - 735 mm.

Auf Wunsch der Wintershall A.G. wurde am 14.5.1940 der Wasserstoffbau 16 unter die Leitung von Herrn Dr. Kimmerle und Obermeister Mahler gestellt mit dem Auftrag, den Bau in Betrieb zu nehmen (Übernahmebericht vom 10.6.1940).

Von Leuna waren abgestellt:

- 1 Schichtmeister
- 3 Vorarbeiten
- 3 Betriebsarbeiter und
- 1 Schleuser

Am 1. August 1940 wurde der Bau wieder in die Verantwortung von Wintershall zurückgegeben nachdem am 27.7. die Hydrierung mit dem Wasserstoff aus Bau 16 angefahren war.

Betriebsvorkommnisse:

Die Details unserer Betriebsführung sind in den Tagesberichten niedergelegt. Besonders hervorzuheben ist:

Konvertierung und Druckwasserwäsche wurden ohne erhebliche Störungen in Betrieb genommen, nachdem der Anheizofen und die Säulen instandgesetzt waren, und die verschmutzten und zu kleinen Ringe in der Maschine 2 ausgebaut und durch größere ersetzt worden sind. Die Hauptarbeit für Konvertierung und Druckwasserwäsche erstreckte sich auf das Dichten der Apparatur und auf eine Reihe von kleinen, zweckmäßigen Abänderungen sowie auf das Anlernen der Belegschaft (Einzelheiten siehe Aktennotiz vom 26. Juni).

Größere Schwierigkeiten bestanden in der Methanisierung. Über das Anfahren dieses Teils der Anlage ist im Anhang ein gesonderter Bericht gegeben.

Betriebsergebnisse:

Die zahlenmäßigen Betriebsergebnisse sind in den Anlagen

- 1) Allgemeine Übersicht
- 2) Konvertierung
- 3) CO₂-Wäsche
- 4) Methanisierung

niedergelegt.

Leistungsversuche:

a) Konvertierung:

Es wurde nur Strang I der Konvertierung in Betrieb genommen. Als Höchstbelastung wurden 4 000 Nm³ stündlich Synthesegas erreicht bei 2,6 % CO im Konvertgas. Die Leistungsgrenze dürfte damit noch nicht erreicht sein, sie konnte aber nicht ausprobiert werden, weil die dahinter geschaltete Methanisierung einen höheren Gasdurchgang nicht zuließ.

Bei den Kontaktöfen wurde festgestellt, daß hinter der ersten Doppelschicht nur noch 3,2 % CO vorhanden waren. Auch widerstandsmäßig könnte die Konvertierung mehr leisten, da nur 0,1 kg/cm² Widerstand bei obiger Leistung festgestellt wurde.

b) Kohlensäurewäsche:

Nach der Umänderung der Ringfüllung konnten im Wäscher Ia + Ib 3 650 m³ Konvertgas mit 630 m³ Umlaufwasser von 27 auf 2,4 % Kohlensäure gewaschen werden. Bei dem geringsten Versuch, die Gasmenge oder Wassermenge zu steigern, wurde Wasser in großen Mengen übergerissen. Außerdem sind 2,4 % Kohlensäure trotz der heißen Sommermonate zu hoch.

Um auf 1,6 % Kohlensäure herunterzureinigen, mußte die Gasmenge auf 3 300 m³ verringert werden.

Für Kohlensäurewäsche II konnten Leistungsversuche nicht vorgenommen werden, weil im oberen Teil noch 7 1/2 Meter hoch 35 mm kleine Raschigringe eingebaut sind.

c) Methanisierung:

Die Methanisierung Ia + Ib hat geliefert: pro Ofen 1 500 m³ Reinwasserstoff, also insgesamt 3 000 m³.

Versuche zur Feststellung der Leistungsgrenze konnten nicht durchgeführt werden, weil bei der Anordnung des Gasweges von unten nach oben die Kontaktschichten leicht ins "tanzen" kommen.

Wasserwirtschaft:

Siehe Aktannotiz von Herrn Dr. Kimmeler vom 23.7.1940.

Vorschläge für die weitere Betriebsführung der Wasserstoffanlage:

An den Kompressoren sind nach erfolgreicher Abstützung der Dampfleitungen die Erschütterungen an den Gasleitungen immer noch so stark, daß mit dem Bruch der Schweißnähte gerechnet werden muß, wenn nicht baldigst Abhilfe geschaffen wird.

Nach wie vor besteht der dringende Wunsch, mindestens 1 Dampfkompressor durch einen elektrisch angetriebenen Kompressor zu ersetzen, um bei Ausfall eines Kompressors eine Sofortreserve zu haben.

Geeignete Behälter für die Umlaufbewahrung statt der jetzt üblichen Wasserwirtschaft sind d r i n g e n d.

Der Ülscheiderablauf sollte durch einen soliden Kondensopf ersetzt werden.

Die Konstruktion des Anheizofens muß so geändert werden, daß er nicht einfrieren kann, solange er in Reserve steht.

Der Dampfverbrauch der Konvertierung ist recht hoch. Er ließe sich verringern, wenn zur Zwischenkühlung anstatt Dampf Kondensat verwendet würde und wenn außerdem eine größere Umlaufwassermenge (Entfeuchter-Sättiger) gefahren werden könnte. Der Ablauf Sättiger - Entfeuchter muß auf mindestens 100 mm erweitert und mit einem Standhaltetopf versehen werden.

Die kleinen Ringe im CO_2 -Waschturn II müssen unbedingt durch größere ersetzt werden.

Der Entgasungsturm der Kohlensäurewäsche kann unter keinen Umständen so bleiben, wie er heute ist. Schon bei ^{geringen} Beanspruchung durch eine CO_2 -Wäsche drückt aus diesem Turm soviel Kohlensäure in den Maschinenraum der Anlage, daß der Gesundheitszustand der Belegschaft und die Sicherheit der Anlage gefährdet ist. Der Turm muß entsprechend erhöht oder mit einem wirkungsvollen Abzug versehen werden.

Das Belüftungswerk war bei dem Betrieb mit einer CO_2 -Wäsche nicht ausreichend, das Umlaufwasser auf 10 - 15 mg CO_2 pro Liter zu bringen. Deshalb muß etwa 10 % Frischwassererneuerung im Kreislaufwasser der Kohlensäurewäsche angewandt werden, um Korrosionen des Kreislaufwassers an den Pumpen und Rohrleitungen zu verhindern.

Die von uns vorgeschlagenen und teilweise schon eingebauten Messinstrumente zur Wasserstandmessung müssen noch fertiggestellt werden, ebenso wie die Lichtsignale durch akustische ergänzt werden müssen.

Alle Messinstrumente müssen von der Betriebskontrolle peinlich überwacht und in Ordnung gehalten werden. Die beiden Dichteschreiber für Synthesegas und methanisierendes Gas wurden von Leuna nur für 4 Wochen leihweise zur Verfügung gestellt. Es wird vorgeschlagen, eigene Dichteschreiber zu beschaffen.

Eine direkte Telefonverbindung von Bau 201 nach Bau 16 würde bei Störungen die Verbindung der beiden so eng gekoppelten Bauten erleichtern.

Es hat sich herausgestellt, daß die von uns eingebauten Druckhalteventile zur Hydrierung und zur Fischeranlage nicht genügend fein regulieren, weil Kohlensäurewäsche und Methanisierung für Druckschwankungen wesentlich empfindlicher sind, als vermutet wurde. Es ist deswegen notwendig, die beiden Ventile durch feiner regulierende Ventile, für die Leuna Vorschläge gemacht hat, zu ersetzen.

Die Reinsauerstoff-Leitung von Bau 16 nach der Hydrierung muß für den Winter geheizt und isoliert werden. Eine größere Flasche oder ein alter Kessel mit ca. 20 - 100 m³, in die Leitung von Bau 16 nach der Hydrierung eingetaucht, würde das Druckhalten vor den Kompressoren in Bau 201 wesentlich erleichtern.

In Methanisierung I haben die Umwälgas-Stoßdüsen zu wenig Druckabfall. Wie festgestellt wurde, verhält sich die Frischgas- zur Umwälgasmenge wie 1 : 1. Es kann deshalb die in Schicht 3 anfallende Wärme nicht genügend abgeführt und auf die Eingangsschicht übertragen werden, weshalb ja auch die erste Kontaktschicht nur wenig CO_2 und CO umsetzt. Die früher vorhandenen kleineren Düsen sollten wieder eingebaut werden.

Es ist empfehlenswert und auch gut durchführbar, den Gasweg bei der Methanisierung Ia + Ib von oben nach unten zu wählen.

Die Isolierarbeiten für den Winterbetrieb sind zum Teil von uns durchgeführt. Es muß aber ausdrücklich darauf aufmerksam gemacht werden, daß die Beheizungseinrichtungen mit ihren schlecht funktionierenden Dampfstaubern sorgfältigst kontrolliert und überwacht werden müssen. Die Dampfstauber würden zweckmäßig durch Sammel-Kondenstöpfe ersetzt.

Reservehaltung:

Empfehlenswert ist, die Zubringerleitung für Synthesegas als Ringleitung auszubilden und einen zweiten Vorkühler als Reserve aufzustellen.

Erwünscht ist ein zweiter Anheizofen, der zweckmäßig in der Nähe der Methanisierung aufgestellt wird.

Die 3 vorgesehenen Stränge genügen für die Sicherstellung der verlangten 8 - 9 000 m³ Wasserstoff nicht. Ein kompletter Reservestrang, umfassend Konvertierung, Kohlensäurewäsche und Methanisierung, ist dringend notwendig.

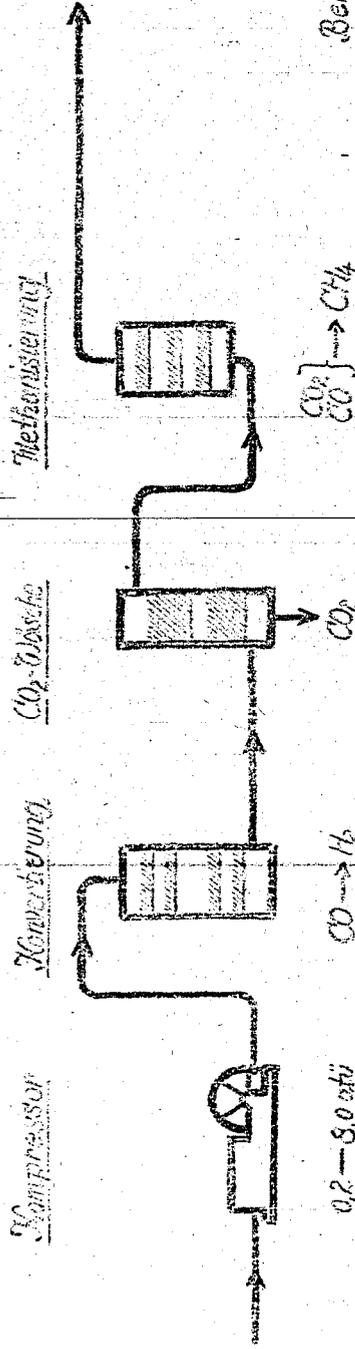
Weiter genügen die 3 vorhandenen Wasserpumpen nicht. Eine 4. große Pumpe als Reserve ist das mindeste, was verlangt werden muß; besser sind 2 weitere Reservepumpen.

Zusammenfassung:

Vom 14.5. bis 31.7. wurde der Wasserstoffbau 16 in Lützkendorf durch Leuna angefahren. Die Betriebsvorkommnisse während dieser Zeit sind in den Tagesberichten niedergelegt. In vorstehendem ist eine kurze Zusammenfassung über Leistung und Betriebsführung der in Betrieb genommenen Apparate gegeben.

- 4 Anlagen über Betriebsabgüsse
- 1 Anlage: Anfahren der Methanisierung.

Handwritten signature



27.7.40

Analysen:

- CO₂
- CO
- H₂
- CH₄
- N₂
- CH₄n

Gasmengen:

- m³/h
- 30 atü
- 10 "

Dampf t/h:

Wasser:

- Frischwasser m³/h
- Sonderwässrig l/h
- Thermostat m³/h

Stoff

	0,2 - 9,0 atü	CO → H ₂	CO ₂	CO ₂ → CH ₄	Brennkörper
CO ₂	10,8	28,6	0,8	0,0	
CO	25,4	1,8	2,6	0,0	
H ₂	57,6	63,8	87,8	86,6	
CH ₄	3,4	2,6	5,0	8,5	
N ₂	3,2	3,0	4,8	4,8	
CH ₄ n	0,2	0,2	0,0	0,0	
Gasmengen:	4700 ^{a)}	4930	3300 ^{b)}	2930 ^{c)}	
Dampf t/h:	4,6	1,78 ^{d)} + 0,97 ^{e)}	-	-	
Wasser:	25	230 ^{f)} + 100 ^{g)} + 120 ^{h)}	80	-	
Stoff	100	65	1340	-	
		78 ⁱ⁾	390 ^{j)}	-	
		33 ^{k)}	56 ^{l)}	-	

¹⁾ Gemischtgas

²⁾ Ziel CO₂-Absorbtion (5% Restwert)

³⁾ Restgas

⁴⁾ Ziel Methanisierung

⁵⁾ für Methanisierung

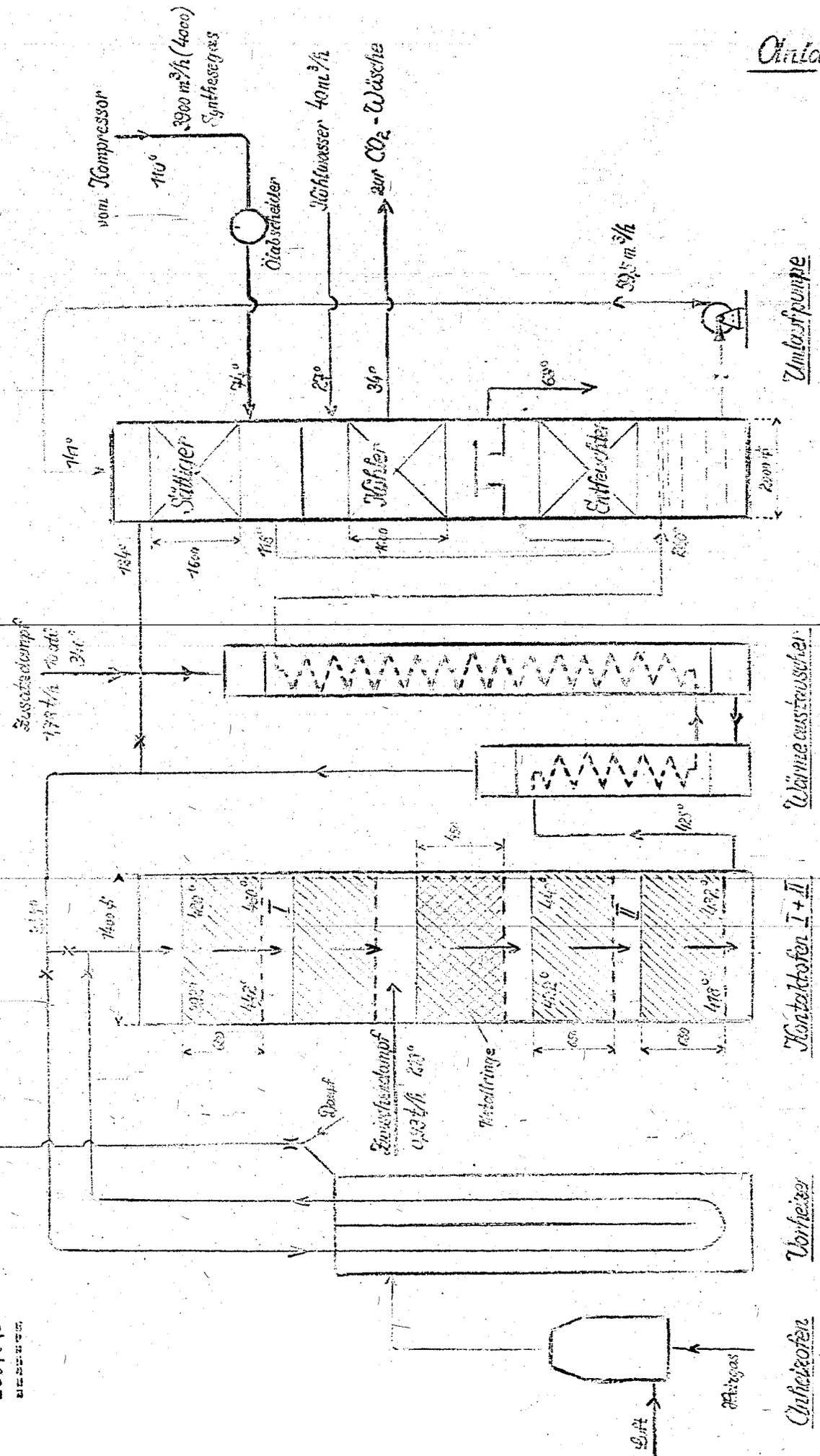
⁶⁾ Frischdampf

⁷⁾ für Erdgasumschmelzen

Monvertierung Bau 16 Lützkendorf.

Oranlage 2

29.7.40
RESERVE

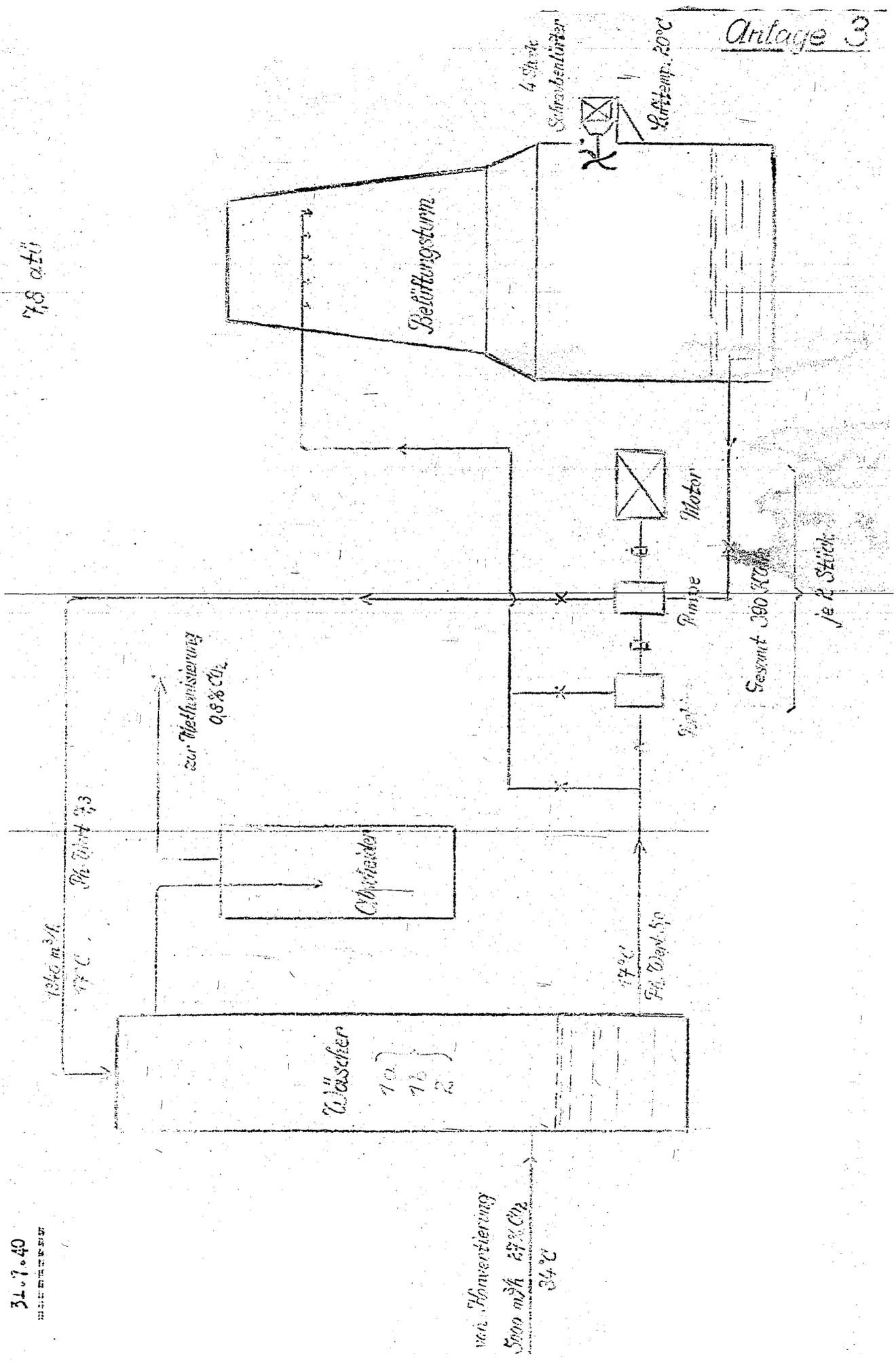


Kontakt in 5 t groß- u. mittelkernig
(Widerstand der beiden Kontaktöfen u. Umlaufpumpe gesamt 80 mm. Hg.)
(3 Stück a. 111 m²)

Nohlensäure Wäsche Lützkendorf

31.7.40

7,8 atü



Anlage 3

Methanierung I Lützendorf

Messung: 30.3.1977

100% Methan

100% Methan

100% Methan

100%

24.7.40

100%

100% CO₂

100% CO₂

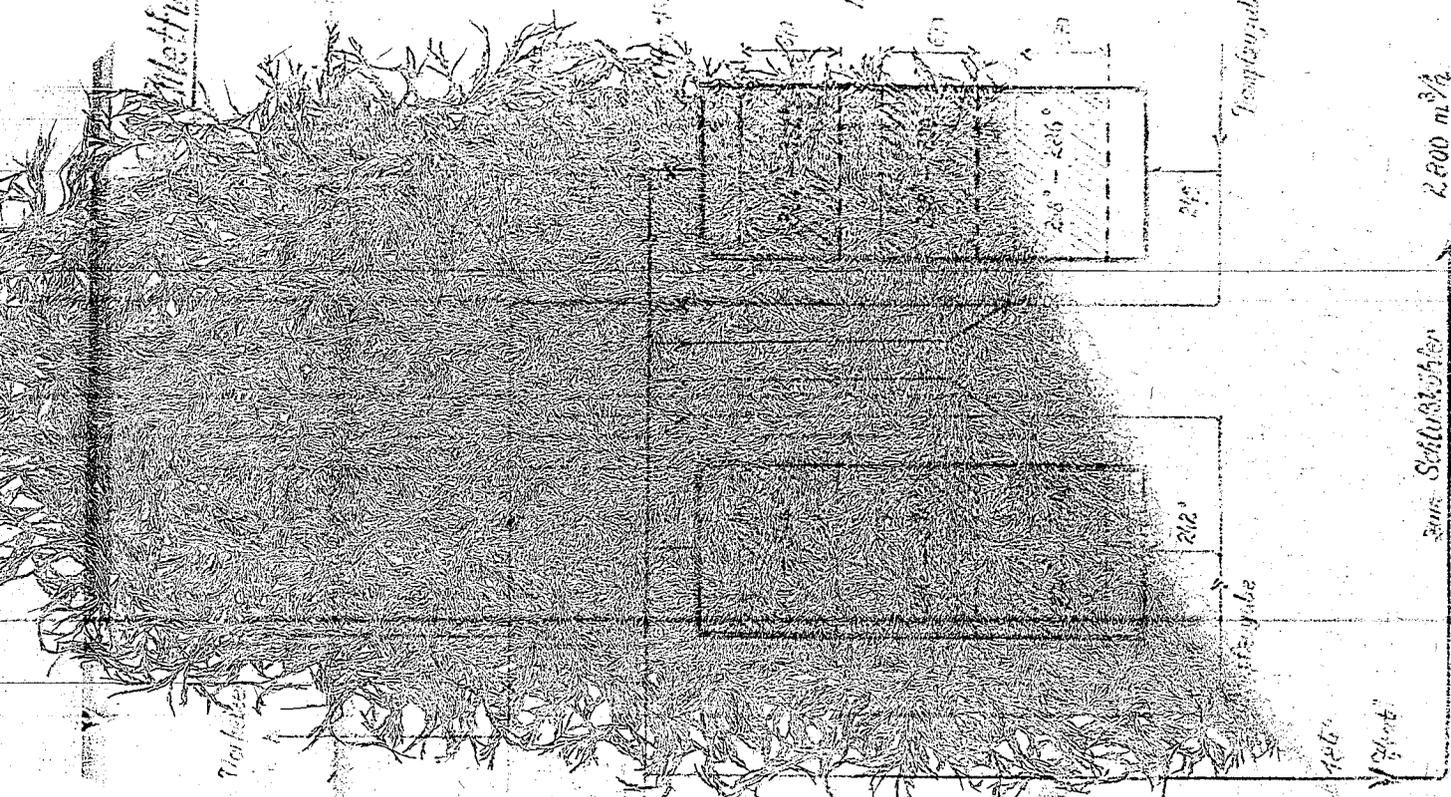
100% CO₂

2.800 m³/h

100% CO₂

100% CO

100% Methan



100%

100%

100%

100%

100%

Anhang!

Bericht über die Methanisierung Bau 16 Lützkendorf.

a) Methanisierung Ia u. Ib

November 1939 wurde die Methanisierung Ia und Ib unter Leitung der Baumg und Dr. Engel, Wintershall, mit Temperaturen bis 470° (Ofen Ia 1 mal bis 530°) gefahren. Fahrzeit etwa 8 Tage, Reinigung gut. Abgestellt wegen Brand am 16.12.

Bis zum 20.5.⁴⁰ konnten im Bau keine Versuche gemacht werden, weil kein Dampf für den Kompressor zur Verfügung stand.

Am 20.5. wurde die Anlage von Dr. Kimmert zur Inbetriebnahme übernommen. Es wurden Kontaktproben an der Methanisierung Ia entnommen. Es wurde festgestellt, daß der Kontakt zerfallen und die Reinigung nicht mehr 100 %ig war (Anlage I Abschnitt 1).

Am 4.6. wurde die Methanisierung Ia und Ib wie üblich angefahren und mit Temperaturen bis 470° in Betrieb gehalten. Zunächst gab es eine befriedigende Reinigung, dann erfolgte Mitte Juni CO_2 - und CO -Durchschlag, der auch mit Temperaturen bis 500° nicht behoben werden konnte.

Am 23.6. wurde die Anlage außer Betrieb gesetzt (wegen eines defekten Wärmetauschers).

Die Kontaktproben von Ofen Ia zeigten

- 1) Zerfall,
- 2) Verrottung,
- 3) Unwirksamkeit,

(Anlage I Abschnitt 2).

Zum Zerfall:

Nach Ansicht von Rubland (Besuchsbericht Dr. Kimmert vom 7.7.40) ist mit zu hohen Temperaturen gefahren worden. Temperaturen über 350° sollen sich für den Kontakt als schädlich erwiesen haben. Außerdem werden Zerfall und Unwirksamkeit beschleunigt durch mehrmaliges Heiß- und Kaltfahren des Kontaktes. Letzteres ist in der Gesamtbetriebszeit des Kontaktes in Lützkendorf in ungefähr 28 Tagen 5 mal der Fall gewesen wegen Reparaturen an der neuen Apparatur.

Der Kontakt hat außerdem von Mitte Dezember bis Ende Mai kalt unter Luft gestanden, weil Schutzgas nicht vorhanden war.

Im Laboratorium wurde festgestellt, daß bei der Belastung, wie sie in Lütakendorf gefahren wurde, und bei dem vorliegenden zerfallenen Kontakt die "Tanzgrenze" bereits überschritten ist, d.h. der Kontakt hat im Ofen im Gasstrom gewirbelt.

Zur Verursachung:

Wahrscheinlich durch CO-Zerfall (Anlage I Abschnitt 3).

Zur Unwirksamkeit:

Das Nachlassen des Kontaktes kann verursacht sein:

- 1) weil Schwefel im Gas ist. Die Gasanalyse auf Anlage II zeigt noch 15,2 mg S/cbm vor dem Nickelofen;
- 2) weil organische Reste in Schmelzfalt-Gas vorhanden sein können. Die Gasanalyse auf Anlage II zeigt noch meßbare Mengen C_2-C_5 -Eohlenwasserstoffe. Außerdem riecht das Gas vor der Methanisierung, während es dahinter geruchfrei ist;
- 3) weil Temperaturen über 350° angewandt werden sind. Laborversuche (Anlage I Abschnitt 2 und noch laufende Versuche) lassen dies unwahrscheinlich erscheinen;
- 4) weil der Kontakt zu oft heiß und kalt gefahren wurde. Ein Zerfallsversuch im Laboratorium durch fünfmaliges Herauffahren des Kontaktes auf 450° und Abkühlen auf 200° sowie nachfolgendes Erproben dieses Kontaktes zeigte keine Schädigung;
- 5) weil der Kontakt vom Dezember bis Mai an der Luft gestanden hat;
- 6) weil der Kontakt Alkali enthält.

Eine Probe von 4.7. aus Nickelofen Is Schicht 1 unten enthält 0,5 % wasserlösliches Alkali; eine weitere Probe von 18.7. aus Methanisierung IIIa Schicht 1 oben enthält Natriumsulfat. In dem frisch angelieferten Oppauer Kontakt konnte kein Alkali festgestellt werden.

Nachdem beide Nickelöfen mit neuem Oppauer Kontakt gefüllt waren, wurden sie am 16.7. angefahren und ohne weitere Schwierigkeiten mit Temperaturen von $270^\circ-360^\circ$ in Betrieb gehalten.

Die vielen Schwierigkeiten und Arbeiten zur Abdichtung der unweckmäßig konstruierten Apparatur sind aus den Tagesberichten zu ersehen.

b) Methanisierung IIIa und IIIb

Am 29.6. wurde versucht, die von Wintershall konstruierte Methanisierung II, die ohne Gasurwlzung arbeitet, anzufahren.

Nach Hochheizen wurde am 1.7. mit der Kontaktreduktion begonnen, aber nach 8 Stunden wegen allgemeinen Wassermangels der gesamte Betrieb wieder abgestellt. Die Anlage blieb bis zum 4.7. unter Gasdruck stehen und wurde nun wieder hochgefahren; Ofen IIIa bis 318° , Ofen IIIb bis 293° . Es war nicht mglich, infolge der Schaltweise (siehe Anlage III) beide fen auf 290° zu heizen, man konnte nur entweder Ofen IIIa o d e r IIIb hochheizen. Dasselbe zeigte sich spter auch beim Fahren mit Gas. Die erste Schicht von Ofen IIIa (Element 3) reagierte schon bei geringerer Gasmenge trotz groer Dampfverdnnung (ca. 2 t Dampf stndlich). Auch wenn beide fen parallel geschaltet waren, reagierte immer nur das dem Eingang nchstliegende Element.

Am 11.7. wurden die Anfahrversuche als erfolglos aufgegeben, weil bis zur weiteren Klrung der Temperaturfrage als hchste Kontakttemperatur 350° nicht berschritten werden sollte. Mit dieser Temperaturbegrenzung lie sich aber bei der vorliegenden Schaltung die Methanisierung II nicht betreiben. Es wurde von Wintershall beschlossen, zunchst die an Methanisierung I bewhrte Gasurwlzung ebenfalls an II anzubauen.

Wintershall

Anlage I

Mathematisierungskontakt aus L i t z k e a n d o r f .

Die Kontakte wurden auf ihre Aktivität geprüft. Raumbelastung
1 : 400, Schnitthöhe 70 cm.

1) Probe vom 20.5.40:

Versuchstemperatur 350° Versuchsdauer 3 Stunden.

Gasanalyse:	CO ₂	CO	H ₂	CH ₄	N ₂
Gas vorher $\frac{1}{2}$ 0. - 3. Stunde	1,2	2,0	93,4	0,8	2,8
" nachher " " "	0,2	0,1	98,7	4,5	2,7

2) Proben vom 4.7.40:

Kontaktprobe	I:	Sonderprobe Ni-Ofen	La. Schicht	1
"	II:	"	"	3
"	III:	Probe aus	"	1 unten
"	IV:	"	"	2 Mitte
"	V:	"	"	3 oben

Analyse der Kontakte:	Ni	O ₂	S	C	H ₂ O
I	49,31	2,16	0,31	1,54	9,88
II	51,65	2,88	0,28	1,06	6,32
III	52,26	5,97	0,38	1,35	3,16
IV	53,40	4,95	0,34	1,02	2,72
V	52,98	5,06	0,43	1,05	2,35

Versuchstemperatur 400° Versuchsdauer 3 Stunden.

Gasanalyse:	CO ₂	CO	H ₂	CH ₄	N ₂
Gas vorher $\frac{1}{2}$ 2.-7. Stunde	2,0	2,8	86,6	2,6	5,0
Gas nachher $\frac{1}{2}$ 2.-7. Std. Probe I	1,4	2,0	86,3	3,3	6,7
" " " " " " II	0,7	2,0	85,7	6,6	6,2
" " " " " " III	1,5	2,3	86,6	2,6	6,4
" " " " " " IV	0,8	2,6	85,6	4,2	6,6
" " " " " " V	1,2	2,2	86,2	3,2	6,6

Versuchstemperatur 470°

Versuchsdauer 8 Stunden.

Gasanalyse:	CO ₂	CO	H ₂	CH ₄	N ₂
Gas vorher § 2.-7. Std.	2,8	3,5	79,2	4,9	9,6
Gas nachher " " " Probe I	1,1	3,2	80,4	6,9	8,5
" " " " " " II	0,2	0,5	76,4	12,7	10,2
" " " " " " III	1,9	4,4	79,1	4,9	9,7
" " " " " " IV	0,6	1,5	77,8	2,2	11,8
" " " " " " V	2,1	2,0			

3) Verhalten des Kontaktes gegen CO bei verschiedenen Temperaturen. Versuchsgegenstand: frischer Oppauer Kontakt

a) in Mischung mit N₂ (5% CO)

	Ausgangsgas			Endgas		
	CO ₂	CO	N ₂ (Rest)	CO ₂	CO	N ₂ (Rest)
Temp. 200° § 2 Std.	0,0	4,6	95,4	0,2	4,7	95,1
300°	0,0	4,6	95,4	2,1	2,5	95,4
350°	0,0	4,8	95,2	2,7	1,6	95,7
400°	0,0	5,0	95,0	2,9	1,4	95,7

b) in Mischung mit H₂ und Wasserdampf (10% CO 90% H₂ bei 95° mit Dampf gesättigt)

	Ausgangsgas			Endgas			
	CO ₂	CO	H ₂ +Restgas	CO ₂	CO	H ₂	CH ₄
Temp. 200° § 2 Std.	0,0	2,8	91,2	0,4	1,3	89,4	2,9
300°	0,0	2,6	90,4	3,0	0,0	83,5	13,4
350°	0,0	2,8	90,2	3,1	1,8	84,2	10,9
400°	0,0	10,0	90,0	3,6	0,4	88,2	5,8

4) Verhalten des Kontaktes nach starken Temperaturschwankungen. Der Kontakt wurde innerhalb 52 Stunden unter Gasdurchgang 5 mal auf 400° erhitzt, 3 Stunden auf 400° gehalten und die übrige Zeit auf 200° abgekühlt.

Gasanalyse:	Rein gas					Endgas				
	CO ₂	CO	H ₂	CH ₄	N ₂	CO ₂	CO	H ₂	CH ₄	N ₂
1 mal 400° § 2 Std.	2,2	2,0	79,9	5,6	10,3	0,0	0,0	72,6	14,5	12,9
3 " 400° " " "	-	-	-	-	-	0,0	0,2	74,4	15,0	12,4
5 " 400° " " "	2,3	4,1	78,9	3,8	11,0	0,1	0,5	74,6	13,0	11,8

Eine auffallende Verschlechterung der Kontaktwirkung war dadurch nicht festzustellen.

gez.: Dr. Keilig

Anlage II

	<u>Gas</u>	
<u>Sy-Gasprobe vor Anlage</u>	<u>hinter CO₂-Wäsche</u>	
v. 22.7.1940		
%	%	
CO ₂	10,95	1,86
H ₂ S	0,00	0,00
O ₂	0,00	0,00
H ₂	56,08	65,83
CO	25,40	3,08
N ₂	3,20	6,20
CH ₄	2,22	2,91
C ₂ H ₆	0,02	0,01
C ₂ H ₄	0,05	0,01
C ₃ H ₈	0,05	0,02
C ₃ H ₆	0,02	0,01
C ₄ H ₁₀	0,02	0,01
C ₄ H ₈	0,01	0,00
C ₅	0,00	0,00
	<u>100,00</u>	<u>100,00</u>
	<small>22.7.1940 14.10.1940</small>	<small>22.7.1940 14.10.1940</small>
Molgew. gef.	15,0	5,9
" ber.	15,2	5,7
Ges. S	50,0 mg/cbm	15,2 mg/cbm

gez.: Dr. Wetzel

Mechanisierung II Lützkendorf.

Anlage III

