

Leuna-Werke, den 21. Juli 1958. Dr. Be/St.

Filtration der Kohleentschlammung der Hydrierung.

Vorbereitung des Versuches:

- 1. Wirkung der Filtrierbarkeit der Entschlammung,
- 2. Einfluss des Ölverschleißes auf die Filtrierbarkeit der Entschlammung,
- 3. Herstellung von für die Dreifilter geeigneten Versuchsmaterial,
- 4. Vergleich der Vorklärung der Filtrierbarkeit der Entschlammung,
 - a) durch Schmelzen der Filtrierkuchenpakt,
 - b) durch Vorfiltration der Entschlammung,
 - c) durch Vorfiltration des Schlammrückstandes der Filtration in Zentrifuge,
 - d) durch Zusatz wasserstoffreicher Öle zum Breiöl des Kohlebreies,

Spezielle technische Maßstab:

- 1. Filtrierbarkeit,
- 2. Ölverschleiß,
- 3. Filtrierbarkeit der Entschlammung auf sich selbst,
- 4. Filtrierbarkeit der Filtrierkuchen,
- 5. Filtrierbarkeit der Filterkuchen,
- 6. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 7. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 8. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 9. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 10. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 11. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 12. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 13. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 14. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 15. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 16. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 17. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 18. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 19. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 20. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 21. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 22. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 23. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 24. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 25. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 26. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 27. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 28. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 29. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 30. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 31. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 32. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 33. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 34. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 35. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 36. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 37. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 38. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 39. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 40. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 41. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 42. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 43. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 44. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 45. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 46. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 47. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 48. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 49. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 50. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 51. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 52. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 53. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 54. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 55. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 56. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 57. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 58. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 59. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 60. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 61. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 62. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 63. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 64. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 65. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 66. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 67. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 68. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 69. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 70. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 71. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 72. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 73. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 74. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 75. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 76. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 77. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 78. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 79. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 80. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 81. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 82. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 83. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 84. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 85. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 86. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 87. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 88. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 89. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 90. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 91. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 92. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 93. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 94. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 95. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 96. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 97. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 98. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 99. Filtrierbarkeit des Filtrates,
- 100. Filtrierbarkeit des Filtrates,

00000894

Die Filterbarkeit ist stark davon abhängig, ob die Entschlammung mittels Patronenventil aus der Hochdruckkammer entnommen oder ob sie durch Pufferflaschen bzw. Entspannungsmaschine geschleust werden. Die entspannte Entschlammung ist stets viel besser als die geschleuste, wobei vorausgesetzt ist, dass die Proben beidseitig an derselben Kammer entnommen sind. Die Filterbarkeit nach der Standard-Methode verhalten sich im allgemeinen die Filter der Art und Weise des Ausschleusens, welche Filterzeitpunkt wurde bisher nicht festgestellt. Proben, die in geringen Zeitabständen durch Schleusen oder Pufferflaschen und mit einer Entspannungsmaschine genommen wurden, zeigten gleiche Filterzeiten. Doch liegen über diesen Wert, je nach dem Einfluss des Gegendruckes beim Ausschleusen, erhebliche Unterschiede vor.

Die Filterbarkeit der beiden Kammergruppen, die auf ein und dasselbe Filtermaterial in derselben Hochdruckkammer, jedoch an verschiedenen Stellen entnommen sind, zeigen häufig sehr verschiedene Filterzeitpunkte. Die durch Patronenventile entspannte Entschlammung zwischen 30 und 180 Minuten Filterzeit (Mittelwert etwa 60 Minuten), während geschleuste Entschlammung Filterzeiten zwischen 3 und 70 Minuten (Mittelwert etwa 10 Minuten) zeigten. Die Untersuchungen wurden im Januar und Februar 1938 an der Entschlammung der Kammer 5 und von März bis Juli 1938 an der Kammer 9 vorgenommen. Prinzipielle Unterschiede zwischen den Entschlammungen der beiden Kammern wurden nicht gefunden.

In den Versuchsreihen wurde versucht, die wechselnde Filterbarkeit mit anderen schwankenden Eigenschaften der Entschlammung, wie z. B. Feststoff- und Asphaltingehalt oder Sedimentationsgeschwindigkeit des in Benzol suspendierten reinen Feststoffes, in Beziehung zu setzen. Bisher haben sich die gesuchten Parallelen nicht ergeben. Vielmehr sind die Ursachen für die wechselnde Filterbarkeit noch unbekannt.

Bei längerer Aufbewahrung von Entschlammung in der Wärme und unter ständigem Umrühren, wobei Luft hinzutreten kann, findet eine Verminderung der Filterbarkeit statt. Beispielsweise erhöhte sich die Filterzeit von geschleuster Entschlammung, die ursprünglich 15 Minuten betrug, durch zweiwöchige Aufbewahrung auf 30 Minuten. Hierbei stieg auch der Stockpunkt des Filtrates auf über 30° und der Asphaltingehalt von 10,58% auf 15,56%.

Metalltücher, auch besonders dichte Tressen- und Köpfergewebe, mit 1500 bzw. 10 000 Maschen/ cm^2 , welche bei den vor einigen Jahren von Herrn Dr. Döllein mit Entschlammung von allerdings anderer Beschaffenheit

durchgeführten Versuchen gute Ergebnisse gezeitigt hatten, lieferten mit dem oben erwähnten Handfilter sehr unreine Filtrate. In Anbetracht ihrer sonstigen Vorteile (Haltbarkeit und Festigkeit) wurden sie auch noch auf anderen Filtern geprüft. Dabei ergab sich, dass sie wesentlich reinere Filtrate (1% Feststoffgehalt und darunter) dann lieferten, wenn die Entschlammung nicht wie bei dem hängenden Handfilter von unten nach oben, sondern in nutschenartigen, stehenden Filtern von oben nach unten durch die Filterschicht gesaugt oder gepresst wurde. Offenbar bildete sich im letzteren Falle ein dichter Filterkuchen, der dann als Filterschicht wirkte.

4.) Versuche zur Verbesserung der Filtrierbarkeit der Entschlammung:

Da die Wirtschaftlichkeit einer großtechnisch durchgeführten Filtration hauptsächlich von der Filterleistung abhängt, wurde versucht, die Filtergeschwindigkeit der Entschlammung zu erhöhen, und zwar

a) durch Erhöhung der Filtrationstemperatur.

Das weiter oben beschriebene, mit Asbesttuch bespannte Handfilter wurde in verschieden hoch erhitzte Proben der gleichen Entschlammung getaucht und Filterleistung sowie Filtratreinheit bestimmt. Mit dieser Anordnung konnte maximal 250° Filtrationstemperatur erreicht werden. Für noch höherer Temperaturen wurde ein elektrisch geheiztes Druckfilter verwendet. Als Filtrierzeit galt bei diesem Filter der Zeitraum zwischen dem Aufpressen von 5 - 6 atü Stickstoff und dem Durchbruch des Stickstoffs durch den Filterkuchen. Die folgende Tabelle gibt einen Überblick über die Versuchsergebnisse

— siehe Tabelle auf Seite 6 —

lt. vorstehender Tabelle in den Grenzwerten wie 1 : 25, während die Filterleistungen der verschiedenen Entschlammungen bei höheren Temperaturen sich äußerstenfalls wie 3,5 : 1 verhalten.

Neben der Verbesserung der Filterleistung wurde bei der Mehrzahl der Versuche mit steigender Filtriertemperatur eine Verringerung des Feststoffgehaltes des Filtrates beobachtet.

b) Verbesserung der Filterleistung durch Verdünnen der Entschlammung :

Durch Vermischung von Entschlammung mit A - Mittelöl^{P 550} bei Mischtemperaturen unter 100° wird die Filtrierbarkeit nur unwesentlich beeinflusst. Wurde jedoch in Anlehnung an die O.Z. - Nr. 10'435 (Zusatz von wasserstoffreichen Ölen) die Mischtemperatur auf ca. 150° erhöht, so trat eine deutliche Verbesserung ein, insbesondere wenn ein leichtes wasserstoffreiches Öl, z.B. 5058 - Gasphase - B - Produkt verwendet wurde. (siehe Tabelle II):

Tabelle II

Datum	Entschlammung	Verdünnungsöl	Mischungs- temperatur	Filterzeit der ges. Mischung nach Standard- Methode.
4.2.38.	100 g entsp.E.	-	-	ca. 1 Stunde
	100 " "	100 g P 550 (Frakt. 200- 325°)	150°	23 Min. 15 Sek.
	100 " "	100 " 542 (Frakt. 200- 250°)	150°	8 " 52 "
5.2.38.	100 " "	0	-	211 " 10 "
	100 " "	25 " 542 (Frakt. 200- 250°)	150°	90 " 15 "
	100 " "	50 " " "	150°	3 " 5 "
	100 " "	75 " " "	150°	2 " 30 "
	100 " "	100 " " "	150°	2 " 30 "
6.2.38.	100 " "	0	-	103 " 50 "
	100 " "	50 " P542 (Frakt. 200- 250°)	150°	17 " 20 "
	100 " geschl.E.	0 " "	-	3 " 40 "
	100 " "	50 " " "	150°	1 " 15 "

wo eine Erhöhung der Filtriergeschwindigkeit um ein bis zwei Zehnerpotenzen beobachtet wurde, als dem Anreibeöl einige Prozente an wasserstoffreichem Mittelöl (z.B. Kogasin) zugesetzt worden war. Da die Fortsetzung der Versuche nicht besonders aussichtsreich erschien, und da der Versuchsofen für andere Zwecke benötigt wurde, unterblieb die Weiterarbeit in dieser Richtung.

B. Versuche im technischen Maßstab:

1. Kerzenfilter:

Für Versuchszwecke standen zunächst zwei von den Atlas Werken, Bremen, gelieferte 4-kerzige Druckfilter von je 1 qm Filterfläche zur Verfügung. Zur Zeit werden die Versuche mit einem 7-kerzigen Filter der Firma Wolf, Buckau, fortgesetzt, das 3 qm Filterfläche besitzt. Die Filterkerzen waren aus einzelnen Ringen von keramischem Material zusammengesetzt. Ein im Anfang der Versuche häufig vorkommendes Platzen der Filterringe konnte durch Armierung der Kerzen mittels spiralförmig aufgewickelten Stahldrahtes zuverlässig verhindert werden. Ein Nachlassen der Filterleistung der Kerzen wurde nicht beobachtet; nach einem Absinken der zunächst außerordentlich guten Durchlässigkeit neu eingebauter Filterringe während der ersten Filterchargen blieb die Leistung bei den folgenden Chargen praktisch konstant.

Die Kerzenfilter arbeiten diskontinuierlich in einzelnen Chargen. Die Größe der Chargen ist begrenzt durch die Filterkuchendicke. ^{Der} Kuchen durfte bei den vorliegenden Filtern nicht dicker als 25-30 mm werden, da er sich sonst nicht einwandfrei abwerfen ließ (Brückenbildung zwischen den Kerzen). Die erwähnte Kuchendicke wurde im allgemeinen dann erreicht, wenn 150-200 kg Entschlammung pro qm Filterfläche filtriert waren. Der Feststoffgehalt des Filtrates betrug etwa 0,5% bei Verwendung von Filterringen mittlerer Porenweite (Qualität C 70 der Firma Schüler, Eisenberg) und 0,1% bei etwas feinerporigerem Filtermaterial (Qualität C 30 und Q 30 von Schüler, Eisenberg oder "Braungelb F" der Firma Schumacher in Bietigheim).

Der Filterkuchen enthielt im Mittel 60% Feststoff und fiel bei guter Auswaschung in äußerlich trocken aussehenden Brocken an, die nicht zur Selbstentzündung neigten. Es gelang ohne Schwierigkeit, ^{durch Auswaschen} den Filterkuchen praktisch schweröl- und asphaltfrei zu erhalten, sodaß er sich in einem Versuchsschneckenofen ohne Verkokung bis auf 0,1% Ölgehalt verschwelen ließ. Als Waschöl wurde anfänglich Steinkohlenteeröl, Fraktion 200-250 benutzt. Später wurden mit Kohleabstreifermittelöl ^{200-275 bzw.} (P 550), Fraktion 200-315°, die gleichen Ergebnisse erhalten.

Beim Auswaschvorgang wurde beobachtet, daß das im Filterkuchen befindliche Entschlammungsöl (Schweröl + Asphalt) vom Waschöl in gleichmäßig fortschreitender Front verdrängt wird, sodaß noch mehrere Minuten nach Beginn des Waschprozesses das Filtrat aus reinem Entschlammungsöl besteht. Plötzlich bricht dann das Waschöl durch, und nach weiterem Verlauf von wenigen Minuten besteht das Waschfiltrat aus fast reinem Waschöl; die Auswaschung von Schweröl und Asphalt ist also beendet.

Der Waschölverbrauch ist also verhältnismäßig gering und kommt dem theoretischen Bedarf (benötigte Waschölmenge gleich der im unausgewaschenen Kuchen haftenden Entschlammungsölmenge) nahe. Außerdem lassen sich Waschölfreies Reinfiltrat und schwerölarmes Waschfiltrat ohne Schwierigkeiten getrennt auffangen, was für die Aufarbeitung von Vorteil ist.

~~Die reine Filtriergeschwindigkeit~~ (ohne die zum Auswaschen, Umschalten, Spülen des Filters usw. benötigte Zeit) betrug bei 5 - 6 atü Filtrationsdruck und 130 - 150° C Filtriertemperatur bei Verwendung von geschleuster Entschlammung mittlerer Filtrierbarkeit etwa 300 kg/m²/h. Wurde ungeschleuste Entschlammung verarbeitet, so sank die Filtriergeschwindigkeit auf ein Drittel. Zum Auswaschen wurde etwa die gleiche Zeit benötigt wie zum Filtrieren; der Waschölverbrauch betrug dann rund 100% der filtrierte Entschlammungsmenge, wobei mit Sicherheit ein schweröl- und asphaltfreier Filterkuchen erzielt wurde. Wahrscheinlich kann man aber auch mit geringerer Waschzeit und Waschölmenge einen genügenden Grad der Auswaschung erreichen. Einschl. Waschen, Spülen usw. war die Filterleistung bei geschleuster Entschlammung von mittlerer Filtrierfähigkeit im Mittel 130 kg/m²/h.

Da Kerzenfilter diskontinuierlich arbeiten und verhältnismäßig viel und gut geschultes Bedienungspersonal erfordern, wurde versucht, die Entschlammungsfiltration auf kontinuierlich und nahezu automatisch arbeitenden Drehfiltern durchzuführen. An technischen Drehfiltern standen für Versuchszwecke ein Zellenfilter der Firma Wolf, Buckau, mit $0,6 \text{ m}^2$ Filterfläche und ein Trommelfilter der Firma Dorr, Berlin, mit einer Filterfläche von $1,8 \text{ m}^2$ zur Verfügung. Beide Filter arbeiten als Saugfilter. Daneben sind Versuche in Vorbereitung mit einem Zellenfilter mit Schnürenabnehmer der Firma Imperial, Meissen, welches in einem druckfesten Gehäuse untergebracht ist und mit einigen atm Überdruck zu filtrieren gestattet.

2. Wolf - Filter:

a) Filtertuch:

Bei den bisher durchgeführten Versuchen war das Wolf-Filter mit Baumwollgewebe bezogen. Die Haltbarkeit einer Bespannung betrug bei einer Filtertemperatur von $140 - 150^\circ$ etwa 20 Betriebstage. Wurde die Temperatur auf 170° gesteigert, so hielt das Tuch weniger als die Hälfte dieser Zeit. Anzeichen für das allmähliche Verbrauchwerden des Tuches war steigender Feststoffgehalt des Filtrates. Z.Zt. sind Versuche mit den Asbestgeweben im Gange, welche in den Laboratoriumsversuchen Filtrate mit weniger als 1% Feststoffgehalt ergeben hatten. Auf dem Wolf-Filter ergaben sie zunächst wesentlich feststoffreichere Filtrate. Vermutlich lag dies an der bisherigen Art des Aufziehens auf die Filtertrommel, bei welcher das Tuch stark gereckt wurde, wodurch eine Vergrößerung der Maschen des Gewebes eingetreten sein könnte. Versuche mit anderen Arten des Aufziehens sind im Gange. Ferner soll ein besonders dichtes Tressengewebe ausprobiert werden.

b) Filterleistung:

Die Leistung des Wolf- Filters schwankte sehr stark, und zwar gingen diese Schwankungen parallel mit der nach der Standardmethode gemessenen Filtrierfähigkeit der Entschlammung, waren jedoch nicht so stark wie die Unterschiede in der Filterzeit. Dies dürfte in Übereinstimmung mit den Laboratoriumsversuchen über den Einfluß der Filtriertemperatur daran liegen, dass die Filtriertemperatur am Wolf-Filter höher war als bei der Standardmethode (vergl. Seite 6)

Im Maximum betrug die Filterleistung 166,5kg Entschlammung pro Stunde und m² Gesamfilterfläche (also nicht pro m² eintauchende Fläche); als niedrigste Filterleistung wurde 44 kg/m²/h bei geschleuster Entschlammung gemessen. Längere Zeit aufbewahrte, geschleuste, sowie durch Patronenventile entspannte Entschlammung ging herunter bis auf 20 kg/m²/h. Die folgende Tabelle III gibt eine Übersicht über die Filterleistungen der mit frischer, geschleuster Entschlammung gefahrenen Versuche.

Tabelle III

Ver- such Nr.	Datum	Dau- er Tage	Filterzeit nach d. Standard-Methode			Leistung des Dreh- filters			Bemerkg.
			Niedrig- ster Wert Minuten	höch- ster Wert	Mit- tel- wert	höchster Wert kg / m ² / h	Niedrig- ster Wert	Mittel- Wert	
19	3.11.37.	1	-	-	-	-	-	125,5	
20	5.-7.11.37	3	-	-	-	149	98	115,5	
21	8.-10.11.37	2	-	-	-	122	98	110,5	
23	23-24.11.37	1	-	-	-	166,5	131	145,5	
24	25.11.-2.12.	7	-	-	-	147,5	74	112,5	z.T.m. Auswa- schg. d. Filter- kuchens.
26	13.-22.12.37	9	-	-	-	132	61	98,0	
27	25.12.37- 5.1.1938	12	-	-	-	152	71,5	107,5	2Tg.m. Auswa- schung.
28	8.-9.1.38.	2	4	6	5	141	121	132,0	
29	11.-13.1.38	3	5	23	17	131	44	70,0	
30	15.-23.1.38.	8	3	48	19	150	39	98,0	
35	12.-15.3.38	4	7	15	11	88,5	46,5	69,0	m. Auswaschg. des Filter- kuchens.
36	20.-22.3.38	3	12	18	15	102	66	79,0	
40	23.4.-7.5.38.	14	7	36	16	105	49,5	72	

a.) Tuch teilweise verklebt, daher die schlechte Leistung!

In Gesamtmittel der Versuche ergibt sich für 69 Betriebstage eine Filterleistung von 96,5 kg m²/h.

c.) Einfluß der Verdünnung der Entschlammung auf die Filterleistung:

Wurde die Entschlammung mit A - Mittelöl, das nicht höher als 100° erhitzt worden war, verdünnt, so blieb die Filterleistung praktisch dieselbe wie bei unverdünnter Entschlammung. War jedoch das Verdünnungsöl vor dem Vermischen auf etwa 150° erhitzt worden, so stieg die Filterleistung deutlich an:

Tabelle IV

Tabelle IV.

00000905

Versuch Nr.	Verdünnung	Mischtemperatur	Filterleistung in kg/m ² /h (auf <u>unverdünnte</u> Entschl. bez.)
32	ohne mit 50% P 542 (Fraktion über 250°)	150° C	50 103
33	ohne mit 50% A - Mittelöl (Frakt. 200 - 250°)	150° C	45 87
34	ohne mit 100% P 542 (Fraktion über 250°)	150° C	25 73

Die Versuche beschränkten sich bisher auf solche Entschlammung, die sehr schlechte Filtriereigenschaften besaß (längere Zeit aufbewahrte Entschlammung). Versuche mit normaler geschleuster Entschlammung von an sich besserer Filtriergeschwindigkeit und mit ungeschleust entspannter Entschlammung stehen noch aus. Der Einfluß der Verdünnung war nicht so stark, wie bei den Laborversuchen (siehe Seite 7); jedoch ist zu bemerken, dass jene Versuche bei 100 - 120°, die Großversuche dagegen bei 140 - 150° Filtriertemperatur durchgeführt wurden.

d) Natur des Waschöls:

Zunächst wurde Steinkohlenteerleichtöl (sog. Petrol) benutzt. Dieses führte aber wegen seines Naphthalin gehaltes zu Verstopfungen der zur Vakuum - Pumpe führenden Leitungen. Es wurde deshalb die Fraktion 200 - 275° des A - Mittelöls verwendet, welche naphthalin frei ist und bereits bei den Kerzenfilterversuchen (siehe Seite 10) ausprobiert worden war.

e) Aufbringung des Waschöls auf den Filterkuchen:

Da der Kuchen im Vergleich zu einem beispielsweise aus kristallisiertem Salz bestehenden Filterrückstand das Waschmittel nur schwierig aufnimmt und der Waschprozeß etwa ebenso lange Zeit beansprucht wie der Filtriervorgang, war es erforderlich, das Waschöl gleichmäßig verteilt auf einer längeren Strecke des Trommelumfangs aufzubringen.

Es genügte deshalb nicht ein einziges ^{quer/} zur Filtertrommel liegendes Verteilerorgan, sondern es mußten mindestens drei davon hintereinander angeordnet werden (Vergl. Abbildung 1). Mit Löchern versehene Röhrrchen bewährten sich nicht, da die Löcher sich bald verstopften. Bessere Resultate wurden mit Überlaufrinnen erzielt, welche gezahnte Ablaufbleche besaßen.

f) Rißbildung des Filterkuchens:

Der Filterkuchen wurde sofort nach dem Auftauchen aus dem Filtertrog sehr stark rissig. Durch diese Risse lief das Waschöl bevorzugt hindurch, während die zwischen den Rissen befindlichen Teile des Kuchens ungewaschen blieben. Es wurde versucht, die Stelle der Rißbildung weiter nach oben, etwa an die Stelle A (siehe Abb. 1) zu verlegen, indem man aus der Überlaufrinne I Entschlammung auf den Kuchen rieseln ließ. Diese lief entgegen der Drehrichtung des Filters auf dem Kuchen herunter, hielt diesen feucht, und die Rißbildung setzte nicht ein, bevor das Waschöl aus Überlaufrinne 2 den Filterkuchen berührte. Eine kurze Strecke später traten jedoch wiederum die Risse auf, und der Wascheffekt war demzufolge noch sehr unvollkommen.

g) Waschfilz:

Nun wurde ein endloser Waschfilz (sog. Papiermaschinenabfilz aus Wolle) aufgebracht, welcher sich mit der Filtertrommel zugleich bewegte und auf welchen das Waschöl auftropfte (siehe Abb. 2). Unter den tiefstgelegenen Leitwalzen wurden trichterförmige Rinnen angebracht, welche das vom Filz abtropfende überschüssige Waschöl auffingen und in ein Sammelgefäß leiteten, aus welchem es in den Waschölvorratsbehälter zurückgepumpt werden konnte. Durch den Waschfilz wurde ein Austrocknen des Kuchens und damit Rißbildung weitgehend verhindert; außerdem begünstigte seine poröse Struktur die gleichmäßige Verteilung des Waschöls über die ganze Filterkuchenoberfläche hin.

Der Waschfilz neigte mitunter zu einseitigem und schiefen Lauf auf den Leitrollen; sein Lauf mußte deshalb dauernd überwacht und durch Nachstellen der regulierbaren Rollen korrigiert werden. Bei einem breiteren Filter (das Versuchsfilter hatte eine Trommelbreite von nur etwa 20 cm) dürfte ein gleichmäßigeres Laufen des Filzes zu erwarten sein.

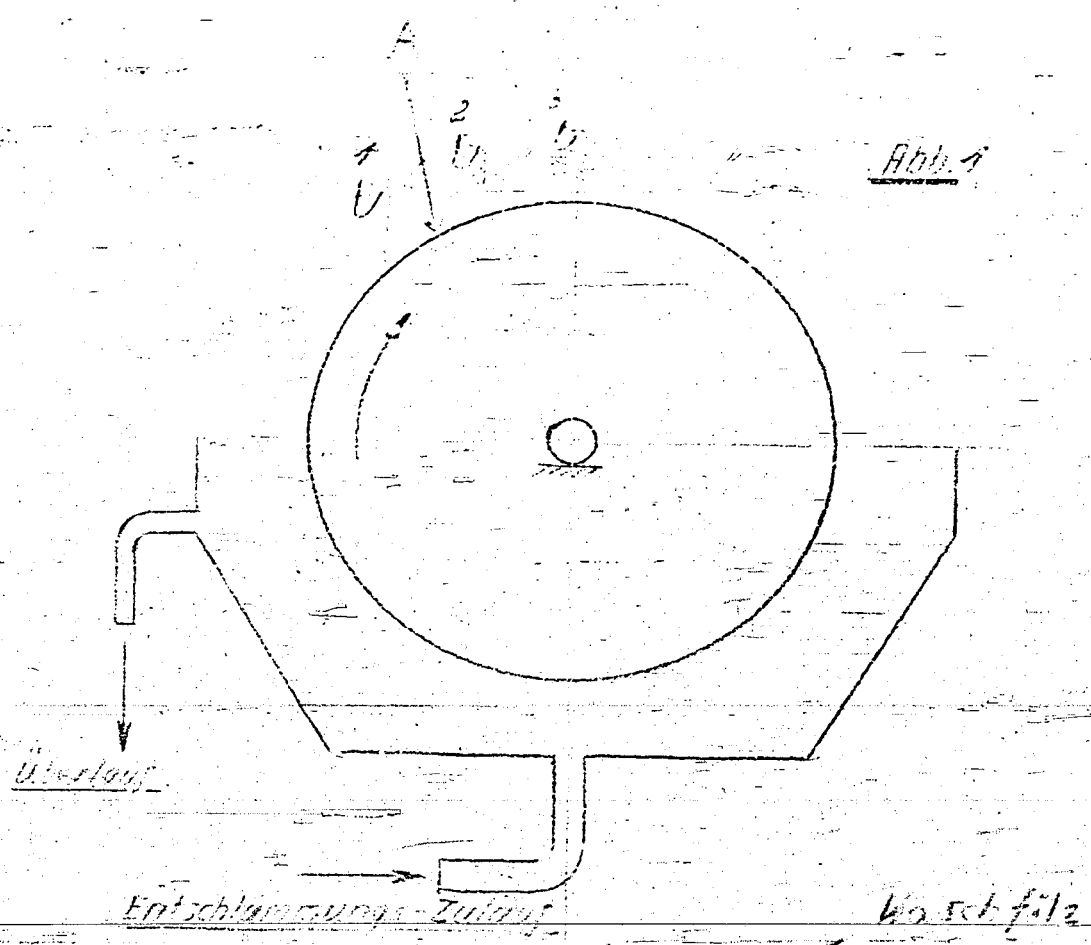


Abb. 1

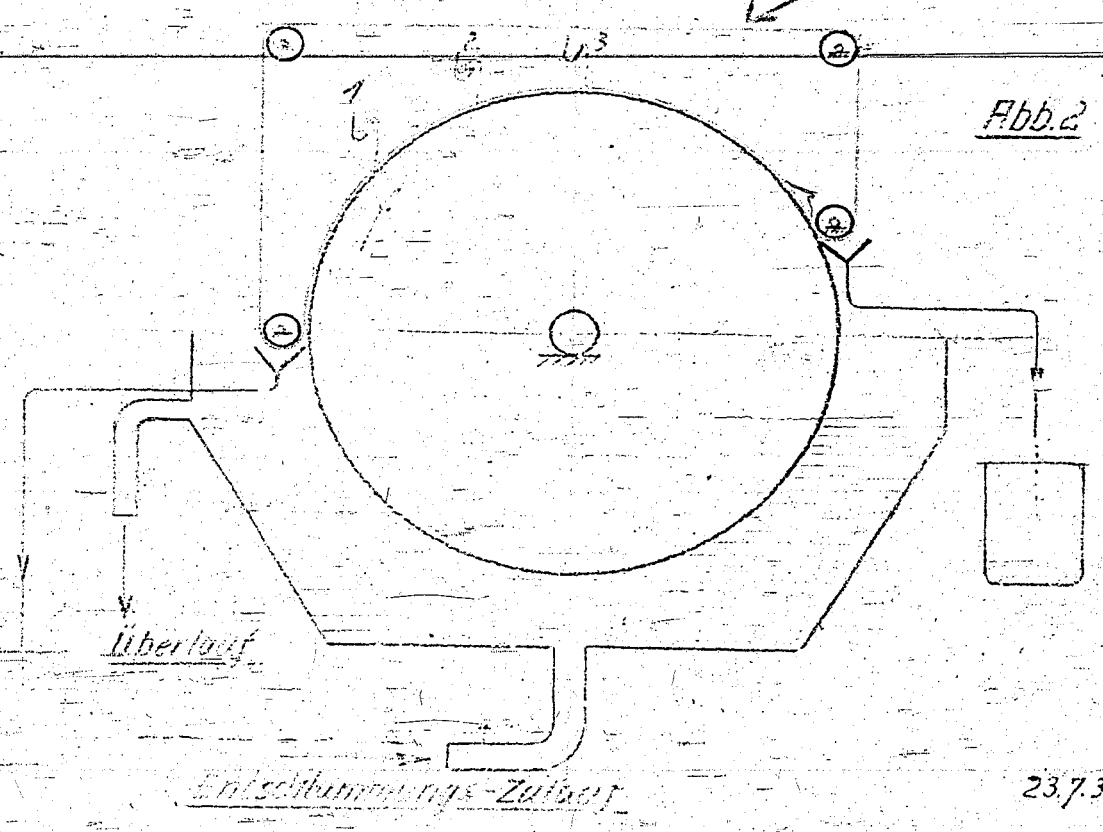


Abb. 2

23.7.38 Hef

Einige Male klemmte der Filz infolge eines mitgerissenen Filterkuchen-Teilchens an den Leitwalzen und zeriss. Infolge dieser Zwischenfälle konnte die durch natürliche Abnutzung bedingte Lebensdauer eines Waschfilzes noch nicht festgestellt werden. Das Waschöl wurde auf 130 - 140° vorgewärmt. Außerdem wurde das in die Schutzhauben des Filters eingeblasene Schutzgas (CO₂) in einer doppelwandigen Schlange mit Hochdruckdampf aufgeheizt. Der Waschfilz war also dauernd Temperaturen von mindestens 130° ausgesetzt.

h) Filterkuchen:

Durch die auf diese Weise vorgenommene Auswaschung gelang es, einen grau und trocken aussehenden Filterkuchen zu erhalten, während der ohne Waschung erhaltene Kuchen schwarz aussah. Sofern gut filtrierbare Entschlammung (d.h. geschleuste Entschlammung, die nach der Standardmethode nicht mehr als höchstens 20 Minuten Filterzeit beansprucht) verwendet wurde, löste sich der Filterkuchen kurz oberhalb des Abnehmermessers verhältnismäßig leicht vom Filtertuch ab, brauchte also nicht durch das Messer abgeschnitten zu werden. Begünstigt wurde dieses Ablösen durch schwaches Einblasen von Kohlensäure in diejenige Zelle des Filters, die dem Abnehmermesser am nächsten lag. Dieses Einblasen wurde automatisch durch den Steuerkopf des Zellenfilters betätigt. Für den Dauerbetrieb war das Einblasen von Abwurfgas unerlässlich, da sonst die Filteroberfläche trotz Verwendung gut filtrierbarer Entschlammung mit der Zeit verschmutzt und die Leistung des Filters stark nachließ. Der Feststoffgehalt des Filterkuchens betrug ohne Waschung rund 50%; mit Waschung ging er auf 55 - 60% herauf. Im letzteren Falle setzte sich das anhaftende Restöl aus etwa 3 Teilen Waschöl und einem Teil asphalthaltigen Schweröl zusammen, oder anders ausgedrückt, der Filterkuchen enthielt 60% Feststoff, 30% Waschöl und 10% Schweröl.

i) Waschölgehalt des Filtrates:

Trotz dieser unvollkommenen Auswaschung enthielt das Filtrat erhebliche Mengen Waschöl. Die Auswaschung ging also nicht wie beim Kerzenfilter so vor sich, dass das Waschöl das Schweröl in gleichmäßiger Front verdrängte. Vielmehr waren auch bei Verwendung des Waschfilzes offenbar noch feine Risse im Kuchen vorhanden, durch welche das Waschöl bevorzugt hindurch lief. Der Waschölverbrauch war deshalb auch größer als beim Kerzenfilter und betrug mehr als 100% der Entschlammungsmenge.

An dem VersuchsfILTER wurde das Filtrat aus der Filterzone (Reinfiltrat) und das aus der Waschzone (Waschfiltrat) getrennt abgezogen. Trotzdem waren in dem Reinfiltrat stets Anteile an Waschöl

enthalten.

Die erhaltenen Filtrate wurden in Rezipienten aufgefangen und periodisch ausgeschleust. In diesen Rezipienten verdampfte ein erheblicher Teil des in den Filtraten enthaltenen Waschöls. Teilweise konnten diese Dämpfe in einem zwischen Rezipient und Vakuumpumpe eingeschalteten Kühler niedergeschlagen und in einem Abscheider erfaßt werden. Ein bedeutender Teil der Waschöldämpfe ließ sich jedoch nicht kondensieren, sondern gelangte in die Vakuumpumpe und führte dort zu Schmierölverdünnungen und Maschinenstörungen. Außer-dem entwichen aus dem Auspuff der Pumpe stets große Mengen Waschöl nebel förmig ins Freie. Ein Versuch zeigte, dass diese Nebel sich in einem mit Füllkörpern versehenen, dem Auspuff nachgeschalteten Turm niederschlagen ließen.

Das in den Kühlern der Vakuumleitung niedergeschlagene Waschölkondensat war praktisch Feststoff-, aber nicht schwerölfrei, und zwar enthielt das Kondensat aus der Reinfiltratleitung etwa 25 % und das aus der Waschfiltratleitung 5% Schweröl. Beide Kondensate eigneten sich deshalb nicht dazu, ohne Redestillation dem frischen Waschöl zugesetzt zu werden. Dagegen ließen sie sich zu einer Vorverdünnung der zu filtrierenden Entschlammung verwenden. Hierdurch wurde eine bessere Auswaschung des Filterkuchens erreicht. Es gelang so, Filterkuchen mit wesentlich weniger als 10% Schweröl zu erhalten. Im Mittel wurden 5% und in einigen Fällen 1% Schwerölgehalt des Rückstandes erreicht, ohne daß an frischem Waschöl mehr verbraucht worden wäre, als bei den Versuchen ohne Verdünnung der Entschlammung.

k) Feststoffgehalt des Filtrates:

Bei Verwendung gut filtrierfähiger Entschlammung und mit unverbrauchtem Filtertuch betrug der Feststoffgehalt des Reinfiltrates im Mittel 0,5%, der des Waschfiltrates noch weniger. Dabei ist zu berücksichtigen, dass die Filtrate durch die eingetretene Verdampfung vom Waschöl bereits bis zu einem gewissen Grade eingedickt, der ursprüngliche Feststoffgehalt also noch geringer war. Schlecht fäiltrierbare Entschlammung, insbesondere längere Zeit aufbewahrte, lieferte Filtrate mit wesentlich höheren Feststoffgehalten. In diesen Fällen war der Feststoff jedoch vorwiegend organischer Natur (weniger als 50% Asche) während der aus der Entschlammung isolierte Feststoff zu etwa 90% aus Asche bestand.

3. Dorr - Filter:a) Arbeitsweise:

Auf dem Drehfilter der Firma Dorr erfolgt die Filtration durch eine Schicht von sog. Filterhilfe. Diese Schicht wird ^{die} auf Asbestgewebe - Bespannung der Filtertrommel vor der eigentlichen Filtration aufgebracht, indem man in den Filtertrog eine Aufschlämmung des Filterhilfsmittels (z.B. Kieselgur) in einem dünnen Öl gibt, und das Öl abfiltriert. Auf dem Asbestgewebe bleibt dann das Filterhilfsmittel als 30 - 40 mm starke Schicht zurück. Der Filtertrog wird nun mit Entschlammung gefüllt und die Filtration kann beginnen. Ein Messer, das sich mit seiner Schneide langsam auf die Filteroberfläche zubewegt, schneidet zugleich mit dem aus der Entschlammung gebildeten Filterkuchen eine dünne Schicht des Filterhilfsmittels ab, sodass die zu filtrierende Entschlammung stets mit einer frischen Oberfläche der Filterhilfe in Berührung kommt.

b) Filterhilfsmittel:

Als Filterhilfsmittel wurde die von der Firma Dorr empfohlene Kieselgur Nr. 70 S der Firma Kieselgur Industrie, Hannover, sowie Diatomerde aus dem Isolierbetrieb des Ammoniakwerkes benutzt, welche letztere durch Absieben auf einem 400er bzw. 6700er Maschensieb von den größten und feinsten Teilchen befreit worden war.

c) Filterleistung:

An Versuchen wurden mit diesem Filter lediglich solche zur Prüfung der Leistung gemacht, während auf Auswaschung des Filterkuchens verzichtet wurde. Folgende Tabelle ergibt einen Überblick über die Ergebnisse. In der letzten Spalte sind die Filterleistungen angegeben, welche Entschlammungen von ähnlicher Filtrierfähigkeit auf dem Wolf-Filter bei 140 bis 150° Filtriertemperatur schätzungsweise ergeben hätten.

Tabelle 5

Ver- such Nr.	Filterzeit der Ent- schlammung (Standard- Methode)	Filterhilfe	Temperatur °C	Ver- suchs- dauer Std.	Festst. i. Fil- trat%	Filter- leistg. kg/m ² /h	Leistg. a.d. Wolf- Filter (geschätzt kg/m ² /h)
1	-	} Kieselgur Nr. 70 S	145-150	10	2,0	38	-
2	-		160-165	10	1,8	32	-
3	17 Minuten		170-175	10	0,5-1,3	40	75
4	8 "	} Diatomiter- de gesiebt	170	11	1,0	66	100
5	10 "		170-175	5	0,5	58	90

3. Dorr - Filter:

a) Arbeitsweise:

Auf dem Drehfilter der Firma Dorr erfolgt die Filtration durch eine Schicht von sog. Filterhilfe. Diese Schicht wird auf ^{die} Asbestgewebe - Bespannung der Filtertrommel vor der eigentlichen Filtration aufgebracht, indem man in den Filtertrog eine Aufschlammung des Filterhilfsmittels (z.B. Kieselgur) in einem dünnen Öl gibt, und das Öl abfiltriert. Auf dem Asbestgewebe bleibt dann das Filterhilfsmittel als 30 - 40 mm starke Schicht zurück. Der Filtertrog wird nun mit Entschlammung gefüllt und die Filtration kann beginnen. Ein Messer, das sich mit seiner Schneide langsam auf die Filteroberfläche zubewegt, schneidet zugleich mit dem aus der Entschlammung gebildeten Filterkuchen eine dünne Schicht des Filterhilfsmittels ab, sodass die zu filtrierende Entschlammung stets mit einer frischen Oberfläche der Filterhilfe in Berührung kommt.

b) Filterhilfsmittel:

Als Filterhilfsmittel wurde die von der Firma Dorr empfohlene Kieselgur Nr. 70 S der Firma Kieselgur Industrie, Hannover, sowie Diatomerde aus dem Isolierbetrieb des Ammoniakwerkes benutzt, welche letztere durch Absieben auf einem 400 er bzw. 6700er Maschensieb von den größten und feinsten Teilchen befreit worden war.

c) Filterleistung:

An Versuchen wurden mit diesem Filter lediglich solche zur Prüfung der Leistung gemacht, während auf Auswaschung des Filterkuchens verzichtet wurde. Folgende Tabelle ergibt einen Überblick über die Ergebnisse. In der letzten Spalte sind die Filterleistungen angegeben, welche Entschlammungen von ähnlicher Filtrierfähigkeit auf dem Wolf-Filter bei 140 bis 150° Filtriertemperatur schätzungsweise ergeben hätten.

Tabelle 5

Ver- such Nr.	Filterzeit der Ent- schlammung (Standard- Methode)	Filterhilfe	Temperatur °C	Ver- suchs- dauer Std.	Festst. i. Fil- trat%	Filter- leistg. kg/m ² /h	Leistg. a.d. Wolf- Filter (geschätzt kg/m ² /h)
1	-	} Kieselgur Nr. 70 S	145-150	10	2,0	38	-
2	-		160-165	10	1,8	32	-
3	17 Minuten		170-175	10	0,5-1,3	40	75
4	8 "	} Diatomiter- de gesiebt	170	11	1,0	66	100
5	10 "		170-175	5	0,5	58	90

Die Leistung des Dorrfilters erschien also wesentlich niedriger, trotz höherer Filtertemperatur, als die des Wolf-Filters. Auch die Filtratreinheit war zum Mindesten nicht besser als die auf dem Wolf-Filter erzielbare. Schließlich war auch die Bedienung nicht so einfach wie auf dem Wolf-Filter, da nach jedem Versuch aus dem Filtertrog die Entschlammung abgelassen und auf die Filtertrommel eine neue Schicht des nicht billigen Filterhilfs aufgebracht werden mußte. Aus diesen Gründen wurden die Versuche mit dem Dorrfilter nicht fortgesetzt.

C. Fortführung der Versuche.

Was die Filterleistung, Filtratreinheit und Güte der Auswaschung anbetrifft, so schneiden die Kerzenfilter günstiger ab als die Drehfilter. Es wäre zu versuchen, die Leistung durch Verwendung von Kerzenmaterial mit größerer Durchlässigkeit (größere Poren; Quarz anstelle von Schamotte-Material, da ersteres nach Angaben der Lieferfirma besonders durchlässig sein soll) noch weiter zu steigern, worunter natürlich die Filtratreinheit nicht allzu stark leiden dürfte. Eine Leistungssteigerung ohne Beeinträchtigung der Filtratreinheit ist von einer Erhöhung der Filtriertemperatur zu erwarten. Die vorhandenen Kerzenfilter würden ohne weiteres Temperaturen bis 300° C aushalten. Ferner könnte die Bedienung vielleicht durch Einbau von automatischen Ventilsteuerungen vereinfacht werden. Bei den Drehfiltern müßte versucht werden, haltbares, insbesondere bei höheren Temperaturen dauerhaftes, Filtermaterial zu verwenden, da höhere Filterleistung auch hier von einer Temperatursteigerung zu erwarten ist. Da in diesem Falle bei Verwendung von Saugfiltern die Verdampfung des Filtrates zu noch stärkeren Unzuträglichkeiten als bisher führen würde, müßte das Schwergewicht der Versuche auf das Imperialfilter verlegt werden, welches unter Druck arbeitet. Schließlich wäre weiter zu versuchen, die Ursachen für die zeitweise schlechte Filtrierbarkeit auch der geschleusten Entschlammung zu ergründen, um alsdann Maßnahmen zu ergreifen, diesen Übelstand zu beseitigen.

Die Leistung des Dorrfilters erschien also wesentlich niedriger, trotz höherer Filtertemperatur, als die des Wolf-Filters. Auch die Filtratreinheit war zum Mindesten nicht besser als die auf dem Wolf-Filter erzielbare. Schließlich war auch die Bedienung nicht so einfach wie auf dem Wolf-Filter, da nach jedem Versuch aus dem Filtertrug die Entschlammung abgelesen und auf die Filtertrommel eine neue Schicht des nicht billigen Filterhilfs aufgebracht werden mußte. Aus diesen Gründen wurden die Versuche mit dem Dorrfilter nicht fortgesetzt.

C. Fortführung der Versuche.

Was die Filterleistung, Filtratreinheit und Güte der Auswaschung anbetrifft, so schneiden die Kerzenfilter günstiger ab als die Drehfilter. Es wäre zu versuchen, die Leistung durch Verwendung von Kerzenmaterial mit größerer Durchlässigkeit (größere Poren; Quarz anstelle von Schamotte-Material, da ersteres nach Angaben der Lieferfirma besonders durchlässig sein soll) noch weiter zu steigern, worunter natürlich die Filtratreinheit nicht allzu stark leiden dürfte. Eine Leistungssteigerung ohne Beeinträchtigung der Filtratreinheit ist von einer Erhöhung der Filtriertemperatur zu erwarten. Die vorhandenen Kerzenfilter würden ohne weiteres Temperaturen bis 300° C aushalten. Ferner könnte die Bedienung vielleicht durch Einbau von automatischen Ventilsteuerungen vereinfacht werden. Bei den Drehfiltern müßte versucht werden, haltbares, insbesondere bei höheren Temperaturen dauerhaftes, Filtermaterial zu verwenden, da höhere Filterleistung auch hier von einer Temperatursteigerung zu erwarten ist. Da in diesem Falle bei Verwendung von Saugfiltern die Verdampfung des Filtrates zu nach stärkeren Unzuträglichkeiten als bisher führen würde, müßte das Schwergewicht der Versuche auf das Imperialfilter verlegt werden, welches unter Druck arbeitet. Schließlich wäre weiter zu versuchen, die Ursachen für die zeitweise schlechte Filtrierbarkeit auch der geschleusten Entschlammung zu ergründen, um alsdann Maßnahmen zu ergreifen, diesen Übelstand zu beseitigen.

Im Vergleich zur Braunkohlenextraktion waren die auf Feststoff bezogenen Filterleistungen bei der Entschlammungsfiltration auf Kerzenfilter besser: 250 kg/m²/h Filterleistung für Braunkohlenextraktions-Behälter mit 10% Feststoffgehalt (vergl. Bericht Dr. Frichmelt über den Extraktions - Großversuch) ergibt 25 kg filtrierten Feststoff pro m² und Stunde, während 130 kg / m² / h filtrierte Entschlammung mit 30% Feststoffgehalt 39 kg filtrierten Feststoff entsprechen.

Die Entschlammungsfiltrationsversuche sollen fortgesetzt werden, insbesondere mit dem Ziel höherer und gleichmäßigerer Filterleistungen.

Leumann

00000914

Ammoniakwerk Merseburg
Gesellschaft mit beschränkter Haftung
Haupt-Berichte-Sammlung
Referate-Büro

Vertraulich!

Bag Target
3043 - 30/4.02

Hydro
30/4.02

Bericht Nr.: 696 /
Datum: 15.3.1940
Betrieb: Hydrierung Niederdruck

Überschrift: Das Anfahren der Propan-Entparaffinierungs-
anlage Me 944.

Verfasser: Deiters

Bag Target
3043 - 0/4.02

Exemplar 1

Zurück an Referate-Büro
Me 24

00000915

Hydrierung - Niederdruck
+++++

Das Einfahren der Propan-Entparaffinierungsanlage Me 944

Bearbeiter: Br. Deiters

Leuna Werke, den 15. März 1940
Ob.

Die für die Entparaffinierung von 1,5 stuto T.T.H.-Rückstand mit Propan vorgesehene Versuchsanlage Me 944 wurde auf Grund der bisher in der Literatur veröffentlichten Berichte in den Jahren 1938/39 erbaut. Da über die Verarbeitung eines Paraffins von der Struktur, wie es im T.T.H.-Produkt vorliegt, lediglich kleintechnische Versuche in Ludwigshafen und Leuna ausgeführt worden waren, mußte bezüglich der speziellen technischen Anforderungen auf diese in der Literatur mitgeteilten Erfahrungen zurückgegriffen werden, obgleich sie sich auf die Verarbeitung von Erdölprodukten beziehen.

Im vorliegenden Bericht sind die beim Anfahren der Anlage mit T.T.H.-Rückstand gesammelten Erfahrungen - nach Verarbeitungsstufen geordnet - zusammengestellt. Darunter befinden sich einige Angaben, die auf den ersten Blick trivial erscheinen mögen, auf die aber trotzdem nicht eindringlich genug hingewiesen werden kann, da infolge der Empfindlichkeit des Verfahrens ihre Nichtbeachtung zu zeitraubenden und kostspieligen Störungen führen kann.

Der Übersicht halber wird unterschieden zwischen prinzipiellen Erkenntnissen d.h. solchen die für den Bau und das Anfahren neuer Werke von Wichtigkeit sind und speziellen Abänderungen, die im wesentlichen durch die in der Leuna-Anlage gegebenen Voraussetzungen bedingt waren. In der laufenden Nummerierung wurden die ersteren durch römische und die letzteren durch arabische Zahlen gekennzeichnet.

Vorbereitungen.

Jeder Apparat wurde mit dem zum Abpressen eingefüllten Mittelöl nach Anbringung von Hilfsleitungen durch die dazugehörigen Pumpen im Kreis gefahren. Dabei wurde unter Berücksichtigung der spezifischen Gewichte die Leistung der Pumpen und Motoren geprüft. Ferner wurden die Standmessungen und Regler unter Anwendung von Stickstoff als Sprudelgas in Betrieb genommen. Die festgestellten Mängel und Undichtigkeiten wurden nach Entleerung der Anlage während einer eingelegten Reparaturperiode beseitigt.

Am 1. Juni 1939 wurden einige m³ flüssiges Propan aufgenommen und von Behälter zu Behälter gepumpt um ohne großes Risiko die Propandichtigkeit der Apparate, Leitungen und Pumpen zu prüfen.

Vor Aufnahme von T.T.H.-Rückstand wurde eine Modell-Periode mit Schmieröl gefahren. Unter Umgehung der Filter und Rückführung beider Produkte durch Hilfsleitungen wurde der gesamte Prozeß vorschriftsmäßig durchgeführt, wobei die Anlage naturgemäß in 2 Kreisläufe aufgeteilt werden mußte

- 1.) Wärmepropantank und Rückstandstank, Lösungsturm, Kühlturm, Filterturm, Filterbehälter, Öldestillation und zurück über den Kompressor in die Tanks.

Als Hilfsuntersuchung zu dieser Prüfungsmethode diente die Beobachtung der Lösung durch ein Schauglas. Auftretende Trübungen sind als Anzeichen für Mängel in der Herstellung der Lösung zu betrachten, jedoch erwies sich in einigen Fällen dieses Kriterium als nicht stichhaltig.

Während für die Förderung des Propans eine Kreiselpumpe eingebaut war, wurde der Rückstand durch eine Dampfkolbenpumpe eingespritzt. Die Folge war, daß durch die ungedämpften Stöße der Kolbenpumpe der Rückstand schubweise in das Propa hineingedrückt und dementsprechend natürlich das Propan periodisch zurückgedrängt wurde. Das bewirkte außer einer empfindlichen Störung der Mengenummessung starke periodische Konzentrationschwankungen in der Mischung. Diese Inhomogenität ließ sich natürlich nicht durch eine Mischdüse, sondern nur durch einen Mischer größerer Kapazität, wie ihn ein Turm mit Umlaufpumpe darstellt, ausgleichen. Die Schwankungen in der Mengenummessung wurden dadurch auf ein unschädliches Maß reduziert, daß die Kolbenpumpe mit einem Kreislauf versehen und der Windkessel mit Stickstoff als Puffergas gefüllt wurde.

I Auch für die Propanpumpe erwies sich der Einbau eines Kreislaufes als notwendig, da sie bei Förderung geringer Flüssiggasmengen anscheinend infolge thermischer Einflüsse leicht abriß. Da es nach derartigen Unterbrechungen Schwierigkeiten bereitet, die Pumpe sofort wieder anzufahren, entstanden Inhomogenitäten in der Lösung, die zur Störung der gesamten Produktion führen konnten. Dagegen konnte jede beliebige Förderleistung mit Sicherheit eingehalten werden, wenn gleichzeitig ein gewisser Teil des Propans im Kreislauf umgepumpt wurde.

Besonders nützlich erwiesen sich die Kreisläufe beider Pumpen beim Anfahren. Die Pumpen wurden vorher im Kreislauf auf die erforderliche Leistung eingestellt und erst bei störungsfreiem Lauf auf Produktion umgeschaltet.

Der trotz aller Vorsichtsmaßnahmen immer noch mögliche Ausfall der Propanpumpe zieht eine zweite Störung mit unangenehmen Folgen nach sich. In dem Augenblick des Versagens der Propanförderung drückt die Kolbenpumpe mit 28 atü den Rückstand in das Propan zurück, da dieses nur 12 atü Vor- druck hat. Durch den in den Meßweg und den Propantank eindringenden Rück- stand wird das Propan für den Betrieb unbrauchbar und muß undestilliert werden, bis der Tank wieder einwandfrei sauber ist. Diese Störung führt also zu einer Abstellung des gesamten Betriebes. Daher ist in die Propanleitung vor der Zusammenführung mit dem Rückstand ein Rückschlagventil einzubauen.

Um den Bedienungspersonal die Handhabung einer einwirkenden Maschine zu erleichtern ist es wichtig, daß die beiden Produkte direkt an der Waage durch Feinregulierventile eingestellt werden können. Die Bedienung durch Fernsteuerung an Hand einer elektrisch übertragenen Messung Anzeigers hat sich aus folgenden Gründen als ungeeignet erwiesen:

- 1.) Infolge des hohen Grades in den Übertragungsstufen war eine Feinregulierung unmöglich;
- 2.) Ein konstantes Fahren (sogen. "Eisbahnfahren") kann stets leichter und sicherer unter Beobachtung des Ausgangsdiagramms als das Anzeigen eines M.V.-Motors durchgeführt werden.

Bei Untersuchung der ersten betrieblich hergestellten Chargen ergab sich folgender Befund. Aus den Lösungen, die nach Abkühlung im Versuchesfilter ein negatives Resultat lieferten, entstand ein tadelloser filtrierter Gemisch, wenn sie vor dem Kristallisationsprozeß noch einmal 1 Stunde/70° erwärmt wurden. Die schlechte Qualität mußte also auf einen Fehler zurückzuführen sein, der bei der Herstellung der Lösung unterlaufen war. Daß tatsächlich eine mangelhafte Lösung stattfand bewies auch die Beobachtung im Schmelzglas, das Gemisch nur nach Beendigung des Löseungsprozesses noch stark gebräunt war. Wie die systematischen Untersuchungen ergaben, mußten für diesen Fehler folgende Ursachen in Betracht gezogen werden: mangelhafte Verweilzeit bei 70°, ungenügende Durchmischung, falsche Zuschickung der Filterhilfe, ungenügende Netzversorgung des Tropens und Abschreckung der Lösung durch zu starke Wasserdampfbildung. Da aus betrieblichen Gründen diese Einflüsse nicht einzeln und unabhängig voneinander geändert werden konnten, läßt sich kein endgültiger Urteil darüber abgegeben, welche der untergeordneten Einwirkungen maßgeblich ursächlich ist für die einwandfreie Durchführung dieses empfindlichen Prozesses.

Es kann jedoch mit ziemlicher Sicherheit gesagt werden, daß nicht nur eine Komponente, sondern mehrere in gekoppelter Wirksamkeit die Filtrationseigenschaft des Produktgemisches bestimmen.

Verweilzeit und Aufheizungszeit

Durch Temperaturmessungen in der Aufheizstrecke wurde festgestellt, daß der Rührer in dem Mischer über gerade die erforderliche Temperatur von 70° erreicht wurde. Das Gemisch war, trotz Verlassen des gemeinsamen Aufheizers noch kochend und es war nicht abzusehen, daß der kurze Aufenthalt im Mischer zur Herstellung einer einwandfreien Lösung genügen würde. Die Verweilzeit in der Aufheiz- und Mischapparatur wurde bei einem Durchsatz von 1,5 m³/h Gemisch zu 1 Minute rechnet, während in dem für Kleinversuche vorgesehenen Löseungsgefäß, in dem die Mischung von Hand gerührt wurde, etwa

30 min. zur Herstellung einer brauchbaren Lösung nötig waren. Obgleich diese lange Aufheizzeit vermutlich im wesentlichen deswegen nötig war, weil die Wärmelieferung im Kippfilter sehr ungünstig war, darf doch auf Grund dieser Beobachtungen überschlägig geschätzt werden. In der Annahme, daß der Misch- und somit auch der Lösungsvorgang in der technischen Apparatur wesentlich wirkungsvoller verlief, wurde die Verweilzeit auf das 15 fache erhöht. (Wie spätere Versuche ergaben, war diese Zeit jedoch unnötig hoch gewählt worden.) Durch diese apparative Änderung ergab sich gleichzeitig die Notwendigkeit, die Produkte getrennt auf 70° vorzuheizen.

IV Durchmischung.

Um den Auflösungsprozess durch eine gute Durchmischung zu unterstützen, wurde zusätzlich ein aus Kreislaufpumpe und Turm mit Mischdüse bestehendes Mischaggregat eingebaut, durch das außerdem die bereits erwähnte Ungleichförmigkeit der Kolbenpumpe ausgeglichen wurde.

V Paraffin-Zemischung.

Paraffin wurde als 15 %ige Lösung in Spindelöl angewandt und dem Rückstand in einer Konzentration von 0,5% zugemischt. Bei den ersten Versuchsperioden wurde die Paraffinlösung kurz vor der Vereinigung mit Propan in den Rückstand eingespritzt. Da auf Grund geringer Auflösungsgeschwindigkeit des Paraffin anzunehmen ist, daß keine einwandfreie Auflösung eintrat, wurden Rückstand und Filterhilfe in einem besonderen Behälter chargenweise bei 100° unter intensivem Umpumpen vermischt und erst dann über den Rückstandstank in den Betrieb übernommen.

VI Wassergehalt.

Es wurde festgestellt, daß sich aus einem wasserhaltigen Gemisch keine brauchbare Lösung herstellen läßt. Auf Grund der Beobachtung, daß eine derartige Lösung trübe erscheint, muß angenommen werden, daß das Wasser nicht erst infolge der Bildung von Hydratkristallen im Verlauf der Kühlung die Filtration stört, sondern daß es bereits durch Löslichkeitsbeeinflussung die Herstellung einer einwandfreien Lösung verhindert; jedoch konnte die Richtigkeit dieser Annahme bisher nicht einwandfrei bewiesen werden. Wasser kann auf 3 Wegen in die Anlage gelangen, im Rückstand im Frischpropan oder in dem Rückpropan, das in den Niederdruckkolonnen mit Dampf angetrieben wurde. Es wurden deshalb Wasserabstreifer am Rückstands- und am Wärmepropantank und Chlorkalziumtürme in die Leitungen des Frischpropans und der Abgase der Niederdruck-Entpropanisierung eingebaut.

Da die Wasserdampfabcheidung aus dem Kompressor im Tank selber erfolgen mußte, wurde ein Rückleitungsregler, aus dem ursprünglich das Propan in die Flüssigkeit einströmte, mit einer Erhitzer gegen die Wand geführt, um die Abkühlung zu verhindern und die Wiederaufwirbelung des abgesetzten Wassers zu verhindern. Der an der höchsten Stelle des Propanzuges angebrachte Abscheider ist nur Schutz gegen Frost zu behelfen. Da die Gefahr bestand, daß auch in den Rückleitungs-Tank Feuchtigkeit durch die Abgasleitung einströmte, wurde in diese ebenfalls ein Abscheider und ein Chlorkaliumturm eingeschaltet. Die Abgasleitung ist außerdem zur Vermeidung von Verstopfungen, vor Tank bis zum Abscheider zu behelfen.

Es konnte noch nicht festgestellt werden, bis zu welchem Grade die Entzuckerung des Propan durchgeföhrt werden muß. Jedenfalls wurde beachtet, daß die Abcheidung eine vollständige Trocknung genügt, wenn die Lufttemperatur unter 0° sinkt. Außerdem muß angenommen werden, daß der Trocknungseffekt in den Chlorkaliumtürmen nur gering war, da in Gasphase gearbeitet wurde. Die bisherigen Versuche gestatten somit keine endgültigen Angaben über die Grenze des zulässigen Wassergehaltes.

VII Abkühlung beim Vorhüllen.

Die 70° warme Lösung wird durch einen Wasserkühler auf etwa 30° vorhüllt und anschließend durch die Druckkettenspannung in den Vorwärmungsraum zu fließen. Wird diese Abkühlung nicht mit der nötigen Sorgfalt auszuführen, wird die Lösung für die Anschlammung eines filterbaren Paraffins infolge von "abgeschilling" unbrauchbar. Das heißt, wenn die Lösung durch zu kaltes Kühlwasser litt, oder in ihrer Gesamtheit plötzlich unter 37° abgeschreckt wird, scheiden sich Paraffinsäure aus, die auf die Ausbildung eines filterbaren Kristallbreies störend wirken.

Tiefkühlung

Der Ablauf des Kühlprozesses sollte ursprünglich mittels eines Programmreglers gesteuert werden. Hierbei sollte der Druck der Anlage in linearem Verlauf in etwa 90 Min. vom Maximalwert bis zum Minimalwert herab geregelt werden. Bei dieser Art der Regelung wurde aus dem Turm die Gasmenge lediglich in Hinblick auf die Druckverhältnisse des Turmes entspannt. Es kam daher oft vor, daß mehr Gas entspannt wurde, als der Kompressor verarbeiten konnte, die Folge davon waren unzulässige Drucksteigerungen in der Kompressorsaugleitung.

Aus diesen Gründen kann man von dem Prinzip des Programmreglers ab-

Das Entspannungsventil in der Gasabgangsleitung des Kühlturms wurde nun nicht mehr von dem Druck des Kühlturms gesteuert, sondern von dem Druck in der Kompressor-Saugleitung. Dabei wurde die Dauer der Kühlperiode durch die jeweilige Leistung des Kompressors bestimmt, d.h. durch die Drehzahl. Besondere Sorgfalt mußte nun nur noch beim Anfahren des Reglers geübt werden, damit nicht bei plötzlichen Öffnen des Regulierventils zu viel Gas in die Saugleitung einströmte. Dieser Fehler kann entweder durch vorsichtiges Öffnen des Handventils vor dem Regulierventil oder durch Einstellung des Steuerdruckes über der Membrane mittels Betätigung der Soll-einstellung des Reglers vermieden werden.

Die gleichen Entspannungsregler wurden in die Leitungen des Kaltpropan- und des Filterturms eingebaut. Da aber infolge dieser Anordnung alle drei Regler nach dem gleichen Druck in der Saugleitung betätigt wurden, erfolgte bei gleichzeitiger Kühlung mehrerer Türme die Gasentspannung der Türme je nach der Charakteristik des Druckreglers und ließ sich schwerer beherrschen. In Zukunft soll daher der Regler für den Kühlturm so abgeändert werden, daß das Entspannungsventil von der Entspannungswaage aus betätigt wird. D.h. es wird auch konstanter Entspannungsgasrange geregelt. Die Entspannung des Kaltpropan und Filterturms aber wird auch weiterhin in Abhängigkeit vom Druck der Saugleitung vorgenommen. Die beschriebene Lösung des Regulierproblems ist natürlich nur auf die kleine Versuchsanlage mit verhältnismäßig kleinen Saugleitungsvolumen und kleiner Kompressorleistung zugeschnitten.

Kaltpropanabfuhrung

Das zu kühlende Propan wird entsprechend dem Bedarf laufend aus dem Wärmehaushalt in den Kaltpropantank hindergedrückt. Da alle Anzeichen dafür sprachen, daß bei hoher Belastung der Anlage Flüssigpropan von dem Gas im Kaltpropantank mitgezogen wurde, wurde der Zugangsventil für Flüssigpropan, das direkt neben dem Gasabgangsventil eingeführt ist, um ein 3-a-langes Flächrohr verlagert. Jedoch konnte durch diese Änderung die Schwierigkeit nicht gänzlich beseitigt werden. Es ist anzunehmen, daß ein Teil des Flüssigpropanes dadurch in die Saugleitung mitgezogen wird, daß das infolge der Auskühlung des Vorläuf-Rohrstranges vor dem Kaltpropan-tank entstehende Flüssigpropan bei der plötzlichen Verdampfung und Entspannung Nebel bildet.

Um ein regelmäßiges Laufen der Kaltpropanpumpen und eine gleichmäßige Temperatur zu gewährleisten, ferner um Druckschwankungen bei starken Änderungen der abgenommene Menge zu verhindern, wurden diese Pumpen generell mit einem zusätzlichen Kreislauf betrieben.

Wie die Erfahrungen gezeigt haben, führt Propan, das mit Paraffin ver-
 unreinigt ist, zu den unangenehmsten Betriebsstörungen. Es ist daher unbe-
 dingt erforderlich, das kondensierte Propan vor seiner Wiedereinführung
 in den Propan-Dimerisations-Kontrolle zu unterziehen. Das geschieht
 durch ein Schlangensystem in den Kreislauf des Kaltpropanturmes eingebaut
 wurde. Die Durchführung einer gleichartigen Kontrolle am Warmpropantank
 ist zu empfehlen. Da trübes Propan sowohl als Ergänzungspropan im Kühl-
 propan als auch als Waschpropan bei der Filtration als auch bei der Erzeugung
 von Blausäure störend wirkt, muß beim Auftreten einer Trübung sofort der
 gesamte Propan-Unterdruck unterbrochen werden, bis das Propan und sämtliche Behälter
 und Rohr durch Umkühlverfahren wieder vollständig gereinigt sind.

Die Überführung der fertig gekühlten Charge in den Filterturm wurde
 gemäß der Vorschrift mit Druckgas von 2 Atü ausgeführt. Ein schädigender
 Einfluß des warmen, kondensierten Gases nach Art des "flash chilling"
 konnte dabei nicht beobachtet werden. Die Beendigung der Überführung
 konnte am beginnenden Druckanstieg im Filterturm infolge des durchschla-
 genden Gases beobachtet werden. Eine deutlichere und frühzeitiger auftre-
 tende Anzeige ergab sich jedoch aus einem glücklichen Abfall der Stand-
 messungsergebnisse des Filterturmes, die durch das Durchschlagen der ersten
 Gasmenge bewirkt wurde.

Die Abstandsrisse zwischen den Türmen (in jeder Leitung 2) müssen
 dicht an den Türmen angebracht sein, damit kein Produktgemisch in den Lei-
 tungen stehen bleiben kann, aus dem sich beim Abgasen/absatz ^{Festes} festes
 Boden des Kühl- und des Filterturmes eingebauten Rührer bei den ersten Fahr-
 perioden mit Propan leitlos wurden. Öler-Pumpen angeschlossen, die län-
 gere Zeit mit Spindelöl in Betrieb waren. Später stellte sich heraus, daß
 beim Verarbeiten von Propan-Rückstand-Gemisch eine merkliche Ölung
 überflüssig ist, die Rührer wurden nach längerer Betriebszeit mit Rück-
 stand ohne Schmierung von selber dicht.
 Eine Betriebsstörung an dem Rührer des Kühlturmes wurde dadurch verursacht,
 daß aus der Stopfbüchse (Monopolschnur) auslaufendes Öl durch das undich-
 te Gehäuse auf den Motor gelangte, die Wicklung verschmierte und infolge-
 dessen zerstörte.

XI

Absitzen des Paraffins.

Das durch Tiefkühlung aus Propanlösung ausgefällte T.T.H.-Paraffin
 neigt zum schnellen Absitzen. Die Folge davon ist, daß sich in einer
 Charge, die ohne intensive Bewegung im Filterturm aufbewahrt wird, trotz

des Bodenkratzers außerordentlich schnell ein Konzentrationsgefälle einstellt, sodaß der Paraffingehalt einer jeden Charge während ihrer Filtration stark absinkt. Aus diesem Grunde wurde an den Filterturm ein Kreislauf angeschlossen, durch den der Inhalt zur Aufrechterhaltung einer einheitlichen Konzentration dauernd umgepumpt wird.

An der Abgangslitung vom Filterturm wurde zwischen Turm und Pumpe ein Kaltpropanschluß angebracht, durch den die Pumpen und der Weg zum Filter vorgekühlt und gespült werden können.

Zerschlagung des Paraffins.

Durch die Förderung mit Hilfe einer mehrstufigen Kreiselpumpe mit 1500 Umdrehungen wurde die Struktur des Paraffins zerstört, d. h. das Produkt konnte nicht mehr filtriert werden. Nach dem Ersatz durch eine Kolbenpumpe blieb die Güte des geförderten Gemisches unverändert. Bei der Förderung durch einstufige Kreiselpumpe mit 3000 Umdrehungen konnte keine Schädigung des Paraffins festgestellt werden.

Abfall-Chargen.

Zum Aufarbeiten unbrauchbarer Chargen dient während des Betriebes der Slop-Behälter und außerhalb dieser Zeit die Entpropanisierungsanlage. Die Entleerung eines Filterinhaltes geschah immer auf direktem Wege in den Slop-Behälter; war dagegen der Inhalt des Filterturmes aufzuarbeiten, so dienten zu diesem Zweck die Entpropanisierungskolonnen, da die Filtration dann sowieso abgestellt werden mußte.

Es empfiehlt sich zum Zwecke der Aufarbeitung von Abfallchargen oder verunreinigten Propan in der Verbindung der Türme Ausweichmöglichkeiten vorzusehen.

Filtration.

Vor jedem Anfahren der Filter wurde die Charge in 2 Kleinversuchen geprüft; ergaben beide einwandfreie Ergebnisse, so wurde das Filter beschickt.

Temperatur.

Von ausschlaggebender Bedeutung für die Güte einer Filtration ist die Temperatur des Filtrates. Infolgedessen ist eine möglichst einseitige Kontrolle der Temperaturen erforderlich. Im laufenden Betrieb genügt die Messung im Sumpf, da bei eingestelltem Temperaturgleichgewicht wesentliche Änderungen nur durch das eingespritzte Produkt hervorgerufen werden können, beim Vorwärmen sind jedoch außerdem 2 weitere Temperaturen zu beachten. Die

00000925

10

Wird in Gasraum ist zwar relativ zu hoch, da die beim Verkohlen
tiefere Temperatur Propandruckverhältnisse noch beträchtlich über der Temperatur
des Gasraums bleibt jedoch ergibt sich Einstellung auf einen konstanten Wert
an das das Filter sich unter diesen Umständen im Gleichgewicht befindet. Hat
sich der Manteltemperatur einen konstanten Wert erreicht, gibt es keine weitere
Abkühlung im Filter, wenn möglich so ist das Filter zum Anfahren bereit.
Vorbereitung zum Anfahren:

Die Vorbereitung des Filters wird folgendermaßen ausgeführt:

Der Vorwärmung der Leitung wird eine kleine Menge Kaltpropan in das Filter
geschickert und sofort wieder in den Stop-Behälter abgezogen. Dann wird Kalt-
propan, das zuvor vorher auf einen Reaktor gepumpt wurde in solcher Menge in
das Filtergehäuse eingefüllt, daß das Tuch noch nicht berührt wird und auf
diesem Stand gehalten. Unter starkem Absaugen des Propan wird die Trommel
Propan rechtswoher nach jeder halben Stunde etwa 7 Minuten lang warmes
Propan durch das Tuchgedrückt wird. Wenn im Gasraum eine Temperatur von
-10°C erreicht ist, wird das Flüssigpropan abgeteilt und der Flüssigpropanstand
nach vorheriger Entleerung in den Stop-Behälter auf 80 mm aufgefüllt. In die-
sem Zustand wird durch starkes Saugen weitergekühlt bis Gasraum und Mantel
konstante Temperatur erreicht haben.

Vom Beginn der Filtration wird zur Kühlung der Leitungen der größte Teil
des Kaltpropan durch das Tuch abgedrückt und der Rest in den Stop-
Behälter abgezogen. Von den Einspritzern wird ein kleiner Teil des Gasraumes
an Filter vorbei in den Stop-Behälter gepumpt, um Störungen durch evtl. in
den Leitungen vorhandenes, veräolertes Produkt zu vermeiden.

Die Konstanz der Filtertemperatur ist an einem gewissen Durchsatz gebun-
den.

Da die Stände in den Filtern von Hand reguliert werden müssen, werden die
Standmesswiringanschlüsse an den Pumpenbedienungsgastank verlegt.

Rührung:

Wie bereits erwähnt wurde, hat das TH-Paraffin die Eigenart, sich infolge
seiner groben Struktur schnell abzusetzen. Die Ursache hiervon war, daß das in
der Filterwand stehende Produkt trotz dauernder Einspritzströmung zu Boden
sank und daß die darüber stehende Öllösung ohne Kuchentbildung durch das
Filter abließ. Zum Rühren war zwar eine Verteilerleitung für Propan als
Sprudelgas eingebaut, jedoch war infolge der Kondensationsgeschwindigkeit
schon zur Erzielung einer geringfügigen Durchmischung eine derart große
Propanmenge erforderlich, daß eine starke Erwärmung des Filters eintrat.

Das Paraffin setzte sich als feste Masse am Boden ab und konnte nur durch Öffnen des Filters entfernt werden. Da der Einbau einer hölzernen Verdünnung (mit 15 mm Spielraum gegenüber der Trommel), über den das eingespritzte Produkt in guter Verteilung hinwegfloß, infolge einer Fehlbeurteilung nicht zu dem gewünschten Ziel führte wurden beide Filter mit Rührwerken versehen.

Diese bestanden aus 9 ineinandergreifenden Hausradschnecken, die in der Längsrichtung angeordnet in Hartholzlagern ruhten und von der Stirnseite her angetrieben wurden. Der Einbau führte zu dem gewünschten Erfolg. Außerdem wurde über der Einspritzöffnung ein Prallblech angebracht, da durch die Strömung des eingespritzten Produktes ein Teil des Kuchens von Tuch wieder abgewaschen wurde.

Art des Kuchens.

Es wurde beobachtet, daß die Form des Kuchens von der Verdünnung des Gemisches abhängt. Während sich aus einem konzentrierten Schlamm (z.B. 1:5) ein gleichmäßiger Kuchen bildet, der das Tuch vollkommen bedeckt, setzen sich bei der Filtration einer verdünnten Mischung (z.B. 1:4) nur inselartige Kuchenstücke ab, wobei die übrigen Stellen des Tuches frei bleiben. Bei gleichmäßiger Verteilung war der gute Kuchen schon kurz nach Verlassen des Sumpfes von Rissen durchzogen.

Verschmutztes Filtertuch

Wenn sich eine Versetzung des Filtertuches durch steigenden Differenzdruck oder sinkende Leistung anzeigt, so ist der Versuch zwecklos, den Betrieb durch erhöhten Differenzdruck oder verstärkte Befeuung des Blasegases wieder zur normalen Leistung zurückzuführen. Das ist bisher in keinem Falle gelungen. Das Filtertuch muß erwärmt und mit Waschöl gereinigt werden.

Das hierzu dienende Produkt P 542 wird zu diesem Zweck auf etwa 60° vorgewärmt und durch den Steuerkopf in die Filtertrommel hineingepumpt. Dabei wird im Gehäuse ein Sumpf gehalten in den das Tuch eintaucht. Die Wäsche erfolgt also entgegenge setzt zur Filtrationsrichtung, wobei das Tuch zur Erhöhung der Waschwirkung auf dem Wege über die Blasegasleytung mit Stickstoff ausgeblasen wird. Die Temperatur des ablaufenden Öles soll nicht über 50° steigen, da sonst die Kälteisolierung leidet. Es empfiehlt sich, die einzelnen Waschölpotionen nicht im Kreis, sondern immer nur im geraden Durchgang zu fahren. Da in Me 942 eine Destillationsanlage für Dichloräthan zur Verfügung stand, wurde während der Anfahrzeit, in der die Reinigung des Öftens durchgeführt werden mußte, der Einfachheit halber mit Dichloräthan gewaschen.

Trübes Waschpropan.

Verschiedene Störungen des Betriebes wurden dadurch verursacht, daß das Propan durch Rückstand verschmutzt war. Das Propan erscheint in diesem Zustand trübe, es darf dann ohne vorhergehende Reinigung durch Destillation nicht in den Prozeß eingesetzt werden. Es stört (in Form von Kaltpropan) bei der Kühlung der Charge als Ergänzungspropan, beim Vorkühlen der Filter und bei der Verwendung als Wasch- und Spülpropan in den Filtern. Als Warmpropan kann es beim Einsatz in den Blasegaserzeuger Schaden anrichten, da es u.U. vom Blasegas mitgerissen werden kann.

Beim Auftreten von Trübungen im Propan ist sofort der Betrieb abzustellen und das gesamte Propan unzedestillieren, bis es wieder einwandfrei klar erscheint. Ein Redestillieren des gesamten Propanes ist in solchen Fällen unbedingt erforderlich, da hierdurch gleichzeitig eine Reinigung der ebenfalls verschmutzten Rohrleitungen und Behälter erfolgt. Zur Feststellung des Ausmaßes derartiger Verschmutzungen ist es von großem Nutzen, an allen Leitungen, die einer Gefahr der Verschmutzung überhaupt ausgesetzt sind, in ausreichendem Maße Abscheider und Probestutzen anzubringen. Zu diesen Leitungen gehören besonders sämtliche Saug- und Druckleitungen der Kompressoren und die Gasabgangsleitungen der Entpropanisierung.

Filterleistung.

Bei einwandfreiem Zustand des Filtertuches konnte die Soll-Leistung der Filter = 100 ltr/m²/h leicht erreicht werden. Die Begrenzung des Gesamtdurchsatzes der Anlage war nicht durch die Filtrationsstufe, sondern durch die Entpropanisierung gegeben. Wenn die Filter ohne Störung angefahren waren, d.h. wenn die Eigenschaft des Tuches so war, daß sich gleich zu Anfang ein guter Kuchen bildete, ließ sich der Filtrationsbetrieb ohne Schwierigkeiten durchhalten, sofern nicht durch einen anderen Teil der Anlage eine Störung herbeigetragen wurde. Umstände, die zur Abstellung des glatt laufenden Betriebes zwangen, waren bisher nie primär auf eine Verschlechterung der Filtration selber, sondern stets auf irgendwelche Störungen in der übrigen Anlage zurückzuführen.

Nachdem durch längeres Fahren alle Leitungen und Behälter der Anlage genügend durchgespült worden waren, stellte sich eine konstante Güte der Produkte ein. Die Mittelwerte der bei einem 3tägigen Versuch gewonnenen Produkte waren: Stockpunkt des Rohöles = -6°, Dichte des Paraffins (70°) = 0,785. Da diese Produkte ohne Wasche des Kuchens mit Propan hergestellt wurden, konnten die in Kleinversuchen erhaltenen Resultate noch nicht reproduziert werden.

Paraffinabgang.

Besondere Schwierigkeiten bereitete, wie zu erwarten war, die gleichmäßige Förderung des Paraffinschlammes vom Filter 2 zur Entpropanisierung. Durch die Neigung des TTH-Paraffins zum schnellen Absitzen ist die grundlegende Bedingung gegeben, daß der Schlamm dauernd in Bewegung gehalten werden muß, entweder durch Strömung oder durch Rührung. Die zur Förderung des angemischten Paraffins vorgesehenen Zahnradpumpen eigneten sich nicht für diesen Zweck, wie in Kapitel "Pumpen" noch besprochen werden soll. Sie wurden durch einstufige Kreiselpumpen ersetzt, die den Schlamm der Saugseite der Kolbenpumpen zuführen.

Sowohl zur Einspritzung in Filter II als auch zur Beschickung der Entpropanisierung wurden Kolbenpumpen betrieben. Die Filter-Einspritzpumpe, die nur gegen einen Druck von 0,5 atü zu schaffen hatte, arbeitete störungsfrei, da ihre Förderung mit Hilfe eines Anmischbehälters konstant gehalten wurde. Dagegen bereitete der Betrieb der Destillations-Einspritzpumpe, die eine Drückdifferenz von etwa 14 atü zu überwinden hatte, dauernd beträchtliche Schwierigkeiten.

Das in der Filterschnecke angemischte Paraffin wurde durch eine Kreiselpumpe in ein Fallrohr befördert, das in die Saugseite der etwa 5 m tiefer stehenden Kolbenpumpe mündete. Da kein Puffergefäß vorgeschaltet war, machte sich jede Unregelmäßigkeit in der Leistung der Filter bzw. in der Förderleistung der Pumpe sofort störend bemerkbar. Die Pumpe riß bei Absinken des Standes im Fallrohr wegen Produktmangels ab und war jedesmal wieder schwer in Gang zu bringen, da sie zum Anfahren einen gewissen Vordruckes bedurfte. Verursacht wurden derartige Stockungen in den meisten Fällen durch Paraffinabstopfungen in oder vor der Fall-Leitung, die auf Paraffinstauungen in der Filterschnecke zurückzuführen waren.

Die Klappenventile dieser Kolbenpumpen wurden leicht durch Paraffin verklebt und blieben dann hängen. Sie mußten daher durch Kugelventile ersetzt werden, doch arbeiten diese nur bei gut angeglichenem Gewicht einwandfrei.

Die beschriebenen Störungen können dadurch vermieden werden, daß ein Kontroll-Instrument für die Strömungsgeschwindigkeit eingebaut wird, z. B. ein in die Fall-Leitung eingeschaltetes Puffergefäß mit Standmessung. Um eine Ablagerung des Paraffins in diesem Gefäß zu verhindern, ist für gute Rührung zu sorgen.

Zum Anfahren der Kolbenpumpen mit kaltem Flüssigpropan wurde an jeder eine Kreislaufleitung angebracht, die jedoch während der Einspritzung in die Destillation geschlossen werden muß, da anderenfalls der Kolonnendruck durch diesen Umgang in das Filter zurückschlägt.

Es ist zu erwägen, ob die Rührung im Zwischengefäß der Destillations-Einspritzpumpe durch einen Kreislauf ersetzt werden kann, der von der Druckseite der Pumpe in das Zwischengefäß zurückzuführen wäre. Allerdings würde hierdurch der Einbau eines Rückschlagventiles in die Einspritzleitung zur Destillation bedingt.

Über dem Abfluß der Austragschnecke der Filter bildete sich einige Male, anscheinend infolge ungleichmäßiger Spülung eine Paraffinbrücke, die durch plötzliches Einbrechen zu Verstopfungen in der Abgangsleitung führte. Über dieser Stelle wurde eine zusätzliche Spüldüse eingebaut, durch die das Hängenbleiben des Paraffins verhindert wird. Zur genaueren Kontrolle des Anmarschvorganges in der Schnecke wurden außerdem Spiegel angebracht.

In der Paraffinablaufleitung müssen alle unnötigen Widerstände durch Krümmen der Ventile und Verengungen vermieden werden. Um den Gefahren durch Verstopfung der Leitungen mit Paraffin vorzubeugen, wäre es zu empfehlen, an jeder Kolbenpumpe zwei Kreisläufe einzubauen: 1.) einen Sicherheitskreislauf mit Überströmventil und 2.) einen willkürlich einstellbaren Kreislauf.

Filtratabläufe.

Beim Bau der Anlage waren die drei Filtratabläufe je eines Filters auf einem geschlossenen Filtratbehälter zusammengeschlossen worden. Da aus gewissen Unregelmäßigkeiten in der Filtration darauf geschlossen werden mußte, daß ein ständiger Druckausgleich zwischen Rein- und Waschnfiltratseite über diesen Behälter eintrat, wurde der Reinfiltratablauf von den beiden Waschnfiltratabgängen getrennt und auf einen mit selbständigem Druckregler versehenen besonderen Filtratbehälter umgeschossen. Ein Beweis für die Richtigkeit dieser Annahme konnte bisher nicht erbracht werden. Jedenfalls müssen die 3 Abläufe bis zur Druckausbildung gegeneinander abgeschiebert werden können.

Die Leitung vom Filtratablauf des Filters I ^{mündete} zunächst von unten in den Boden des Filtratbehälters, sodaß je nach Höhe des Filtratstandes Stauungen infolge des wechselnden Druckes auftraten, die eine genaue Einhaltung der Druckverhältnisse am Filter erschwerten. Dieser Fehler ließ sich durch Umbau der Leitung beheben.

Um eine dauernde Kontrolle über den Verlauf der Filtration, die Güte des Filtrates und den Zustand des Tuches zu ermöglichen, wurden in die Filtratabläufe Schaugläser eingebaut. Bei der Konstruktion dieser Schaugläser ist darauf zu achten, daß der Strahl frei hindurchgeführt wird, ohne daß beispielsweise beim Versprühen des Strahles durch mitgerissenes Gas Tropfen an die Scheibe spritzen, da durch das erstarrende Öl die Scheiben undurchsichtig werden.

In Kleinversuchen wurde festgestellt, daß das von der Firma Dorr gelieferte dicke Filtertuch gegenüber dünnen Tüchern, wie sie z. B. in der Hydrierung Leuna zum Filterverwehen Esser benutzt werden, eine wesentliche Verlängerung der Filterzeit bewirkt ohne diesen Ausgleich durch besondere Vorteile zu bieten.

Standmessung

Die von der Herstellerfirma für die Filter eingebauten Schwimmerstandmessung bewährte sich in dem Paraffinschlamm nicht und wurde durch eine pneumatische Messung ersetzt. Das durch diese Standmessung gesteuerte Reglerventil in der Einspritzleitung mußte außer Betrieb gesetzt werden, nachdem die Einspritzkolbenpumpen durch Kolbenpumpen ersetzt worden waren. Da ein Arbeiten mit Kolbenpumpen gegen das automatische Reglerventil nicht bei geöffnetem Zugang zum Filterturm, eine Gefahrsquelle bedeutete hätte. Die Einspritzung wurde in der Versuchsanlage von Hand reguliert, es empfiehlt sich jedoch, bei den z. Zt. im Bau befindlichen Anlagen zum Zweck der automatischen Standhaltung den Dampf der Einspritzkolbenpumpe durch die Standmessung steuern zu lassen.

Blasgas

Zur Bedrucker des Kuchens von Filtertuch und zur Druckhaltung im Filtergehäuse dient das sogenannte Blasgas. Vorbedingung für eine einwandfreie Filtration ist ein sauberes Blasgas von konstantem Vordruck und möglichst tiefer Temperatur. Zur Erzeugung dieses Gases stand ein isolierter Druckbehälter zur Verfügung, indem durch Verdampfung von flüssigem Propan das Blasgas gebildet werden sollte. Da jedoch keine Heizung vorgesehen war, blieben beim Verdampfen des Propan über 50% als tiefgekühltes Flüssiggas zurück, dessen Dampfdruck natürlich nicht mehr zur Erzeugung der erforderlichen Gasmenge ausreichte. Die Anbringung eines Vorwärmers allein genügt den Anforderungen auch nicht, da das abgehende Gas in diesem Falle zu warm auf das Filter gelangte. Nach mehreren Abänderungen die zu keinen befriedigenden Ziel führten, bewährte sich schließlich die folgende apparative Anordnung:

Wärmes Druckpropan der dritten Kompressorstufe wird zur Befreiung von Maschinöl durch einen Abscheider geleitet und über einen Regler in den eigentlichen Blasgaserzeuger eingeführt. In diesem wird durch Zugabe von Flüssigpropan ein Stand gehalten, durch den das Kompressor gas hindurchperlen muß. Die sich auf diese Weise einstellende Temperatur entspricht dem durch den Regler gehaltenen Blasgasdruck (1,5 bis 2,0 atü). Diese Art der Blasgas erzeugung hat den Vorteil, daß Schmierölreste, die der Abscheider nicht aufgehalten hat, in dem Propanwappf gelöst bleiben. Nach bestimmten Vorschriften wird von diesem Sumpf ein Teil

in den Slop-Behälter abgelassen, um das abgeschiedene Öl zu entfernen.

14 Um das dem Blasegas zur Befeuchtung zugegebene Kaltpropan dosieren zu können, muß in die Zuführungsleitung ein Schauglas eingebaut werden.

XX Druck-Regler-System.

Die zur Aufrechterhaltung der Druckverhältnisse in den Filtern angebrachten automatischen Regler wurden im Verlaufe der Versuche zu folgendem System entwickelt.

Zur Konstanthaltung des absoluten und des Differenzdruckes durch Zuführung eines Hilfsgases, das nur in begrenztem Maße willkürlich eingestellt werden kann, sind an einen Filter 3 Regler nötig.

1.) Der Druck der Saugseite ist gegen den tieferliegenden Saugdruck des Kompressors einzustellen. Diese Regelung ist nötig, da der Kompressor infolge der Vielzahl der angeschlossenen Behälter und der Unregelmäßigkeit der Leistung nie einen einwandfrei konstanten Saugdruck halten kann. Die durchschnittlichen Werte betragen: Saugdruck des Kompressors 0,20, Saugdruck des Filters = 0,25 atü.

2.) Der Druck des Filtergehäuses wird nach unten durch zugeführtes Blasegas begrenzt. Das heißt wenn der erforderliche Druck von z.B. 0,3 atü durch das zum Abblasen des Kuchens dienende Gas nicht gehalten werden kann, so öffnet der Regler eine zusätzliche Blasegaseinführung.

3.) Für den Fall, daß zuviel Blasegas zum Abdrücken des Kuchens nötig ist, d.h. daß der Druck schon durch diese Gasmenge über 0,3 atü erhöht wird, ist ein Reglerventil eingebaut, das das Gehäuse mit der Saugseite des Kompressors verbindet.

Wegen der besseren Übersichtlichkeit und der genaueren Ablesemöglichkeit wurden für die in Frage kommenden Drücke Quecksilber-Schenkel-Manometer angebracht.

Wäsche und Spülung mit Propan.

15 Das Schaber-Spülrohr wurde so eingestellt, daß die Spritzlöcher nach unten auf den Schaber gerichtet sind. Bei Einstellung der Löcher nach oben (der Strahl sollte dadurch fontänenartig verteilt werden) gelang es nicht, eine gleichmäßige Verteilung über die gesamte Länge des Schabers zu erzielen, da auch bei starker Strömung aus einem Teil der Löcher nur Gas austrat.

XVI Die Wäsche mit Hilfe der Schlickdüsen arbeitete sehr unregelmäßig, anscheinend deswegen, weil die außerordentlich empfindlichen Düsen durch die geringsten Verunreinigungen im Waschpropan verstopft oder zumindest verengt wurden. Bei zu scharfer Einstellung des Düsenstrahles wird der

Kuchen vom Tuch abgepült. Da auf einem Speiserohr 10 Düsen angeschlossen sind, wirkt sich 1. bereits ein kleines Druckgefälle bezüglich des Sprühwinkels aus und wird 2. die gleichmäßige Verteilung des Waschpropans illusorisch, wenn infolge von Verengungen irgendwelcher Art nicht alle Düsen den gleichen Querschnitt haben. Es wurde versucht, die Düsen durch vorgeschaltete, auswechselbare Filter gegen Verschmutzung zu schützen.

16

Da der Waschpropan-Verteiler im Filter nicht druckfest gebaut ist, muß das von der Speisepumpe des Kaltpropansturmes auf 18 atü gedrückte Propan auf 3 atü reduziert werden.

XIII

Das im obersten Teil des Filtergebäudes angebrachte Waschrohr, das ebenfalls durch oben angeordnete Löcher das Propan fontänenartig verteilen sollte, wurde mit einem auf der Filtertrommel schleifenden Verteilertuch behängt. Die Wirksamkeit der beiden Waschvorrichtungen konnte noch nicht erprobt werden.

17

Die genaue Einstellung des Spülpropans mit Klingerventilen war unmöglich, da der Durchgang sich aus nicht geklärten Gründen dauernd von selber änderte. Nach dem Einbau von Regulierventilen mit feststehendem Kegel ließ sich die Propanmenge einwandfrei einstellen und konstant halten.

18

Beanspruchung des Filters

Es beobachtet wurde, daß durch Einschlagen der Bleistraifen am Rande der Filtertrommel besonders bei unvorsichtigen Arbeiten das Tuch leicht zerreißt, wurde die Randbefestigung des Filtertuches mit Draht ausgeführt.

19

Kupplung

Die Elastizität der Kupplung bewirkt bei geringer Umdrehungszahl einen ruckweisen Gang der Trommel. Diese Unregelmäßigkeit muß vermieden werden, da hierdurch der an sich schon lockere, missige Kuchen leicht vor Erreichung des Höhepunktes abfällt. Die Firma Dowr ist bereits bei den für Lützkendorf und Zeitz bestellten Filtern von der elastischen zu einer starren Kupplung übergegangen.

20

Filteröler

Als die ~~Öl~~ Ölleitungen allmählich eine Verstopfung ausgehört und gereinigt werden mußten, wurde eine weißstoffartige wasserlösliche Masse gefunden, die anscheinend aus der ausgetrockneten Calciumchloridlauge der Schaugläser stammte. Eine dauernde scharfe Kontrolle sämtlicher Öler ist daher sehr wichtig.

21

Schaber

Da verschiedens Male durch Unregelmäßigkeiten im Filter der Schaber von der Trommel zurückgeworfen wurde, empfiehlt es sich, die zur Einstellung

den Schichten. Hier wurden die vorgeschriebenen Vorarbeiten abgeprüft. Die Firma Dorn hatte die Schichten in einem geschlossenen Zustand geliefert. Da hierdurch das Tauch an unregelmäßige Stellen des Rohlings geführt wurde, mußte der Schuber abgeklumpt werden.

Kälteanlagen

Bei jeder Anlage der Kälteanlagen sind die Kälteanlagen an Tank-Flansch und an den abschließenden Flansch angeschlossen worden. Da die Anlage bei jeder Anlage der Kälteanlagen angeschlossen wird, ist es erforderlich, die Anlage für die Zeit der Anfahren der Anlage zur Erreichung des normalen Betriebszustandes leicht durchschaltbare Isoliermittel anzuwenden. Die in dieser Pflanzung gelieferten Isoliermittel sind noch fortzusetzen.

Glas Behälter

Zur Aufnahme und Verarbeitung von unbrauchbaren Filterfüllungen dient der mit Heißeis isolierte Stoppbehälter der an die Saugleitung des Kompressors angeschlossen ist. Der Kompressor ist gegen übergenossenes Produkt durch Abschalten und Stundmessung und außerdem gegen unregelmäßige Gasstöße aus diesem Behälter zu schützen.

Entropenisierung

Zur Erzeugung des Propans muß das Produktgenisch nach dem Verfahren der Filter von -10° auf über 100° vorerwärmt werden. Das sollte in der ersten Stufe durch regenerativen Wärmeaustausch gegen warmes Propan und anschließend mit Hilfe von Dampf geschehen. Es erwies sich als unmöglich die Wärme Produkte von Anfang an mit Wasserdampf zu erwärmen, da selbst bei Einhaltung einer starken Dampferzeugung schon kleine Unregelmäßigkeiten zur Verengung und Verstopfung der Leitung führte. Bei dem Anfahren der Anlage noch keine regelmäßige regenerativen Vorwärmung möglich war und da auch weiterhin bei laufendem Betrieb die Einhaltung einer gleichmäßigen Regenerativen Schwerkraft herbeiführen wurde. In der ersten Stufe der Erwärmung eine Ölheizung eingebaut (Zug elektrische Vorheizung war wegen der damit verbundenen Gefahr für die Anlage nicht in Frage). Das Heizölnetz bestand aus einem Ölheizrohr und 3 Kreisläufen zur Erwärmung von Öl - Propan, Paraffin - Propan und Abfallkohle in Glas-Behälter.

Standlager

Die in der Entropenisierung aufzuwerdenden Störungen wurden zum großen Teil durch Mängel in der Standlagerung verursacht, auf die Pflege und Beaufsichtigung der hierfür angebrachten Einrichtungen der Anlage ganz

Besondere Sorgfalt zu verwenden. Die Paraffin-Entpropandierung kann wohl als der empfindlichste Teil der gesamten Anlage bezeichnet werden. Jedes Versagen der Standregelung hat eine Verstopfung, eine **Verschmutzung des Propans** oder gar eine Gefährdung der Kompressoren zur Folge. Natürlich sind derartige Störungen alle auf das leichtere Erstarren des Paraffins zurückzuführen und können vermieden werden wenn durch apparative Einrichtungen und Sorgfalt in der Bedienung bis in alle Einzelheiten auf diese Eigenschaft Rücksicht genommen wird. Besonders ist darauf zu achten, daß z.B. beim Abstellen der Anlage kein Paraffin in die Sprudelgasleitungen zurücktritt. Auf diesen Punkt wird im Kapitel "Regler" näher eingegangen. Wenn es möglich ist, d.h. wenn ein Gasabgang der Kolonne geöffnet bleibt, soll beim Abstellen der Destillation das Sprudelgas auf den Kolonnen stehen bleiben. Um auch für den Fall einer notwendig werdenden Abstellung des Sprudelgases das Zurückströmen des Paraffins in die Leitung zu verhindern, wurde in die untere Sprudelgasleitung direkt am Eingang zur Kolonne ein Ventil eingebaut.

Im Prinzip gelten bezüglich dieser Vorichtsmaßnahmen auch für die elektromechanische Standhaltung. Das Schwimmgehäuse dieser Standmessung ist durch die dazugehörigen Leitungen vollkommen zu beheizen da sonst Störungen durch Behinderung des Schwimmers unvermeidlich sind. Eingetretene Störungen lassen sich durch Entspannung des Gehäuse-Inhaltes immer leicht beheben.

Paraffin-H₂O-Kolonne

In die Paraffin-H₂O-Kolonne wird das Gemisch nach Vorheizung auf 130° eingespritzt und zwar ist der Eingangsstutzen in etwa 2/3 der Höhe angebracht. Da die Kolonne nur als Abscheider dienen soll, ist sie nicht mit einer zusätzlichen Heizung versehen. Um ein Mitreißen von Paraffinteilchen zu verhindern, muß der Spiegel des Sumpfes so tief gehalten werden, daß der einströmende Gasstrom auf keinen Fall in die Flüssigkeit eingeblasen wird. Da das Gemisch mit außerordentlicher Geschwindigkeit in das Gefäß einströmt, über der Eintrittsöffnung ein geneigtes Prallblech anzubringen, damit die Paraffinpartikel gezwungen sind, sich auf der Flüssigkeitsoberfläche abzuschneiden.

Um die Entspannung weniger heftig zu gestalten wurde ferner folgende Änderung vorgesehen. Das Gemisch wird im Vorheizer nur ein Teil der Verdampfungswärme zugeführt, den Rest erhält es in einem "Reboiler", durch den aus der Kolonne abfließende Sumpf teilweise zurückgepumpt werden kann.

00000935

Paraffinabgang

Für einen störungsfreien Ablauf des Betriebes ist es wichtig daß das ortsgasle Paraffin ohne Stockungen fortgeführt wird. Das heißt, das durch den Stand geregelte Abgangventil muß störungsfrei arbeiten die Leistung des Paraffin darf im normalen Betrieb nicht an der oberen Grenze liegen und sämtliche Apparatteile sowie die Abgasleitung mit allen Ventilen und Flanschen müssen gut beheizt sein.

Einwirkungsrichtung

Der Wasserdampfprühkopf stellt eine besondere Gefahrenquelle dar, da durch ein Überlaufen des Wassers der Kompressor unmittelbar gefährdet wird. Die Standheizung des Kondensators wurde schon mit einem Alarmsignal versehen, so daß bei Störungen frühzeitig die Wasserdampfprühkopf eingestellt werden kann. Eine derartige Störung kann z. B. dadurch verursacht werden, daß die Heizung des Paraffin-H. D. Kolonne nicht mehr beheizt wird und dadurch die Abkühlung des Dampfes und der Kondensatorabfluß verstopft. Es ist daher zu empfehlen, als zusätzliche Sicherheitsmaßnahme in

der Leitung ein Einwirkungsventil mit demselben einzubauen und durch dieses Einwirkungsventil der Abfluß des Kondensators nicht zu verhindern. Z. B. durch das Einwirkungsventil an die Paraffinabflußleitung angeschlossen und durch das Einwirkungsventil der (periodisch einwirkenden) Paraffin-H. D. Kolonne die Paraffinabflüsse in Abfluß des Kondensators abfließen. Die Leitung muß auf alle Flanschen der Paraffinabflüsse gut beheizt sein.

Beim Einbau des Einwirkungsventils der Paraffin-H. D. Kolonne muß die Einwirkungsventilöffnung auf die gleiche Höhe wie die Einwirkungsventilöffnung der Paraffin-H. D. Kolonne abgestimmt sein. Für den Fall der Stockungen in Paraffinabflüssen muß die Leitung von H. D. Paraffin-H. D. Kolonne mit Ventilen und Flanschen gut beheizt sein.

In der Zufuhrleitung für den direkten Dampf zur H. D. Kolonne muß ein Paraffin-H. D. Kolonne ein Einwirkungsventil eingebaut sein, damit das Rückkühlgas von Produkt beim Abstellen des Dampfes vertrieben ist. Das Einwirkungsventil für diesen Dampf sollte in den Dampf einbaubar und mit einem Ventil gut beheizt sein.

Abgasleitung

Da aus beiden Entgasungsleitungen abgehende Druckgas direkt in die Druckgasleitung des Kompressors geführt wird, wurde zur Reinigung und Kontrolle des Gases hinter jeder Kolonne ein beheiztes Abgasrohr eingebaut.

Durch regelmäßiges Abstreifen muß das Arbeiten der Kolonne kontrolliert werden. Werden wesentliche Mengen von Öl oder Paraffin abgeschieden, so ist das ein Zeichen dafür, daß die Destillation gestört ist.

Die genaue Analyse des Propans wird durch Kondensation des entspannten Gases in Kühlbädern und anschließende Bestimmung von Gas- und Rückstandsmenge durch Vergasen im heißen Wasserbad ausgeführt.

Leistung

Die Einspritzung der Destillationen und die Leistung der Paraffin- bzw. Öl-Förderpumpen müssen einander angepaßt werden. Durch Vernachlässigung dieser Abstimmung werden Unregelmäßigkeiten und Stauungen in die vorgeschalteten Anlageteile hineingetragen, die leicht zu Störungen Anlaß geben. Es ist also bei diesem empfindlichen System mit ganz besonderer Sorgfalt auf genaue Abstimmung der Leistungen sämtlicher Anlageteile aufeinander zu achten.

Es muß darauf hingewiesen werden, daß in der Versuchsanlage die Kolonnen-
gruppe infolge zu enger und unübersichtlicher Anordnung besonders der
Regler sehr schwer zu bedienen war. Dadurch wurde das Erkennen der Fehler
bei Störungen erschwert und in verschiedenen Fällen ein genügend schnel-
les Eingreifen (Reparaturen, Auftauen usw.) verhindert.

Kompressoren

Flüssigpropan

Eine Gefahr für die Kompressoren liegt in der Möglichkeit, daß durch Störungen in den angeschlossenen Behältern Flüssiggas, Produkt oder Wasser in die Saugseite gelangt. Derartige Störungen können durch versagende Standmessungen, Verstopfung der Abflüsse, Mangel an Kontrolle beim Füllen von Behältern, die nicht mit Standmessung versehen sind oder durch eine noch nicht geklärte Unregelmäßigkeit veranlaßt werden, die beim Einfüllen des Warmpropans in den Kaltpropanraum auftritt. Da selbst bei der Durchführung schärfster Kontrolle solche Störungen nicht ausgeschlossen sind, wurde der in die Saugleitung eingebaute Abscheider mit einer Alarmstandmessung versehen. Außerdem wurde in die Druckseite der I. Stufe eine Temperaturmessung mit Alarmgerät eingebaut, wobei + 30° als zulässige untere Temperaturgrenze festgelegt wurde.

Über der Eintrittsöffnung des Abscheiders ist ein dachförmiges Prallblech anzubringen, um das Mitreißen von Produktteilchen zu verhindern.

Beim Überreißen von kaltem Flüssigpropan in die Saugleitung des Kompressors besteht die Gefahr, daß an Stellen besonderer Spannungen, die vor dem Abscheider liegen, die Schweißnähte durch ungleichmäßige Abschreckung

reißen (ungleichmäßig, da die Flüssigkeit nur das untere Segment der Rohrleitung berührt).

31

Um die starken Abkühlungen, denen die Kompressoren ausgesetzt sind, zu mildern, wurden die Saugleitungen von der Kälteisolierung befreit. Das Absinken der Temperatur des Sauggases im normalen Betrieb ist darauf zurückzuführen, daß das vom Chiller und Kaltpropanturm abgesaugte Propan einen Temperaturbereich von +40° bis -40° durchläuft.

Abscheider.

XXIX

Die Abstreiferstutzen und Böden der Abscheider wurden mit Heizung versehen, da verschiedentlich Verstopfungen zu Fehlschlüssen Anlaß gegeben hatten. Es besteht seitdem die Anordnung, daß die Abstreifkontrolle nur dann als einwandfrei zu betrachten ist, wenn durch Ausströmen von Gas erwiesen ist, daß im Abfluß keine Verstopfung vorliegt. Damit jeder Abscheider einzeln geprüft werden kann, wurde ein Absperrventil gegen die gemeinsame Abstreifleitung eingebaut. Zur Prüfung waren an den Abscheidern Probehähne angebracht.

32

33

Kreisläufe.

Zum Anfahren der Kompressoren wurde eine Umgangsleitung von der Druck- zur Saugseite eingebaut. Hierdurch wurde leichtes Zuschalten eines Kompressors gegen den Druck der bereits fahrenden Anlage ermöglicht; auch kann damit bei zu weitgehender Unterkühlung der Saugseite diese auf ein erträgliches Maß angewärmt werden. In den bereits vorhandenen großen Kreislauf, durch den mit Hilfe eines automatischen Reglers der Saugseite- druck des Kompressors konstant gehalten wird, wurde hinter dem Regler- ventil ein Wasserkühler eingebaut, da beim Insichfahren der Maschine Wärme abgeführt werden muß, um die Temperatur der I. Stufe unter 110° zu halten.

34

Schmierung.

Zur Ölung der Propankompressoren diente ein Gemisch von Heißdampfzylinderöl mit 5% Rizinusöl, das sich in längerer Laufzeit gut bewährte. Im Dezember 1939 wurde als Ersatz eine Lösung von 2,5% Oppanol in Heißdampfzylinderöl angewandt, wobei "Oppanol B 15 als Lösung in Paraton" eingesetzt wurde. Wegen der Kürze der Betriebszeit kann über diese Schmierhilfe noch kein Urteil abgegeben werden, obgleich bisher kein ungünstiger Einfluß festgestellt werden konnte.

35

Sicherheit.

Um den Kompressorenraum gegen Propanaustritt zu schützen, wurden je zwei Stopfbüchsen mit einer Mantelhülse versehen, in der dauernd eine schwache

Stickstoffströmung aufrechterhalten wurde. Der abgehende Stickstoff wurde ins Abgas geleitet. An gefährlichen Stellen der Kompressoren waren Wärme-
lösungsapparate mit Alarngerät zur Untersuchung der Luft auf Propangehalt
angebracht.

36. Propan-tankdruck

Es ist von Nutzen wenn Temperatur und Druck des Warmpropan-tanks auf einen
bestimmten Wert eingestellt werden können. Zu diesem Zwecke muß entweder
eine feinregulierbare und kontrollierbare Mengeneinstellung des Kondensa-
tor Kühlwassers oder eine genaue Temperatureinstellung dieses Wassers mit
Hilfe einer Dampf-düse ermöglicht werden.

Abrasleitungen

Da während der Anfahrperiode außerordentliche Gasverluste auftraten, deren
Ursache nicht gefunden werden konnte, wurde die Abgassammelleitung gegen
Fackel und Hauptgasleitung abgeschlossen und mit der Kompressorsaugseite
verbunden. Für die Ableitungen sämtlicher Sicherheitsventile wurde eine
gesonderte Leitung angeschlossen, die mit einer Abführung zur Hy-Gasleitung
versehen war. An diese Leitung wurden auch die Sicherheitsventile der
Kompressoren angeschlossen, deren Entspannung ursprünglich in die Saugseite
des Kompressors direkt zurückgeführt war.

Pumpen

Sämtliche Pumpen sollen zur Gewährleistung eines ruhigen Betriebes mit
einem Kreislauf versehen sein und, wenn möglich, während des Betriebes immer
einen gewissen Anteil im Kreis fördern.

zu I

XX

An jeder Pumpe ist ein Entlastungsstutzen anzubringen.
Die Leistung mehrerer Pumpenmotoren im No 942 mußte bei Förderung der vor-
geschriebenen Menge vollkommen ausgefahren werden, sodaß z.B. für Druck-
(und Temperatur-) Erhöhung bei der Herstellung des Gemisches keine
Ener-Reserve mehr zur Verfügung stand. Dieser Mangel ist darauf zurück-
zuführen, daß die Leistungsdaten der Pumpen von der Fa. K.S.B. zu gering ange-
geben worden war.

37

Kreiselpumpen

Der Betrieb der mehrstufigen Propan-Kreiselpumpen bereitete infolge der
hohen Umdrehungszahl = 3000/min. Schwierigkeiten. Diese bezogen sich I.) auf
die Haltbarkeit der Stopfbüchsenpackungen der Druckseite, II.) auf die
Empfindlichkeit der Druck-Lager und III.) auf die Art der Heizung
bzw. Kühlung der Stopfbüchsen. Die Versuche wurden vom Juni 1939 bis zum
Januar 1940 ausgeführt, erstreckten sich also über einen weiten Bereich
der Außentemperatur. Das Anfahren der Pumpen erfolgte je nach Bedarf, d.h.,

wenn die Stopfbüchse sehr mittlerer oder vorseitig mit ein geschalteter Stopfbüchsenheizung

zu I) In der Beurteilung der Bignung des Packungsmaterials müssen

- a) die Warmpropumpen und
- b) die Kaltpropumpen unterschieden werden

zu II) Bei den Warmpropumpen die in den ersten Monaten mit, später ohne Wasserkühlung gefahren wurden, gelagerten folgenden Packungen zur Anwendung (Dreh 10 mit 3 Kreisel):

- 1) Doppelsichtungs Manschetten der Mann Mann,
- 2) Grund-Packung mit einer Mann Manschette als Abschluss

zu b) Die Stopfbüchsen der Kaltpropumpen sind inner mit Wasserkühlung betrieben wurden, waren verpackt mit (Dreh 20 mit 6 Kreisel):

- 1) Mann-Manschetten + Benzol-Schmir.
- 2) Sinus-Packungen + 1 Mann-Manschette als Abschluss
- 3) Grund-Packung + 1 Mann-Manschette

Im besten bewillt es sich beim Warmpropen die Grund-Packung zwischen manuelle Bearbeitungsdauern von etwa 3 Wochen ausreicht. Diese werden die Körper täglich mehrere Male abgestellt und wie oft gereinigt und zwischen zwischen durch auch längere Zeit still. Der Betrieb dieser Pumpen hat demnach in der besprochenen Beziehung keine besonderen Vorteile. Bei den Kaltpropumpen dagegen waren sehr häufige Anstöße im Vorhand sein. Im besten bewillt es sich die Sinus-Packung, jedoch, die Packung die übergeben Geschwindigkeit gehen die Daten von 10 Stunden, die erweist

werde im all erdicht durch Verbrennen der Mann-Manschetten, schließend bevor prüfen während die Sinus-Packungen im geschlossenen von übersteht

zusammenfassend kann man sagen dass die Sinus-Packung sich am all

sten bewillt es sich die Sinus-Packung, jedoch, die Packung die übergeben Geschwindigkeit gehen die Daten von 10 Stunden, die erweist

werde im all erdicht durch Verbrennen der Mann-Manschetten, schließend bevor prüfen während die Sinus-Packungen im geschlossenen von übersteht

zusammenfassend kann man sagen dass die Sinus-Packung sich am all

sten bewillt es sich die Sinus-Packung, jedoch, die Packung die übergeben Geschwindigkeit gehen die Daten von 10 Stunden, die erweist

Indikator unter einem entsprechenden, nicht zu hoch gehaltenen Druck
auf dem Auffanggefäß auf der Oberfläche anzuordnen und nach besonders im
kalten Propan ein solches mit dem Indikatorkörper nicht mit
Auffanggefäß gefüllt werden können muß. Die Indikatorkörper durch ein
weiteren Teil geschützt sein.

zu

Es sich in den Kolbengruppen die mit Perfluorätherkältemittel im Kreislauf
fließen die Indikatorkörper leicht verschleppen. Diese Indikatorkörper
sollten durch ein solches mit dem Indikatorkörper dem dem Gewicht
des Indikatorkörpers gegenüber nicht zu hoch sein und so leicht
ausfallen können.

X

Einfluss des Propan
Die Einwirkung von Propan auf die Indikatorkörper des Indikatorkörpers
sind Propan-indikator nicht nur durch die Indikatorkörper fest
zu machen durch Indikatorkörper mit Propan-indikator in Propan bedingten
verschleppungsfähigkeit ist die Indikatorkörper vollkommen mit Propan
verschleppungsfähigkeit an den Indikatorkörper auch Propan feststellt jedoch konnte
die Ursache hierfür nicht gefunden werden. Die Indikatorkörper zu suchen
sein das die Pumpen aus der Form der Indikatorkörper mit Propan
Pumpen gefährdet werden. Die Indikatorkörper wurden auf Grund dieser
Ergebnisse durch Kreiselpumpen ersetzt.

Vorgehensweise der Pumpen

Da die Pumpen beim Betreiben mit kaltem Propan bzw. Gemisch nicht
durch Abreissen infolge von Vakuierung zu Betriebschwierigkeiten führen
ist eine Vorkühlung erforderlich. Die direkte Kühlung mit kaltem Flüssig-
propan ist nicht zu empfehlen da hierbei infolge der Abschreckung das
Indikatorkörper leicht ausfallen können daher langsam und vorsichtig durch
Entspannen von flüssigem Propan auf die so erreichbare Temperatur
abzukühlen.

Y

Da diese Pumpen wurde ein Propan-indikator vorgesehen das dem das flüssige
Gas in die Pumpen hinein schmelzen werden können. Zur Abführung dieses
Indikatorkörpers sind Indikatorkörper durch eine entsprechende Vorrichtung zum
Abreissen vorgesehen. Die Indikatorkörper bereite bei laufenden Kreiselpumpen
keine Schäden. In Sommer stellte sich der Pumpenkörper in etwa
auf dem dem Indikatorkörper konstante Temperatur ein. Umgekehrt war die
Indikatorkörper der Indikatorkörper da hierbei nicht ein so starkes Durchspülen
des Indikatorkörpers möglich war und da ausserdem die insgesamt zu
erreichende Temperatur niedriger ist. In Sommer waren Indikatorkörper bis
zu 24 Stunden nötig um eine konstante tiefe Temperatur zu erhalten.

Die Ventile sind mit einem Druck von 2 atü zu betriebsfähig gemacht worden. Die Ventile sind mit einem Druck von 2 atü zu betriebsfähig gemacht worden.

Die Ventile sind mit einem Druck von 2 atü zu betriebsfähig gemacht worden. Die Ventile sind mit einem Druck von 2 atü zu betriebsfähig gemacht worden.

Die Ventile sind mit einem Druck von 2 atü zu betriebsfähig gemacht worden. Die Ventile sind mit einem Druck von 2 atü zu betriebsfähig gemacht worden.

Die Ventile sind mit einem Druck von 2 atü zu betriebsfähig gemacht worden. Die Ventile sind mit einem Druck von 2 atü zu betriebsfähig gemacht worden.

Betriebskontrolle

Die Ventile sind mit einem Druck von 2 atü zu betriebsfähig gemacht worden. Die Ventile sind mit einem Druck von 2 atü zu betriebsfähig gemacht worden.

Die Ventile sind mit einem Druck von 2 atü zu betriebsfähig gemacht worden. Die Ventile sind mit einem Druck von 2 atü zu betriebsfähig gemacht worden.

Die Ventile sind mit einem Druck von 2 atü zu betriebsfähig gemacht worden. Die Ventile sind mit einem Druck von 2 atü zu betriebsfähig gemacht worden.

Die Ventile sind mit einem Druck von 2 atü zu betriebsfähig gemacht worden. Die Ventile sind mit einem Druck von 2 atü zu betriebsfähig gemacht worden.

Die Ventile sind mit einem Druck von 2 atü zu betriebsfähig gemacht worden. Die Ventile sind mit einem Druck von 2 atü zu betriebsfähig gemacht worden.

00000914

Faint, illegible text, possibly bleed-through from the reverse side of the page. The text is mostly obscured by noise and low contrast.

Propanmessung wegen der weiten Ausschläge ungenau. Infolge dieser starken Stöße sind selbst die durch planimetrische Mittlung gefundenen Werte falsch. Durch die im Kapitel "Herstellung der Mischung" beschriebenen Änderungen an der Kolbenpumpe gelang es diesen Fehler zu beseitigen.

Spülpropan am Filter

Die Mengemessung des im Filter zum Spülen angewandten Kaltpropans war besonders während der ersten Stunden nach dem Anfahren starken Schwankungen unterworfen. Da sich dieser störende Einfluß nach längerer Zeit von selber ausschaltet, ist anzunehmen, daß seine Ursache in Vergasungserscheinungen zu suchen ist, die auf ungenügende Kühlung der Leitung zurückzuführen sind.

Kühlwasseregler

Das Wasserventil am Gemischkühler mußte von Hand eingestellt werden, da infolge des stoßweisen Arbeitens des Reglers die Gefahr lokaler Unterkühlungen bestand. Der Regler war von der Ges. f. Temperaturreglung geliefert worden und hatte einen zu kleinen Ungleichförmigkeitsgrad.

Allgemeines

Es muß eine Möglichkeit vorgesehen werden, unabhängig vom normalen Betrieb vorhandene Chancen auszunutzen.

Grundsätzlich sollen sämtliche Leitungen und eigenen Apparateteile, in die Paraffin hineinkommen, keine beheizt werden.

Am Schalter der elektrischen Ventile soll eine Anzeige nicht nur für die Endgeschwindigkeit, sondern für jeden Zwischenstand angebracht sein.

Es bedeutet eine wesentliche Kostenersparnis, wenn für die Anfahrperiode, statt der häufig kassenschädlichen festen Kälteisolierungen leicht zu befestigende Teckerringe angewandt werden. Eben den großen Filterfläch-
wachen.

Entspannungsstellen an Gemischleitungen müssen immer an der tiefsten Stelle der Leitungen angebracht werden, da andernfalls beim Entspannen

das Propan verdampft und festes Paraffin zurückläßt, das zu Verstopfungen anläßt. In sämtlichen Leitungen und Apparaten sind Stutzen zur Spül-

hilfe und Entspannung anzubringen. Zur Reinigung mußte die Ver-

suchsanlage mit Propan bzw. im Notfall mit Dampf gespült werden. Es

empfiehlt sich jedoch, in Zeiten des Stillen mit einem Öl herauszu-

spülen. Eine solche Entspannungsanlage ist grundsätzlich darauf zu achten,

daß in die Leitungen, in denen kaltes Gemisch zu fördern ist, unter Ver-

meidung jeglicher unnötigen Widerstände so einfach, wie möglich geführt

werden natürlich unter Berücksichtigung einer sicher ausreichenden Kompen-
sationsmöglichkeit...

-alle Hochdruckdampfleitungen sind wegen der Brandgefahr gegen verspritzten-
des Produkt zu schützen. Bespritzte und getränkte Isolierungen sind zu er-
neuern.

Sicherheitsanlage.

Für jeden Notfall ist vorgesehen, daß der Inhalt der gesamten Anlage oder
einzelner Teile der Anlage in ein entfernt liegendes Sicherheitsbehälter
entleert werden kann. An das Tanklager schließt sich eine Fackel an, durch
die das gasförmige Propan verbrennen kann. Diese Fackel ist durch eine
Fackelung abgesichert, die mit einem tiefstochendem Glykol-Wasser-Gemisch (50%)
gefüllt ist.

Die Entleerung der Anlage wird durch ferngesteuerte Ventile eingeleitet,
die hinter einer Feuerschutzmauer zu bedienen sind. Außerdem können die
Behälter durch eigenen Druck oder mit Hilfe einer 100 m³-Pumpe entleert
werden, je nach der Temperatur die in dem betr. Behälter herrscht. Das Tank-
lager besteht aus einer Gruppe von Druckbehältern und einer zweiten von
Niederdruckbehältern. Die Druckbehälter wurden zu Beginn des Krieges un-
ter die Erde verlegt, um in Notfälle ohne Gebrauch der Fackel entleeren zu
können.

Neben dem Entleerungssystem wurde zum Feuerschutz ein Berieselungssystem ein-
gebaut, durch das von einer feuergeschützten Stelle aus sämtliche Behälter
einspritzt werden können.

Ergebnis

Bei der Herstellung der Lösung wurde die Mischung Rückstand : Propan
in Verhältnis 1:1 bis 1:5 und die absolute Rückstandsmenge von 0,6 bis
1,5 m³ variiert. In einem Solierversuch wurde eine Mischung im Verhält-
nis 1:5 hergestellt und im Kühlturm durch Verdampfen ohne Propanergänzung
auf 1:1 konzentriert. Die Paraffolkonzentration wurde konstant auf 0,5%
eingestellt, wobei die Filterhilfe in Form einer 1% igen Lösung in Spindel-
öl zugegeben wurde.

Die erste brauchbare Lösung lief am 8. August 1938 an.
Wegen der mannigfachen technischen Schwierigkeiten, die sich im Verlauf
der Durchführung herausstellten, mußte die Anlage sehr oft stillgelegt und
auf den Fall einer umfangreichen Reparatur und Änderungen vorbereitet
werden. Derzeit befindet es sich noch die Anlage mit 2 Filterstufen unter Aus-

während wenigen Versuchsperioden voll im Betrieb war, von denen die längste sich störungsfrei über 3 Tage erstreckte. Die Analysen der während dieser Perioden anfallenden Reaktionsprodukte sind wahrscheinlich noch mit Mängeln behaftet da sämtliche abführenden Leitungen und Zwischenbehälter erst mit der Zeit von ihren Verunreinigungen befreit werden mussten.

Während der aktiveren Versuchsperioden war natürlich eine gewisse Zeit nötig um den Durchsatz der einzelnen Anlagenteile und den Produktfluß auf ein bestimmtes Niveau kontinuierlichen Betriebes abzustimmen. Hierbei wurde ein Produktumsatz von etwa 1,5 cbm/h erreicht.

Das Diagramm lag nicht wie erwartet werden war, in der Filterstufe die nicht hinter der berechneten Leistung zurückbleibt, sondern in der Entpropanierung. Die unbefriedigende Leistung der Propanabtreiber ist alles an demnach nach darauf zurückzuführen daß es nicht gelang, die Sinterkatalysatoren zu halten. Über diese Unzulänglichkeit wurde in dem Kapitel "Propanabtreiber und Entpropanierung" berichtet.

Es hat sich gezeigt daß die Anlage besser störungsfrei arbeitet, je mehr der Durchsatz des kontinuierlichen Durchsatzes erreicht ist. Die Leistung der Anlage wurde durch unzureichenden Durchsatz verursacht. Es hat sich herausgestellt daß der Durchsatz der Anlage selbst auf unwesentlich erschwerter ist als die Leistung der Anlage infolge der großen Empfindlichkeit der Anlage gegenüber den Schwankungen der unregelmäßigen Leistung der Anlage. Die Ursache für die unregelmäßige Leistung der Anlage kann die unzureichende Leistung der Anlage sein.

Während der Versuchsperiode wurde hinter der zweiten Filterstufe ein Paraffin mit einer Dichte von 0,785 (70°C) und einem Schmelzpunkt von 15°C gewonnen. Der Schmelzpunkt des anfallenden Paraffins lag bei 15°C. Die Anlage zur Fraktionierung des Paraffins wurde während der Versuchsperiode in Betrieb gehalten.

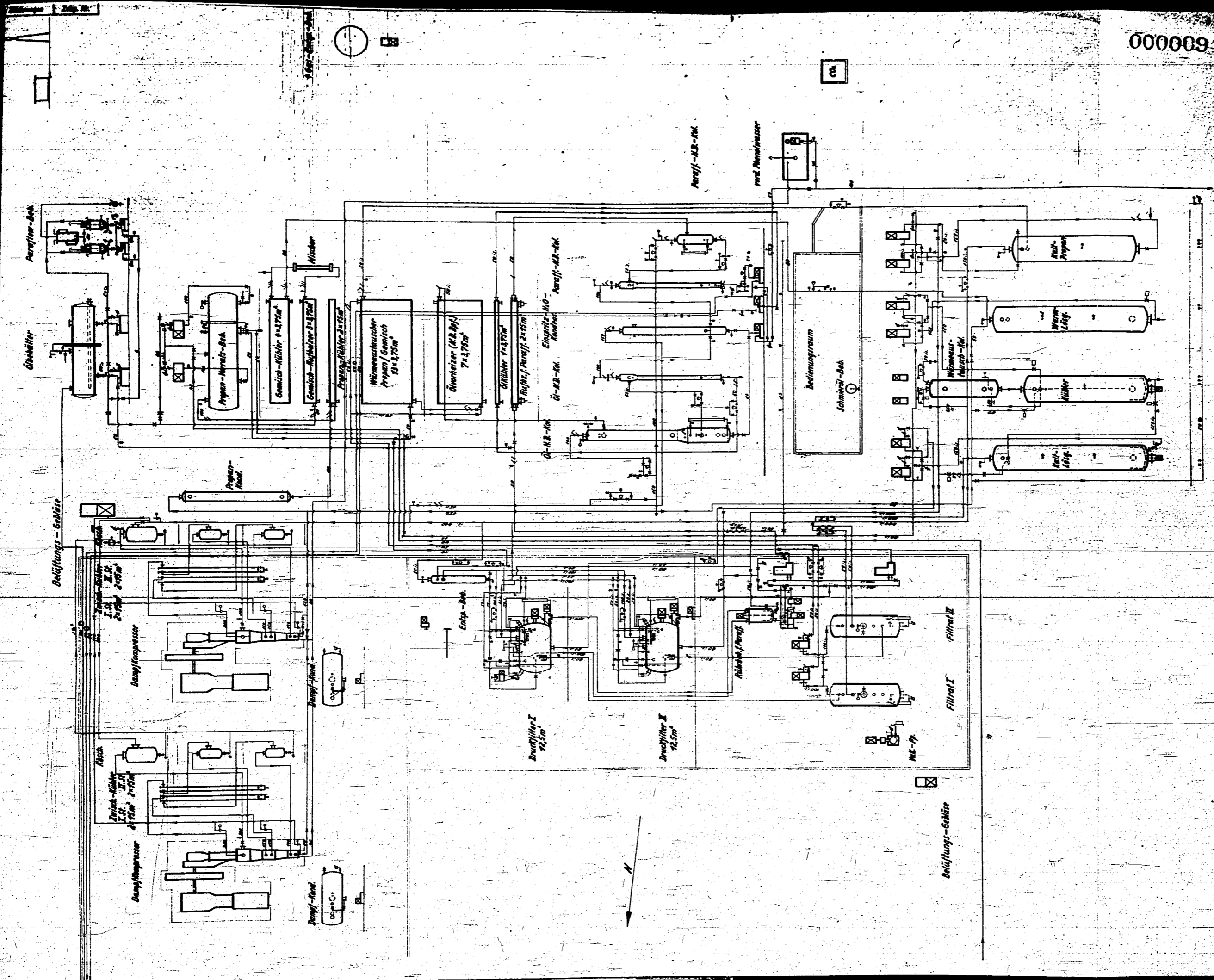
Die Anlage zur Fraktionierung des Paraffins wurde während der Versuchsperiode in Betrieb gehalten. Die Anlage zur Fraktionierung des Paraffins wurde während der Versuchsperiode in Betrieb gehalten.

00000919

PROJEKT
ANMELDE
ZEICHNUNG

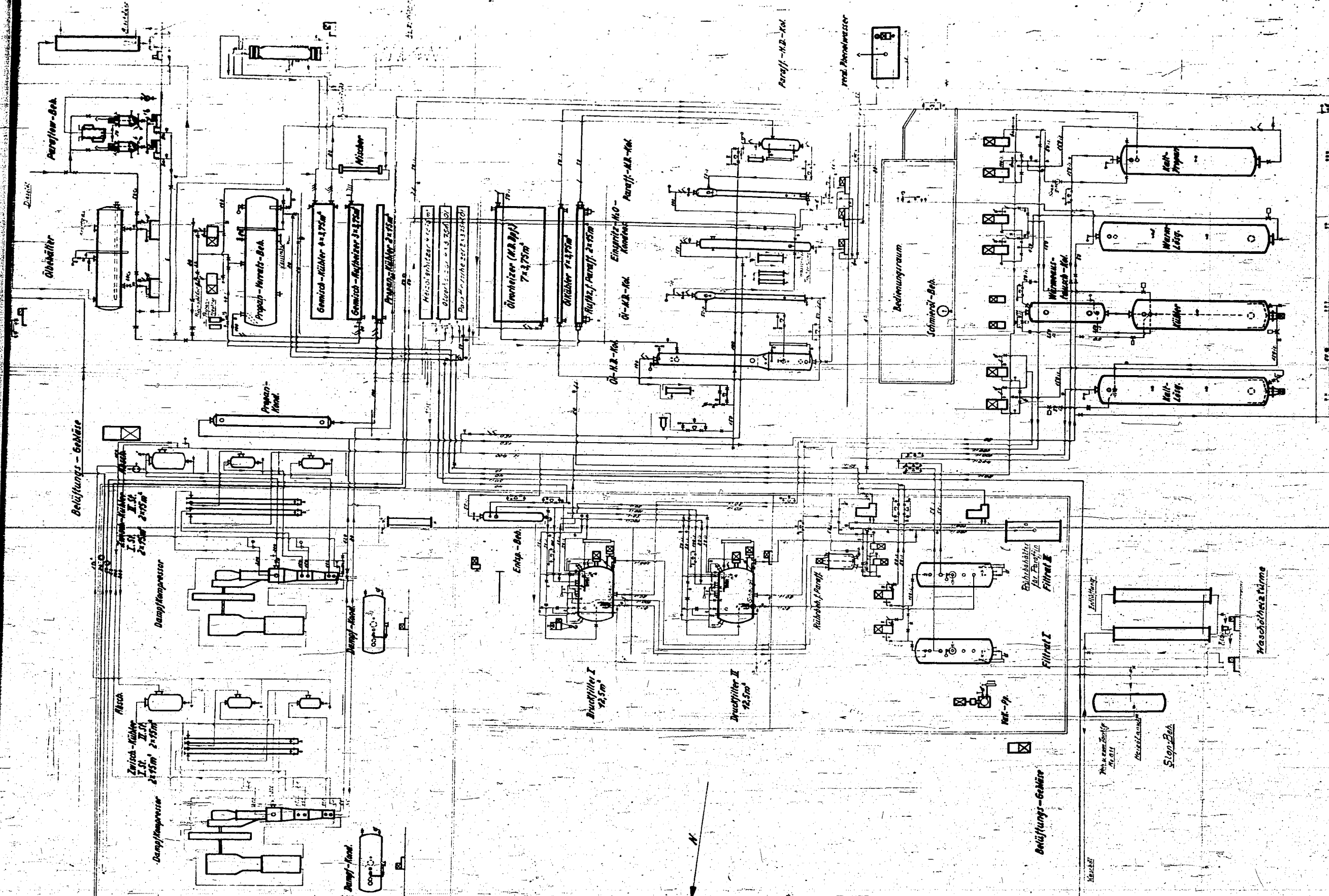
Technisches Büro
1. Div. 13717
1. Jan. 1930

Feuerbestand



Proj. Nr.	00000919	Blatt Nr.	1
Ammoniakwerk Merseburg G. m. b. H.			
Chemisch-technische Abteilung			
M 2771		-1-	
<small> Datum: 1. Jan. 1930 Gezeichnet von: [Name] Geprüft von: [Name] Genehmigt von: [Name] </small>			

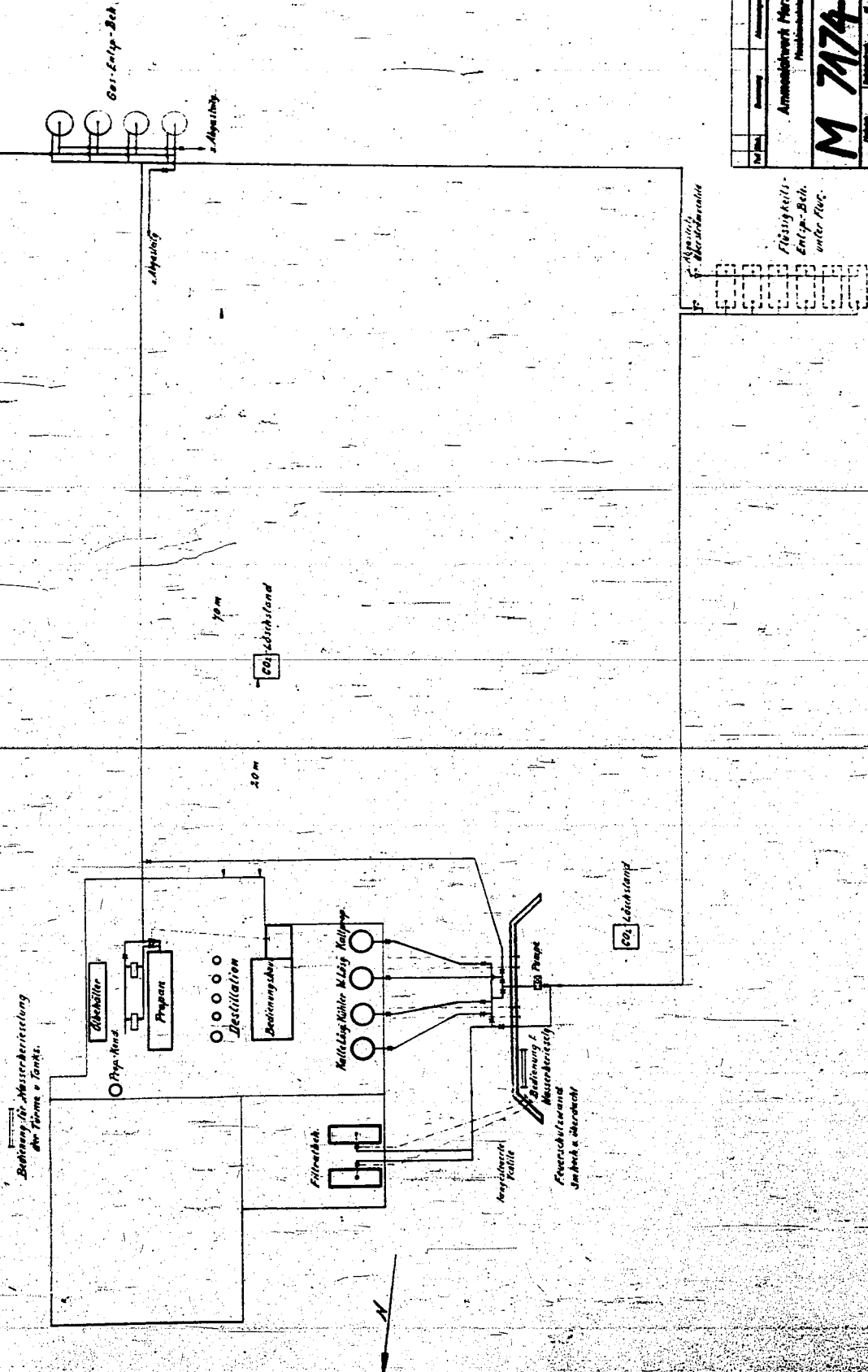
Propan flüssig
 Propan gasförmig
 Propan - Sulfid
 Sulfid
 Acrylnitril
 Phosphorsäure
 Luft - Sauerstoff
 Luft - Stickstoff
 Wasserstoff



Ammoniakwerk Merseburg G. m. b. H.	
Technische Abteilung	
M 277a - 1	
Proj. Nr.	1120
Blatt	1
Standort	
Verf. v.:	
Gepr. v.:	
Gepr. d.:	
Gepr. d.:	

0000951

№	№	№	№	№	№	№	№	№	№
Amtschwert Merzbach G. & A. H. Maschinenbau Abteilung									
M 7174 -2									
Zeichnung: <input type="checkbox"/> Entwurf <input type="checkbox"/> Ausführung <input type="checkbox"/> Montage <input type="checkbox"/> Reparatur <input type="checkbox"/> Änderung									
Maßstab: <input type="checkbox"/> 1:1 <input type="checkbox"/> 1:2 <input type="checkbox"/> 1:5 <input type="checkbox"/> 1:10 <input type="checkbox"/> 1:20 <input type="checkbox"/> 1:50 <input type="checkbox"/> 1:100 <input type="checkbox"/> 1:200 <input type="checkbox"/> 1:500 <input type="checkbox"/> 1:1000									
Blatt Nr.: <input type="checkbox"/> 1 <input type="checkbox"/> 2 <input type="checkbox"/> 3 <input type="checkbox"/> 4 <input type="checkbox"/> 5 <input type="checkbox"/> 6 <input type="checkbox"/> 7 <input type="checkbox"/> 8 <input type="checkbox"/> 9 <input type="checkbox"/> 10									



Zugabe Zeichnung Zeich. Nr.

Boz

HYDRO
30/4.02

Bericht Nr.: 699 / II

Datum: 17.IV. u. 26.V.1940

Betrieb: Betriebskontrolle

Überschrift: Trennflächen-Messung und -Regelung
in der Hydrierung des Leuna Werkes.
(Nachtrag hierzu)

Verfasser: Dipl.-Ing. Weis

Bag - Target
3043 - 30/4.02

Exemplar 1

Zurück an Referate-Büro
Me 24

Me 24

00000953

Trennflächen - Messung und -Regelung

in der

Hydrierung des Leuna - Werkes.

(von Dipl.- Ing. Weis)

Nr. 14

Trennflächen - Messung und -Regelungin derHydrierung des Leuna - Werkes.I. Aufgabenstellung.

In den Destillationsanlagen unserer Hydrierung fällt mit dem gewonnenen Benzin infolge der direkten Heizung der Kolonnen stets sehr viel Wasser an. In sog. Scheideflaschen (siehe Fig. 1) scheidet sich das schwerere Wasser von dem leichteren Benzin ab. Es entsteht bei diesem Vorgang folgendes Regulierproblem: Durch das Zuflußrohr Z strömt das Wasser-Benzin-Gemisch in die Flasche Sch ein. Während das leichtere Benzin Q_1 durch das Abflußrohr A_1 abfließt, muß der Abfluß A_2 des anfallenden Wassers Q_2 so reguliert werden, daß die Trennfläche F zwischen Wasser und Benzin stets konstant bleibt. Zur Vermeidung von Benzin-Luft-Gemischen steht die Scheideflasche Sch außerdem noch unter Schutzgas. Der Schutzgasdruck beträgt max 0,4 atü. Zusammengefaßt lautet die Aufgabenstellung:

In einer Scheideflasche, die unter einem Schutzgasdruck von 0,4 atü steht, soll der Stand der Trennfläche zwischen Wasser und Benzin gemessen und durch automatische Regulierung des Wasserabflusses konstant gehalten werden

II. Lösungsmöglichkeiten.

Soll irgendwo ein Flüssigkeitsstand gemessen werden, so verwendet man zunächst ein Schauglas. Dies ist auch hier an unserer Scheideflasche der Fall gewesen (s. Fig. 2). Das Schauglas G_1 ist mit der Flasche ^{Sch,} kommunizierend verbunden. Es ist Wert darauf zu legen, daß der obere Stutzen T_1 des Schauglases G_1 stets unterhalb des Benzinspiegels liegt, denn sobald T_1 in den Gasraum mündet, tritt Fehlmessung des Trennflächenstandes ein. Daher ist zur Beobachtung des Benzinstandes stets ein eigenes Schauglas G_2 angeordnet, dessen

unterer Stutzen T_2 stets im Benzin endigen muß. Steigt das Wasser über den Stutzen T_2 hinaus, so ist eine Fehlanzeige des Benzinstandes die Folge. Auf eine genaue Einhaltung dieser Bedingungen kann in der Praxis nie genug gesehen werden.

Die Messung des Trennflächenstandes mittels Schauglas hat den großen Nachteil, daß man die Trennstelle zwischen Wasser und Benzin im Schauglas nur schwer erkennen kann, da beide Medien sich in der Farbe nicht unterscheiden. Und diese Betrachtung zeigt uns zunächst den einzuschlagenden Weg: „Wer etwas trennen will, muß unterscheiden können.“ Unterschiedsmerkmale der beiden Medien müssen wir suchen. Und da würde uns die Natur den einzig wahren Weg zeigen: Wodurch trennt die Natur Wasser von Benzin? Worauf beruht die Arbeitsweise der Scheideflasche? Auf dem Unterschied des spezifischen Gewichtes der beiden Medien. Unbeeinflusst von der historischen Entwicklung der Bearbeitung dieser Aufgabe hätte man auf diese Lösung zuerst kommen müssen, aber weite Umwege führten erst zu diesem einfachen Ziel.

Zunächst führte die historische Entwicklung zu Versuchen, die Schaugläser zu verbessern durch Ausnützen des Unterschiedes der Lichtbrechung in Wasser und Benzin. Aber diese Versuche kamen über den Anfangszustand nicht hinaus. Eine praktisch brauchbare Methode führte Dr. Grenacher (B.K.Me) ein, in dem er den Unterschied der Leitfähigkeit von Wasser und Benzin als Kriterium wählte. Dieser Weg ist vom Verfasser, wie im Folgenden beschrieben, ebenfalls beschrritten worden und eine Daueranzeige sowie ein automatischer Regler für den Trennflächenstand waren das Ergebnis. Der Vollständigkeit wegen sei noch erwähnt, daß es durchaus denkbar wäre auf dem Unterschied der Dielektrizitätskonstante eine Meßeinrichtung der Trennfläche zu schaffen. Nach der Einfachheit und dem Wert der Meßeinrichtung für den Betrieb ergibt sich folgende Reihenfolge der zur Lösung führenden Wege:

- 1.) Dielektrizitätskonstante
- 2.) Brechungsexponent
- 3.) Elektrische Leitfähigkeit
- 4.) Spezifisches Gewicht.

Vom Verfasser wurde nur der dritte und vierte Weg besprochen, wie im Folgenden beschrieben wird.

III. Elektrischer Trennflächenstandmesser.

1.) Von Hand betätigte Meßanlage.

Die von Dr. Grenacher eingeführten Meßeinrichtungen (s. Fig. 3) arbeiteten wie folgt: In die Scheideflasche Sch sind mittels Zündkerzen ZK die Elektroden $e_1 - e_{10}$ isoliert und gasdicht eingeführt. Die Enden der Elektroden sind in entsprechenden Abständen gestaffelt. Mittels eines Druckknopf-Tasterkastens TK werden die einzelnen Elektroden an die Wechselstromquelle E und das Instrument I angelegt. Befindet sich die Elektrode nur im Benzinraum, so fließt kein Strom und das Galvanometer I schlägt nicht aus. Reicht aber die Elektrode bis ins Wasser hinein, so schlägt das Instrument I aus. Diese Einrichtung hatte den Nachteil, daß der Bedienungsmann von Zeit zu Zeit stets die einzelnen Elektroden am Tasterkasten einschalten mußte und das Verlangen des Betriebes nach einer übersichtlichen Daueranzeige war berechtigt.

2.) Automatisch betätigte Meßanlage.

Daher wurde beschlossen, den Abtastvorgang der Elektroden zu automatisieren. Am einfachsten wäre es gewesen durch die Elektroden unmittelbar kleine Glühlampen einschalten zu lassen. Aber einerseits war der Übergangswiderstand der Elektroden zu groß, andererseits konnten im Hinblick auf die Feuergefährlichkeit der Anlagen keine Spannungen und Ströme in Anwendung kommen, durch die zündfähige Funken hätten entstehen können. Man entschloß sich daher zur Verwendung einer Verstärkerröhre, so daß die Elektroden nur mit dem sehr geringen Steuerstrom des Gitters belastet wurden. Um aber 10 Elektroden zur Anzeige zu bringen, wären 10 Verstärkerröhren notwendig gewesen, wodurch die Anlage sehr teuer in Anschaffung und Betrieb geworden wäre. Dies ließ sich vermeiden, indem von den Schaltelementen der automatischen Fernsprechkentralen Gebrauch gemacht wurde (s. Fig. 4). Alle Minuten wählt der automatische Wähler W mit dem Kontaktarm WK I die 10 Elektroden des Gefäßes G durch. Solange

der Wählerarm WK I auf Elektroden trifft, die noch ins Wasser hineinragen, wird die über den Widerstand W an das Gitter herangeführte negative Spannung zur Erde abgeleitet; die Röhre ist stromdurchflossen und der Wählerarm läuft weiter. Sobald aber der Wählerarm WK I auf die erste nicht mehr im Wasser befindliche Elektrode trifft, nimmt das Gitter der Röhre negative Spannung an, der Anodenstrom setzt aus und der Wähler bleibt in Ruhe. Die vom Wählerarm WK II gerade eingeschaltete Glühlampe auf dem Tableau T leuchtet nun dauernd auf und zeigt den Stand der Trennfläche an. Die genauere Schaltung der Anlage ist aus dem Schaltbild Fig. 5 zu entnehmen. Die Elektroden $e_1 - e_{10}$ werden von dem Kontaktarm WK I des Wählers abgetastet. Der Parallelkontaktarm WK II schaltet gleichzeitig die zu jeder Elektrode gehörigen Glühlampen $L_1 - L_{10}$ ein. Zur Messung des Isolationswiderstandes der Elektroden dient eine Verstärkerröhre RE 134 oder AL 4. Die Röhre wird in üblicher Weise in Halbwellschaltung betrieben. Über den Widerstand W (0,1 bis 1,0 Megohm) ist eine Wechselspannung von 50 Volt an das Steuergitter der Röhre angelegt. Die Phasenlage der Steuerungsspannung ist so gewählt, daß in der Arbeitshalbwelle der Anodenspannung die Gitterspannung negativ ist. Überstreicht der Kontaktarm WK I diejenigen Elektroden, die nur im Benzin endigen, so ist die Gitterspannung der Röhre negativ und es fließt kein Anodenstrom. Werden aber Elektroden abgetastet, die bis in das Wasser hineinreichen, so fließt die negative Spannung des Gitters über die Elektrode zur Erde ab und der Anodenstrom der Röhre setzt ein. Hierdurch zieht das Relais A seinen Anker an und betätigt entsprechend die Steuerrelais des Wählers. Zur Kontrolle des Anodenstromes ist ein Milliampèremeter J mit einem Kurzschlußschalter S eingebaut. Die Meßperiode wird automatisch eingeleitet, indem der Kontakt K_2 geschlossen wird. Hierdurch wird die Spule B II eines Saugspulenrelais stromdurchflossen und legt den Anker b des Relais so um, daß die Spule C eines Kippankerrelais Strom erhält. Das Kippankerrelais C zieht seinen Anker an und unterbricht hierdurch den Spulenstrom durch Öffnen des Ruhekontaktes c_2 . Gleichzeitig wird der Kontakt c_1 geschlossen und der über die Wählerspule D fließende Strom schaltet die Wählerarme einen Schritt weiter.

Durch die Unterbrechung des Feldstromes der Spule C fällt mittlerweile der Anker von Relais C wieder ab, die Spule wird abermals erregt und auf diese Weise schaltet das Relais C in Selbstunterbrecherschaltung den Wähler schrittweise weiter. Solange nur Elektroden abgetastet werden, die im Benzin endigen, wird an der Schaltstellung nichts geändert. Sobald aber der Kontaktarm WK I auf eine im Wasser befindliche Elektrode z.B. e_1 trifft, wird durch den entstehenden Anodenstrom das Relais A betätigt, dessen Federkontakt a_2 legt zunächst den Hg-Kontakt b des Saugspulenrelais B I um und unterbricht die Stromzufuhr zur Spule C. Gleichzeitig wird aber auch der Federkontakt a_1 des Relais A geschlossen, so daß die Stromzufuhr der Spule C nun über diesen Weg weiter erfolgt. Der Wähler wird durch das Relais C weiter geschaltet, solange der Wählerarm WK I über im Wasser endigende Elektroden wandert. Erreicht der Kontaktarm die erste nicht mehr in das Wasser reichende Elektrode, so setzt der Anodenstrom aus, der Anker des Röhrenrelais A fällt ab und durch Öffnen des Kontaktes a_1 wird das Steuerrelais C stromlos, der Wähler bleibt in der erreichten Stellung stehen. Es leuchtet nun dauernd die gerade vom Wählerarm WKII eingeschaltete Lampe auf und gibt so den Stand der Trennfläche zwischen Wasser und Benzin an. Die Einstellzeit des Wählers beträgt 5 bis 10 Sekunden, je nach der Art des Impulsrelais C. Da regelmäßig nach Ablauf einer Minute ein Wahlvorgang erfolgt, ist an dem Lampentableau stets der jeweilige Stand der Trennfläche zu ersehen. Um im Notfall rasch den Stand überprüfen zu können, ist noch ein Druckknopf K_1 vorgesehen, durch dessen Betätigung stets der Wahlvorgang sofort eingeleitet werden kann.

Diese Meßvorrichtung wird in unserer Hydrierung bis zu Betriebsdrücken von 25 atü verwendet und sie hat sich im Allgemeinen gut bewährt. Ihre gelegentlich auftretenden Störungen sollen später beschrieben werden.

IV. Elektrischer Trennflächenstandregler.

Nachdem sich die Zündkerzenanordnungen in Verbindung mit Verstärker-
röhren zum Messen der Trennfläche gut bewährt hatten, lag es nahe, nach diesem

Arbeitsprinzip auch einen automatischen Regler zum Steuern des abfließenden Wassers zu entwickeln. Für viele Fälle dürfte es zweckmäßig sein, ein elektrisch angetriebenes Regulierorgan zu verwenden, wie sie heute auf dem Markt in beliebiger Ausführung zu haben sind. Eine solche Anordnung zeigt Fig. 6. Der Strom der Verstärkerröhre betätigt zunächst bei steigendem Wasserstand das Relais A und dessen Anker schaltet den Kontakt a ein, wodurch das Magnetventil M geöffnet wird. Verläßt das Wasser wieder die Steuerelektrode St, so fällt der Anker des Relais A wieder ab und das Magnetventil M wird wieder geschlossen. Dieser Vorgang wiederholt sich periodisch. Wir haben es hier mit einem typischen Auf - Zu - Regler zu tun, das Ablassen des Wassers erfolgt intermittierend. Dieses Verfahren ist somit nur anwendbar an den Stellen, wo auf einen kontinuierlichen Wasserabfluß kein großer Wert gelegt wird. Dies ist bei unseren Scheideflaschen tatsächlich der Fall und so wurde der in Fig. 7 dargestellte Trennflächenregler entwickelt. Der Antrieb des Regulierorganes geschieht mittels Preßluft. Der Grund zur Anwendung von Preßluft ist einerseits der große Ventilquerschnitt (Ventilsitz meist 50 mm ϕ), andererseits die Tatsache, daß wir fast ausschließlich nur pneumatisch betätigte Regulierorgane in unseren Anlagen verwenden, so daß die in unserer Werkstatt angefertigten, normalen Membranventile verwendet werden konnten. Die Arbeitsweise des Reglers ist folgende: Steigt das Wasser bis zur Berührung mit der Elektrode e, so wird das Steuergitter der Röhre AL 4 durch die 50-Voltwicklung des Trafo in der Arbeitshalbwelle negative Spannung führen. Hierdurch wird der Anodenstrom I unterbrochen und die Feldwicklung F des pneumatischen Relais wird stromlos. Die über eine Drossel Dr zu dem Membranventil M strömende Preßluft kann daher frei aus der Steurdüse D austreten. Der Druck über der Membrane des Ventils M sinkt und das Ventil öffnet sich. Das Wasser kann aus der Scheideflasche Sch frei zum Phenolwasserkanal abströmen. Sinkt nun das Wasser soweit ab, bis die Elektrode e wasserfrei wird, dann gelangt keine negative Spannung mehr an das Steuergitter der Röhre AL 4, der Widerstand W bringt das Gitter auf Potential gegenüber der Kathode und der Anodenstrom setzt ein. Dieser Anodenstrom durch-

fließt die Feldwicklung F und hierdurch wird der Drehanker Z angezogen. Das Drehmoment des Ankers Z drückt die Prallplatte P auf die Steurdüse D auf, wodurch in der Leitung zum Membranventil sich der volle Luftdruck von 2 atü einstellt. Der Ventilkegel schließt die Abflußleitung zu. Es kann kein Wasser mehr abfließen. Dieses Arbeitsspiel wiederholt sich nun fortwährend. Die Arbeitsperioden betragen normalerweise ca. 30 sec. Das Verhältnis von Öffnungszeit zur Schließzeit des Ventils soll bei normaler Belastung der Anlage meist 1 : 1 betragen.

V. Das elektrisch - pneumatische Relais.

Als Bindeglied zwischen elektrischem Strom und Preßluft lernten wir das elektrisch - pneumatische Relais kennen. Da dieses in unseren Regelanlagen eine sehr wichtige Rolle spielt, sollen hierüber einige weitläufigere Angaben gemacht werden. Die Anfänge der Entwicklung liegen bereits viele Jahre zurück. Die erste Ausführungsform war das sog. Pendelrelais (s. Fig. 8). An einer leicht beweglichen Pendelstange St ist unten ein Dämpfungsflügel Fl befestigt, der in ein mit Öl gefülltes Gefäß G hineinragt. Der Anker A wird von dem Solenoid S angezogen und übt hierdurch eine Kraft auf die Prallplatte P aus, die ihrerseits die Düse D mehr oder weniger zugreift. Ein solches Relais hat bereits eine sehr brauchbare kontinuierliche Steuercharakteristik, aber da der Anker A keine magnetische Rückleitung besitzt, ist verhältnismäßig viel Energie zur Speisung des Solenoids notwendig gewesen. Heute am Abschluß der Entwicklung der elektrischen pneumatischen Relais sind nur zwei Formen erhalten geblieben, die sich behaupten konnten. Das Drehankerrelais und das Q K Relais. Die Namen der Relais sind übernommen von den Firmen, die uns die Relaisgestelle dazu liefern. Zunächst das

Drehankerrelais.

Wir beziehen das Relaisgestell von der Fa. Klinger u. Schmidt in Ilmenau (s. Fig. 9). Es erhält von der Fa. eine Spezialwicklung bestehend aus 33 000 Windungen Kupferdraht von 0,1 mm Durchmesser und hat einen ohmschen Wi-

derstand von 9000 Ohm. Hierdurch ist es besonders geeignet für den Betrieb mit Verstärkerröhren. In unserer Werkstatt erhält das Relais eine neue Drehachse, die in Spitzen gelagert ist. Eine Öldämpfung Fl wird angebracht sowie eine Prallplatte P. Bei einer Düse von 1,5 mm Durchmesser und einem Preßluftdruck von 2 atü, ergibt sich die in Fig. 10 dargestellte Steuercharakteristik. Das Relais eignet sich somit vorzüglich zur kontinuierlichen Steuerung von Membranventilen und hat sich in der Praxis als äußerst zuverlässig erwiesen.

In letzter Zeit haben wir für einfach gelagerte Fälle, die keine kontinuierliche Steuercharakteristik erfordern, ein noch einfacheres elektrisch-pneumatisches Relais entwickelt, dem die Type:

Q K - Relais

der Fa. Baumgartner, Köln, zu Grunde gelegt ist. Wir beziehen von dieser Firma normale Relais, Type Q K, mit einer Feldspule für 110 Volt Gleichspannung, deren Widerstand 15 000 Ohm beträgt. Mit diesen Spulendaten eignet sich das Relais ebenfalls gut für den Röhrenbetrieb. Den äußerst einfachen Aufbau des Relais zeigt Fig. 11. Auf dem Anker a ist eine Prallplatte P aufgeklebt, der die Steuerdüse D gegenüber steht. Natürlich besitzt dieses Relais nicht die Fähigkeit kontinuierlich zu steuern. Denn während bei dem Drehankerrelais infolge des praktisch konstanten Luftspaltes eine rein quadratische Drehmomentfunktion abhängig vom Strom erreicht wird, ändert sich bei dem Q K - Relais der Luftspalt infolge der Ankerbewegung und es wird eine für die Stabilität der Steuerung ungünstige Zugkraftverstärkung bei Verringerung des Ankerabstandes erhalten. Ein Flattern des Relais in Zwischenlagen ist die Folge. Dagegen hat sich das Relais für die Auf- Zu - Regelung sehr gut bewährt, da es infolge seiner Einfachheit äußerst zuverlässig arbeitet. Wir werden daher die elektrischen Trennflächenregler in Zukunft nur noch mit Q K - Relais ausrüsten.

VI. Erfahrungen mit elektrischen Trennflächenmessern und -Reglern.

1.) Anordnung der Steuerelektroden.

Die häufigsten Störungen treten durch Isolationsfehler an den Zündkerzen auf. Ein Dauerbetrieb der Anlagen ist nur möglich bei „verkehrt“ ein-

gebauten Kerzen, Porzellankopf im Behälter. Aber auch hier ist manches zu beachten. Wenn irgend möglich, sind die Zündkerzen so anzuordnen, daß sie dauernd im isolierenden Medium sich befinden (s. Fig. 12). Bei Meßhöhen über ein Meter wurden die Kerzen am Ende von druckfesten Stahlkapillaren angeordnet (s. Fig. 13), aber da stellte sich der Nachteil ein, daß nach einer Überflutung der Kerze mit Wasser, es sehr lange dauerte, bis die Isolation wieder in Ordnung war, durch Zurückbleiben einer Wasserhaut auf dem Porzellan der Kerze. Daher muß in einem solchen Fall die Kerze mit einer langen Metallelektrode versehen werden, die zwei Meßstellen überspringt (s. Fig. 14).

Eine andere Konstruktionsidee hat sich ebenfalls nicht bewährt (s. Fig. 15). Wir hofften, die Kerzen normal einbauen zu können, um das Auswechseln einer Kerze zu erleichtern. Die Kerze sollte durch die Schräganordnung des Meßrohres stets vom isolierenden Medium umspült werden, aber da sich in der Nähe der Trennfläche häufig Emulsionen befinden, versagt diese Anordnung infolge zu kleinen Kriechweges vollkommen.

Der Vollständigkeit wegen sei noch eine Art der Elektrodenanordnung gebracht, die in unserer Heißwasserentphenolierung angewendet wurde. Da der Abscheidebehälter einen Nenndruck von 60 atü besaß und bei einer Betriebstemperatur von ca. 200° C im Behälter der Leitfähigkeitsunterschied der Emulsion Phenolöl und Wasser zu gering war, wurde, wie Fig. 16 zeigt, jeweils an einigen Probestellen $M_1 - M_4$ eine Produktprobe kontinuierlich entnommen. Um Verstopfungen der Drosselkapillaren Dr zu vermeiden, waren Filter F vorgeschaltet. Die entspannte und gekühlte Probe floß dann über ein Glasrohr R ab, in das die T-förmigen Hg-gefüllten Elektroden e hineinragten. Kleine Milliampèremeter $J_1 - J_4$ dienten zur Messung des Wechselstromes. Diese Anordnung hat während des einjährigen Betriebes dieser Versuchsentphenolierung zufriedenstellend gearbeitet.

2.) Anordnung der kommunizierenden Elektrodengefäße.

Ein Einbau der Elektroden unmittelbar in die Betriebsbehälter ist,

wenn irgend möglich, zu vermeiden, da Störungen an den Zündkerzen dann während des weiterlaufenden Betriebes nicht beseitigt werden können. Es sind daher bei uns die Kerzen durchweg in kommunizierenden Gefäßen angeordnet. Doch da der Unterschied zwischen dem spezifischen Gewicht von Wasser und Benzin nur ca. 0,2 - 0,3 kg/l beträgt, sind weite Rohranschlüsse zu den Gefäßen Grundbedingung. Allgemein sind bei uns 50er Rohre üblich. Eine Hauptschwierigkeit bereitet im Winter die ordnungsgemäße Heizung dieser Gefäße. Zu große Wärmezufuhr führt zu starker Dampfbildung im Benzin und somit zu einer Störung des Flüssigkeitsausgleiches. Gerade hierdurch sind in diesem strengen Winter 1939/40 zahlreiche Störungen entstanden.

Ein weiterer Nachteil der kommunizierenden Anordnung ist die Verzögerung des Flüssigkeitsausgleiches. Bis sich die Änderung des Trennflächenstandes im kommunizierenden Gefäß auswirkt, sind oft Überregelungen entstanden, was namentlich bei kleinen anfallenden Wassermengen sich sehr störend auswirkt. Daher pflegen wir bei solchen Anlagen den Wasserabfluß an dem kommunizierenden Gefäß selbst anzubringen (s. Fig. 17), wodurch wieder ein kurzzeitigeres Arbeiten der Steuerung erreicht wird.

Wir sehen aus diesen Erfahrungen, daß zwar ein durchaus befriedigender Betrieb der elektrischen Trennflächenmesser und -Regler erreicht war, daß aber die zahlreichen vorhandenen Gefahrenquellen, doch eine große Störanfälligkeit der Apparate bedingte, wie sie sonst bei Meßgeräten und Reglern nicht vorhanden ist. Daher ist es zu erklären, daß wir trotz des erreichten guten Dauerbetriebes der elektrischen Trennflächenmesser und -Regler uns nochmals zu einer Änderung der Anlagen entschlossen. Diesmal machten wir uns von jeglicher Tradition und Überlieferung frei und benützten als Kriterium zwischen Wasser und Benzin das spezifische Gewicht. Es entstand:

VII. Der pneumatische Trennflächenmesser und -Regler.

1.) Der pneumatische Trennflächenmesser.

Die Anordnung und Montage des pneumatischen Trennflächenmessers ist

in allen Einzelheiten von der normalen pneumatischen Standmessung übernommen worden (s. Fig. 18). Von obenher sind in die Scheideflasche ein langes und kurzes Tauchrohr T_1 und T_2 eingebaut. Es muß darauf geachtet werden, daß sich der Stutzen T_2 stets noch im Benzin befindet. Durch die Drosseln D_r strömt eine geringe Menge Stickstoff ($0,5 - 1 \text{ m}^3/\text{h}$) dauernd in die Standrohre ein und perlt durch die Flüssigkeit der Scheideflasche. Ein einschenkliges mit Öl oder Wasser gefülltes U-Rohr (U) dient zur Anzeige der Druckdifferenz. Man kann nun folgende Betrachtung anstellen: Angenommen der Abstand der Tauchrohrenden T_1 u. T_2 beträgt einen Meter, so wird sich an dem U-Rohr, wenn sich nur Benzin in der Scheideflasche befindet, ein Differenzdruck von $(1000 \cdot s)$ mm Wasser einstellen worin s das spezifische Gewicht des Benzins ist, z. B. bei $s = 0,7 \text{ kg/l} = 700 \text{ mm}$ Wasser. Befindet sich aber nur Wasser in der Scheideflasche, so beträgt der Differenzdruck am U-Rohr 1000 mm Wasser. Für jeden Stand der Trennfläche aber zwischen den Tauchrohrenden ergibt sich ein Differenzdruck am U-Rohr, der zwischen diesen Werten 700 und 1000 mm Wasser linear verteilt ist. Bezeichnen wir die ganze Meßstrecke mit h und die Wasserhöhe von T_1 gerechnet mit x , so ergibt sich für den Differenzdruck Δp die Gleichung:

$$\Delta p = x \cdot s_W + (h - x) s_B$$

$$\Delta p = x \cdot (s_W - s_B) + h \cdot s_B$$

worin s_W und s_B die spezifischen Gewichte von Wasser und Benzin sind z.B. bei:

$$h = 1000 \text{ mm}$$

$$s_W = 1,0 \text{ kg/l}$$

$$s_B = 0,7 \text{ kg/l}$$

$$\Delta p = x \cdot (1,0 - 0,7) + 1000 \cdot 0,7$$

$$\Delta p = x \cdot 0,3 + 700$$

Es ist nun zweckmäßig, in der Praxis die Konstante $h s_B$ am einschenkligem U-Rohr zu unterdrücken, indem man hinter der Tafel das Flüssigkeitsgefäß G tief anbringt und erst den Teil des Schenkels für den Wert $x \cdot (s_W - s_B)$ sichtbar als Standglas anordnet, in unserem Beispiel würde das Standglas nur eine Länge von 300 mm besitzen, während das Gefäß noch 700 mm unterhalb des Standglases

00000966

angeordnet sein müßte. Diese Trennflächenstandmessung hat sich infolge ihrer Einfachheit gut bewährt und keinerlei Frostschäden sind bei dem pneumatischen Betrieb aufgetreten.

2.) Der pneumatische Trennflächenregler.

Nachdem auf diesem Wege eine zuverlässige Trennflächenanzeige erreicht worden war, wurde auf dem gleichen Meßprinzip ein automatischer Regler entwickelt. Die Ausführung der Tauchrohre etc. ist die gleiche, wie bei dem Trennflächenmesser. Als steuerndes Meßwerk aber wird das Prinzip der Pfeiderer-Waage angewendet. An einem Waagebalken H ist der Schenkel S des einschenkigen U - Rohres beweglich angebracht. Steigt z.B. die Trennfläche in der Scheideflasche, so wird durch den steigenden Differenzdruck mehr Flüssigkeit vom Gefäß G in den Schenkel S verdrängt. Hierdurch verringert sich die vom Gewicht B auf die Prallplatte P übertragene Kraft und der Druck der Prallplatte auf die Düse D wird kleiner. Es sinkt der Luftdruck über der Membrane des Ventils V und es fließt mehr Wasser aus der Scheideflasche ab. Da aber das steuernde Meßwerk eine statische Charakteristik besitzt, d.h. da jedem Differenzdruck Δp ein bestimmter Luftdruck und somit eine bestimmte Ventilstellung zugeordnet ist, arbeitet dieser Regler ohne Pendelung stabil und kontinuierlich. Und gerade der letztere Vorzug des kontinuierlichen Wasserabflusses ist oft von ausschlaggebender Bedeutung bei der Wahl: „Pneumatisch oder elektrisch?“ Ebenso wie der pneumatische Trennflächenmesser arbeitet auch dieser pneumatische Trennflächenregler in den Betrieben vollkommen störungsfrei.

Außer an Scheideflaschen sind auch an Tanks in letzter Zeit diese Trennflächenregler mit Erfolg angewendet worden (s. Fig. 20).

angeordnet sein müßte. Diese Trennflächenstandmessung hat sich infolge ihrer Einfachheit gut bewährt und keinerlei Frostschäden sind bei dem pneumatischen Betrieb aufgetreten.

2.) Der pneumatische Trennflächenregler.

Nachdem auf diesem Wege eine zuverlässige Trennflächenanzeige erreicht worden war, wurde auf dem gleichen Meßprinzip ein automatischer Regler entwickelt. Die Ausführung der Tauchrohre etc. ist die gleiche, wie bei dem Trennflächenmesser. Als steuerndes Meßwerk aber wird das Prinzip der Pfeideerer-Waage angewendet. An einem Waagebalken H ist der Schenkel S des einschenkigen U - Rohres beweglich angebracht. Steigt z.B. die Trennfläche in der Scheideflasche, so wird durch den steigenden Differenzdruck mehr Flüssigkeit vom Gefäß G in den Schenkel S verdrängt. Hierdurch verringert sich die vom Gewicht B auf die Prallplatte P übertragene Kraft und der Druck der Prallplatte auf die Düse D wird kleiner. Es sinkt der Luftdruck über der Membrane des Ventils V und es fließt mehr Wasser aus der Scheideflasche ab. Da aber das steuernde Meßwerk eine statische Charakteristik besitzt, d.h. da jedem Differenzdruck Δp ein bestimmter Luftdruck und somit eine bestimmte Ventilstellung zugeordnet ist, arbeitet dieser Regler ohne Pendelung stabil und kontinuierlich. Und gerade der letztere Vorzug des kontinuierlichen Wasserabflusses ist oft von ausschlaggebender Bedeutung bei der Wahl: „Pneumatisch oder elektrisch?“ Ebenso wie der pneumatische Trennflächenmesser arbeitet auch dieser pneumatische Trennflächenregler in den Betrieben vollkommen störungsfrei.

Außer an Scheideflaschen sind auch an Tanks in letzter Zeit diese Trennflächenregler mit Erfolg angewendet worden (s. Fig. 20).

VIII. Z u s a m m e n f a s s u n g .

Die Messung und automatische Regelung des Standes der Trennfläche zwischen Wasser und Benzin in Scheidflaschen war von je ein dringendes Bedürfnis der Hydrierungsbetriebe. In dem vorliegenden Bericht wird beschrieben, wie in langjähriger Entwicklungsarbeit diese Aufgabe gelöst wurde. Zwei Apparatetypen sind das Ergebnis: Der elektrische und der pneumatische Trennflächenmesser bzw. -Regler. Die elektrischen Apparate beruhen auf dem Unterschied der elektrischen Leitfähigkeit zwischen Wasser und Benzin, die pneumatischen Apparate nützen den Unterschied des spezifischen Gewichtes der Flüssigkeit aus. Wegen der Einfachheit und größeren Betriebssicherheit sind die pneumatischen Geräte im Allgemeinen zu bevorzugen.

A

Weis

00000968

Nachtrag zu dem Bericht von Dipl. Ing. Weis"Trennflächen - Messung und Regelung in der Hydrierung des Leunawerkes"

Nach den guten Erfahrungen mit dem pneumatischen Trennflächenregler an Scheideflaschen und Tanks lag es nahe, auch für höhere Betriebsdrücke einen Trennflächenregler zu entwickeln, dessen Arbeitsprinzip auf dem Unterschied des spezifischen Gewichtes der Flüssigkeiten beruht. Da aber in unserem Werk zum Einblasen von Schutzgas normaler Weise nur Stickstoff von 6 atü zur Verfügung steht, war schon aus diesem Grunde für unsere 20 at - Anlagen dieses pneumatische Messverfahren nicht mehr anwendbar. Auf Vorschlag von Herrn Dipl. Ing. Wenzel wurde deshalb der in unseren Anlagen zahlreich angewendete elektrische Standmesser für die Trennflächenmessung nutzbar gemacht. (Siehe Bericht von Dipl. Ing. Weis: Elektrischer Flüssigkeitsstandmesser für Behälter unter Druck.) Die prinzipielle Anordnung eines solchen elektrisch-pneumatischen Trennflächenmessers und -reglers zeigt Fig 21. Parallel zur Scheideflasche Sch ist kommunikierend das Gefäß G angebracht. Anstelle der früheren Elektrode befindet sich aber nunmehr in dem Gefäß ein Aluminiumstab St, der an einer Feder F befestigt ist. (Siehe auch Fig. 22). An dem Aluminiumstab St ist mittels eines Kugelgelenkes K ein Eisenstab Fe befestigt, der durch die Linse L in die druckfeste V 2 A - Hülse H hineinragt. Je nach dem spezifischen Gewicht der Flüssigkeit im Gefäß G erfährt der Stab St einen kleineren oder größeren Auftrieb. Hierdurch ändert sich die Stellung des Auftriebskörpers. Jedem spezifischen Gewicht der Flüssigkeit ist somit eine bestimmte Stellung des Aluminium - bzw. Eisenstabes

zugeordnet. Diese Stellung des Eisenstabes Fe wird reibungslos aus dem Druckraum auf ein Anzeigegerät übertragen, ^{indem} über die V 2 A - Hülse H ein Solenoid S geschoben wird. Je nach der Eintauchtiefe des Eisenstabes Fe ändert sich die Selbstinduktion der Spule und wird mittels einer Wechselstrombrücke B auf dem Instrument I zur Anzeige gebracht. Der Ausschlag des Instrumentes I ist somit dem spezifischen Gewicht der Flüssigkeit in dem Gefäß G proportional. Befindet sich z. B. nur Benzin von dem spezifischen Gewicht $0,7 \text{ Kg/l}$ in dem Gefäß, so zeigt das Instrument auf Null, sobald aber das anfallende Wasser das Benzin mehr und mehr verdrängt, wird durch den größeren Auftrieb des Wassers ($s = 1,0 \text{ Kg/l}$) der Aluminiumstab mehr und mehr gehoben und gleichzeitig wird mit dem Ansteigen des Wassers, also der Trennfläche, das Instrument I immer mehr ausschlagen, bis schließlich sich nur Wasser in dem Gefäß G befindet. Da alle unsere elektrischen Standmesser für einen Hub von 25 mm gebaut sind, war es anzustreben, diesen Hub auch hier zu erreichen. Da aber der Unterschied zwischen Wasser und Benzin nur $0,3 \text{ Kg/l}$ beträgt, mußte die Feder F so gewählt werden, daß der Hub bei dem Übergang von Luft zu Wasser ca 80 mm betrug. Die nicht benötigten 50 mm Hub werden in diesem Fall durch einen Stellring SB, der an dem Eisenstab Fe befestigt ist, unterdrückt. Für einen Trennflächenmesser zwischen Propan und Wasser ergeben sich z. B. folgende Abmessungen: Feder: V 2 A Draht hart $0,9 \text{ mm } \phi$, Windungsdurchmesser: 10 mm, Windungszahl: 230, Aluminiumstab: 20ϕ ; Länge: 500 mm.

Nachdem nun so die Messung der Trennfläche bis zu beliebig hohem Druck z. B. 700 at einwandfrei gelöst war, konnte der Übergang zur automatischen Regelung leicht und ohne Schwierigkeiten vorgenommen werden. Wie bei unseren Temperaturreglern benützten wir einen lichtelektrischen Kompensationsapparat KP zur Verstärkung der Klemmenspannung am Instrument I. Der verstärkte Strom des Kompensapparates KP durchfließt dann wieder in bekannter Weise die Feldwicklung F des elektrisch-pneumatischen Drehankerrelais. Je nach der Stromstärke wird die Prallplatte P mit größerer oder kleinerer Kraft auf die Düse D aufgepreßt und der dadurch gesteuerte Luftdruck schließt

00000970

mehr oder weniger das Membranventil M. Auch dieser Regler arbeitet vollkommen kontinuierlich und besitzt eine statische Charakteristik, denn jedem Trennflächenstand ist eine bestimmte Stellung des Regulierventils M zugeordnet.

Der erste Regler dieser Art ist seit ca 2 Monaten an dem Propanwaschturm in Me 887 in Betrieb und hat bisher zu keinerlei Störung Veranlassung gegeben.

Zusammenfassend ist zu sagen, daß wir für die Trennflächenstandmessung und-regelung in Behältern mit hohem Betriebsdruck in Zukunft, wenn irgendmöglich, stets diese Auftriebsmessung verwenden werden und nur in Fällen, wo die spezifischen Gewichte der Flüssigkeiten zu dicht beieinanderliegen, werden noch Elektroden verwendet werden.

A

Weis

00000971

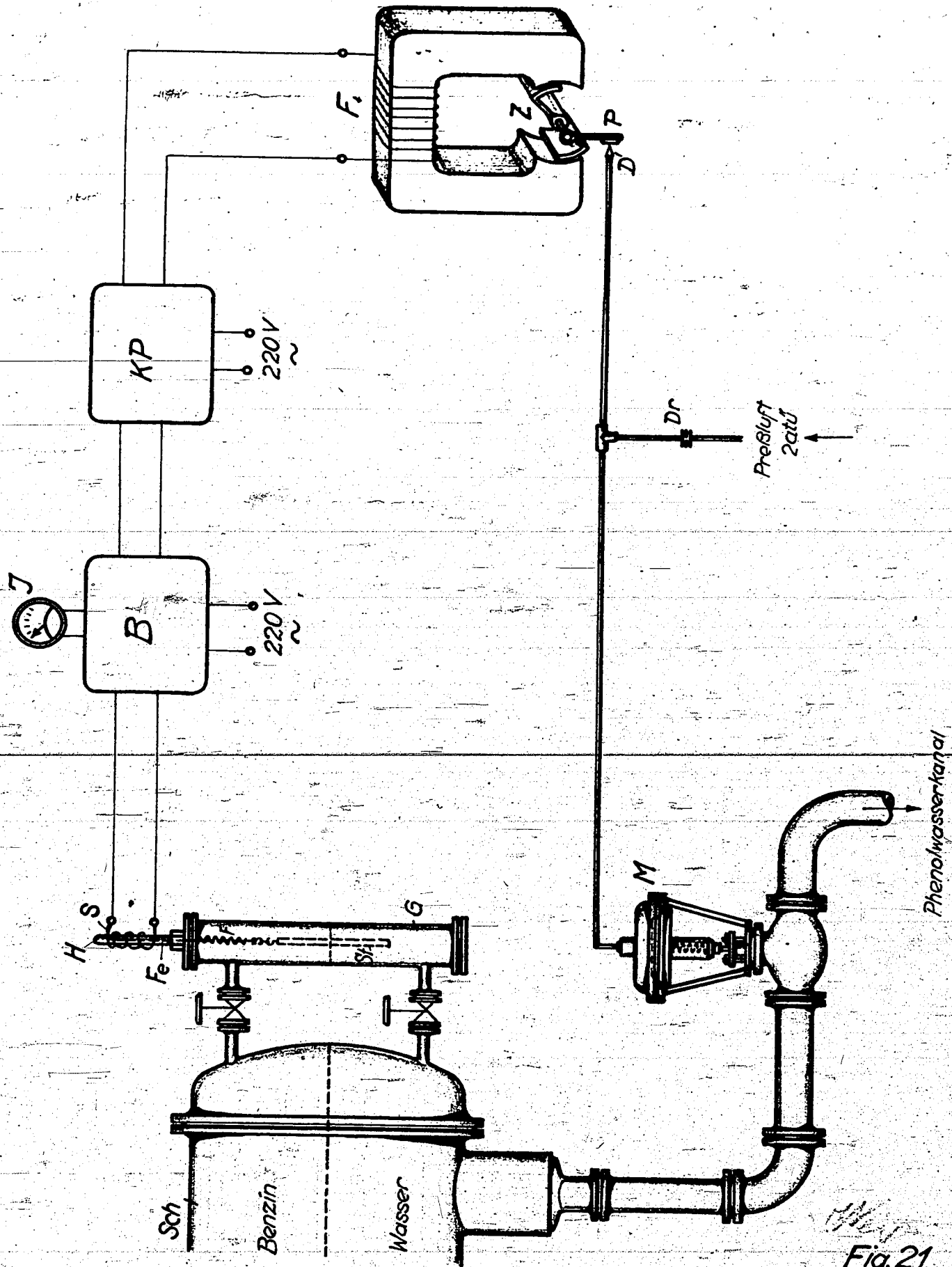
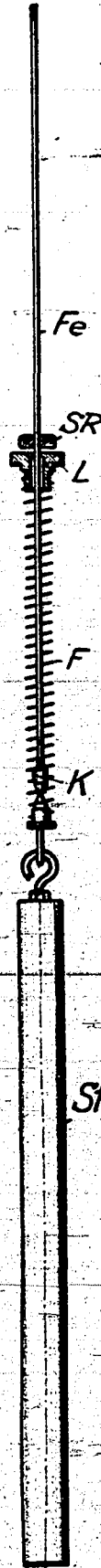


Fig. 21

0000972



Wess
Fig. 22

Ammoniakwerk Merseburg G. m. b. H.
Betriebskontr. Me 23 d. 26. 5. 40.

Auftriebskörper
für Trennflächenregler.

Br. SK 20/23. 1429.

DIN-Format A 4

00000973

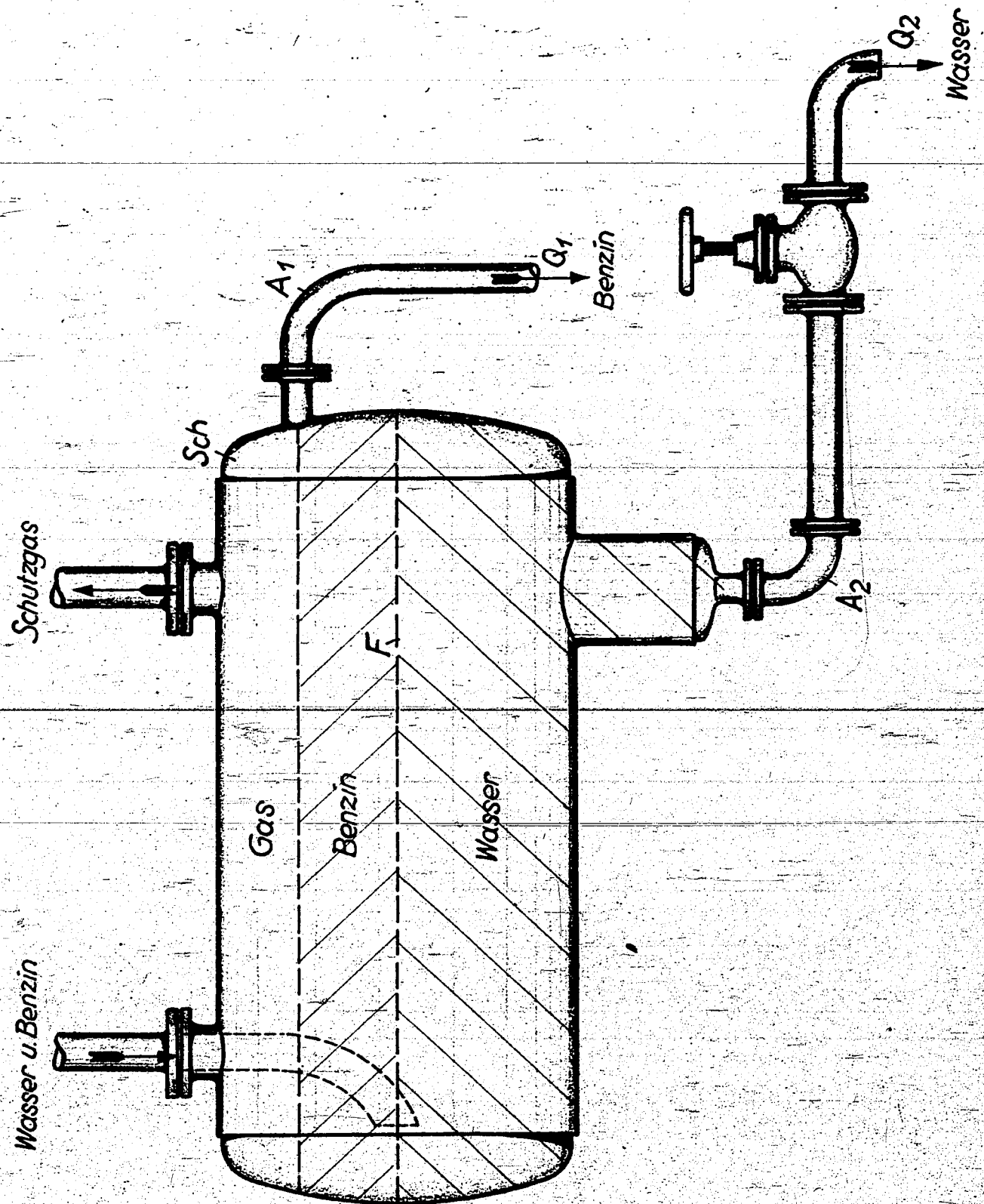


Fig. 1
Weis

Ammoniakwerk Merseburg G. m. b. H.
Betriebskontr. Me 23. d. 8. 4. 1910

Scheidflasche.

Br. Sk. 201/23. 1410

00006974

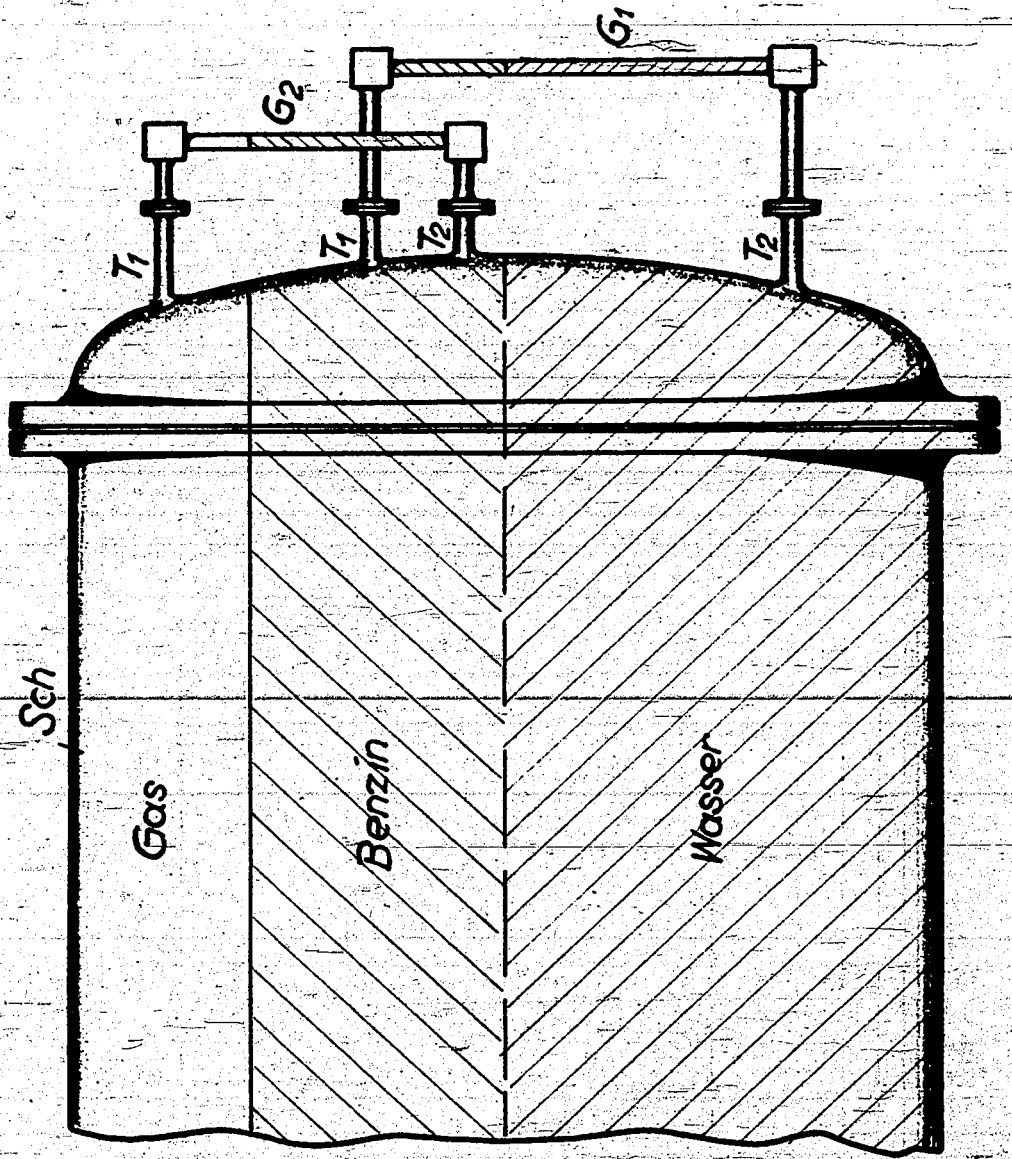


Fig. 2

Weis

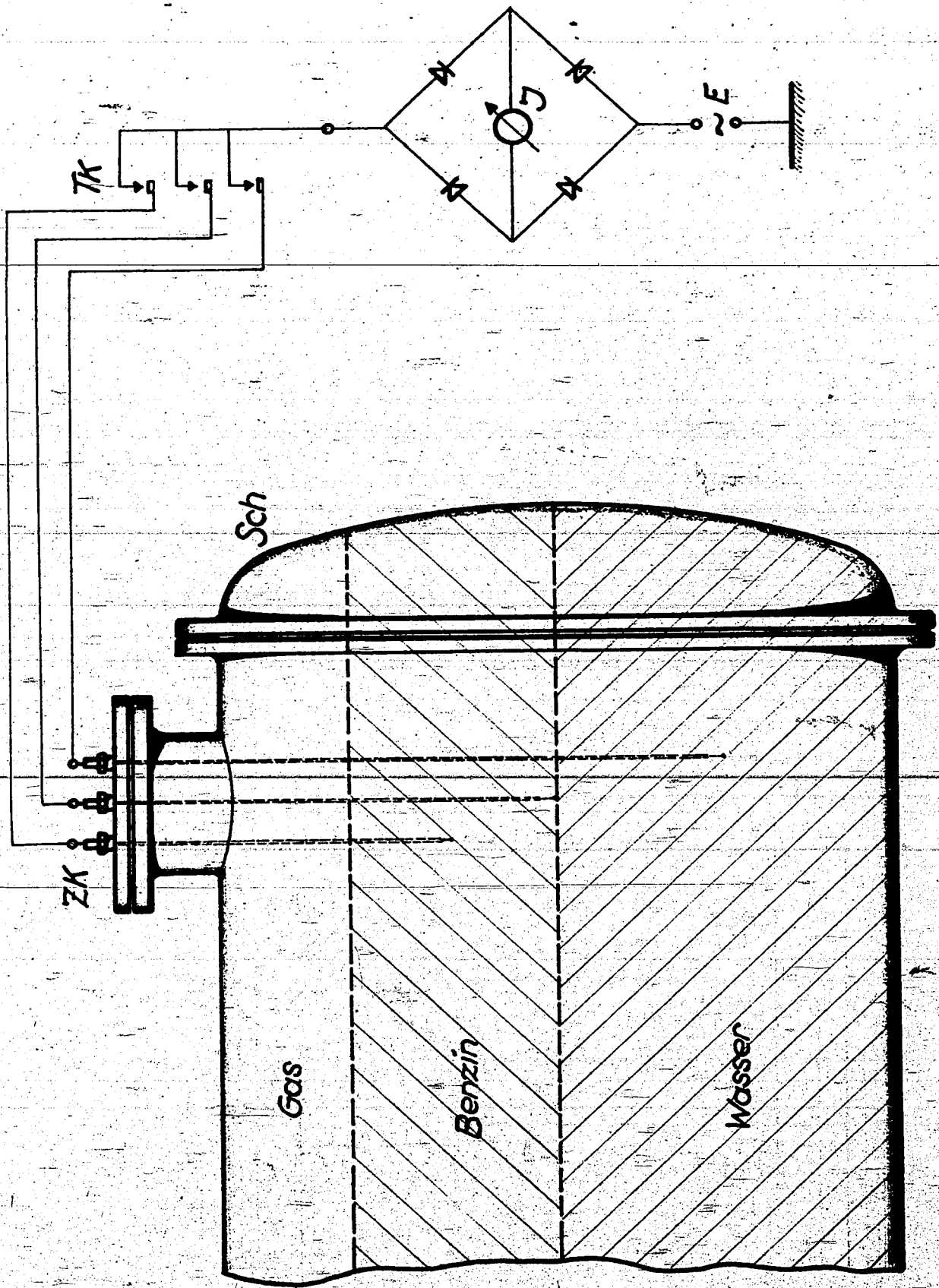
Ammoniakwerk Merseburg G. m. b. H.
Ber. Kontr. Me 23 d. 30. März 1940.

Schauglasanordnung
einer Scheidflasche.

Br. SK 20/23. 1411

DIN-Format A 4

00000975



W. Klein Fig. 3

Ammoniakwerk Merseburg G. m. b. H.
- Betr. Kontr. Nr. 23. d. 28. März 1940

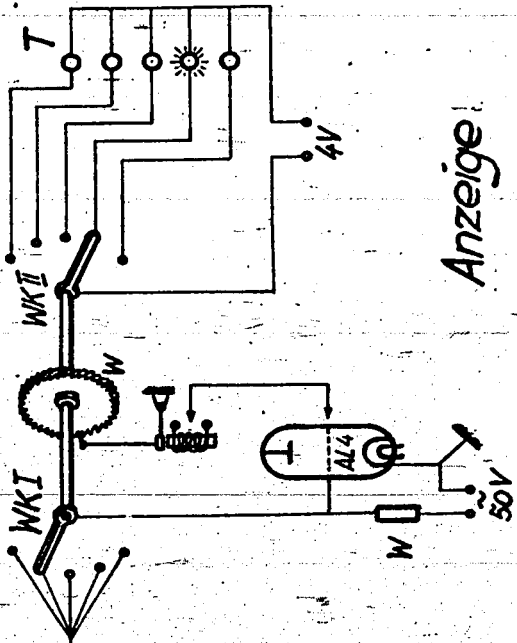
Handbetätigter
Trennfächenstandmesser.

Br:SK 20/23 1412

DN Form 7A 4

1940

00000976



Anzeige!

Regler

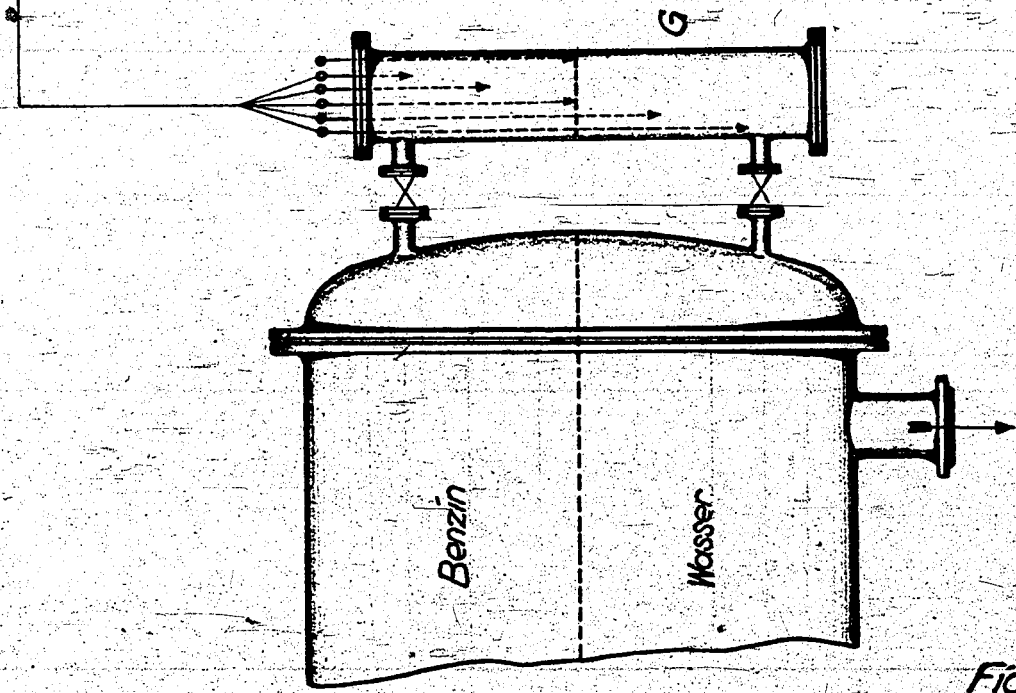


Fig. 4

Wies

Ammoniakwerk Merseburg G.m.b.H.
Betriebs-Kontr. Nr. 23 d. 2.4.40

Automatisch betätigter
Trennfächennmesser.

Br.SK. 20/23.1413

00000977

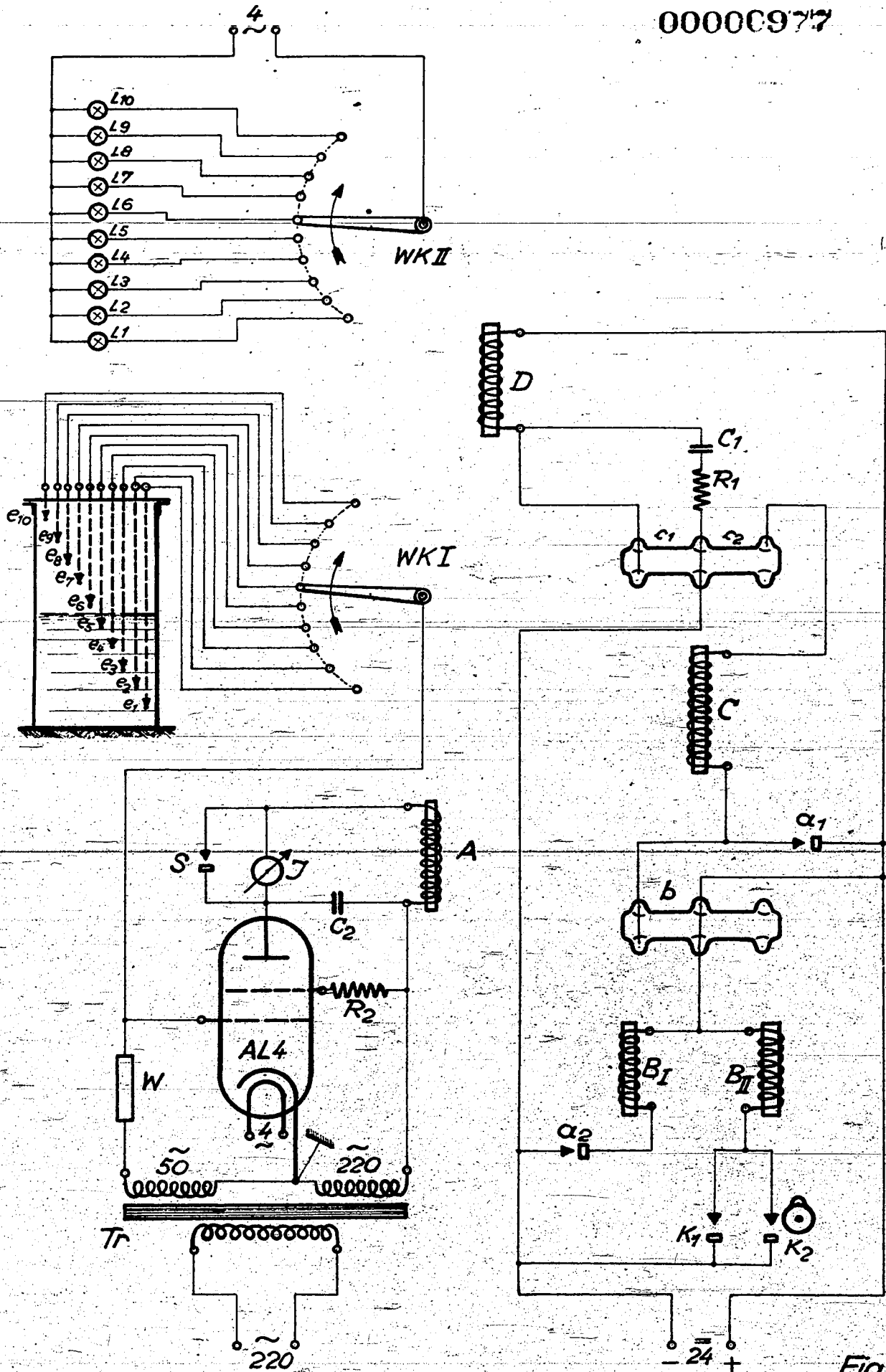


Fig. 5

Ammoniakwerk Merseburg G. m. b. H.
Bericht Nr. Me 23 d. 24. März 1940

Trennflächenmesser.

Br. SK 201/23. 1408.

DA-Feld A 4

00000978

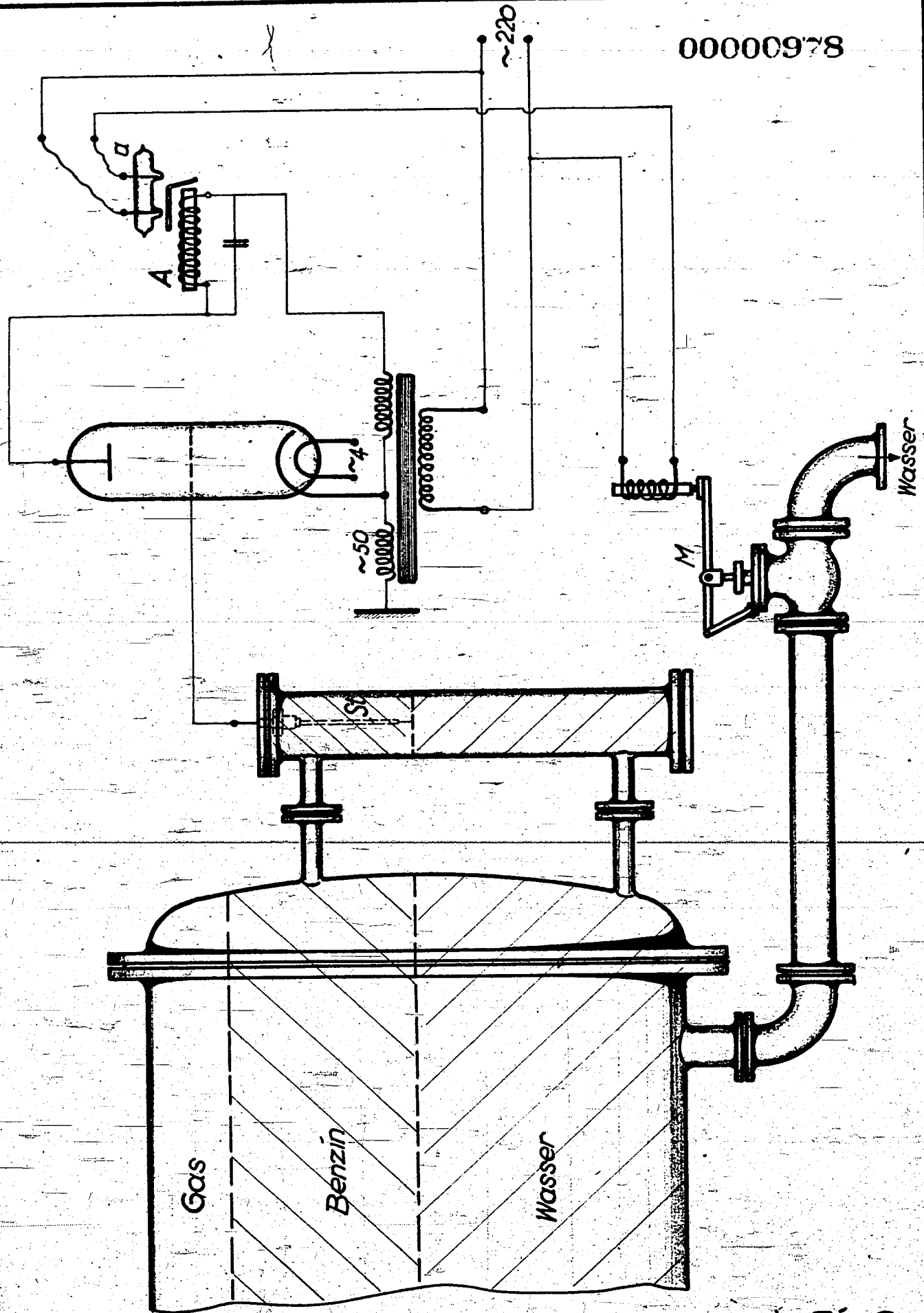


Fig. 6.

Weis

Ammoniakwerk Merseburg G. m. b. H.
Patr. Kontr. Nr. 23, d. 5.4.48 %

Trennflächenregler.

Br. SK. 20/23. 1414

00000979

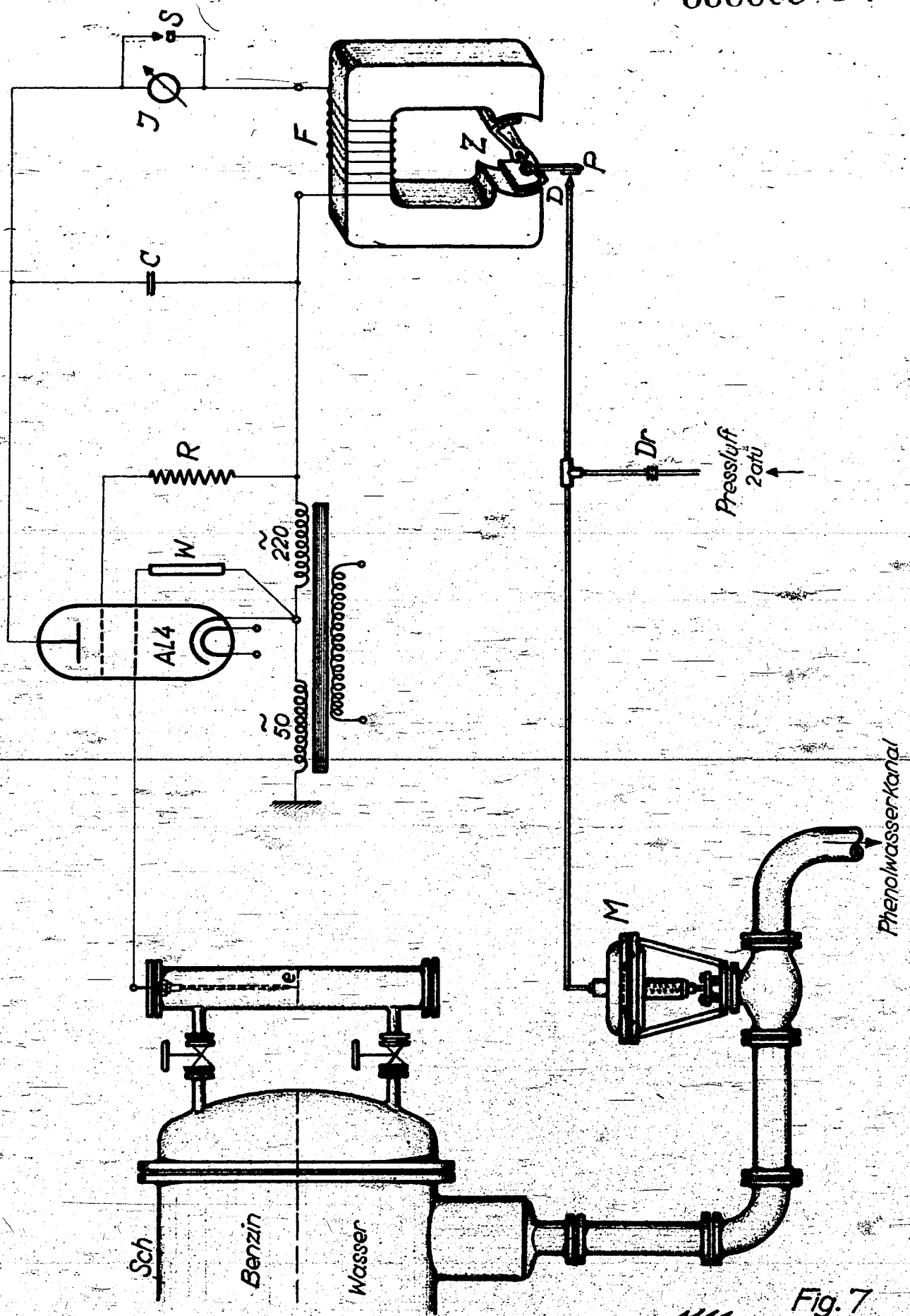


Fig. 7

Weis

Ammoniakwerk Merseburg G. m. b. H.
 Betr. Kontr. Me 23. d. 26. 340 36

Trennflächenregler.

BrSK 201/23. 1409.

Bll-Femat A 4

00000980

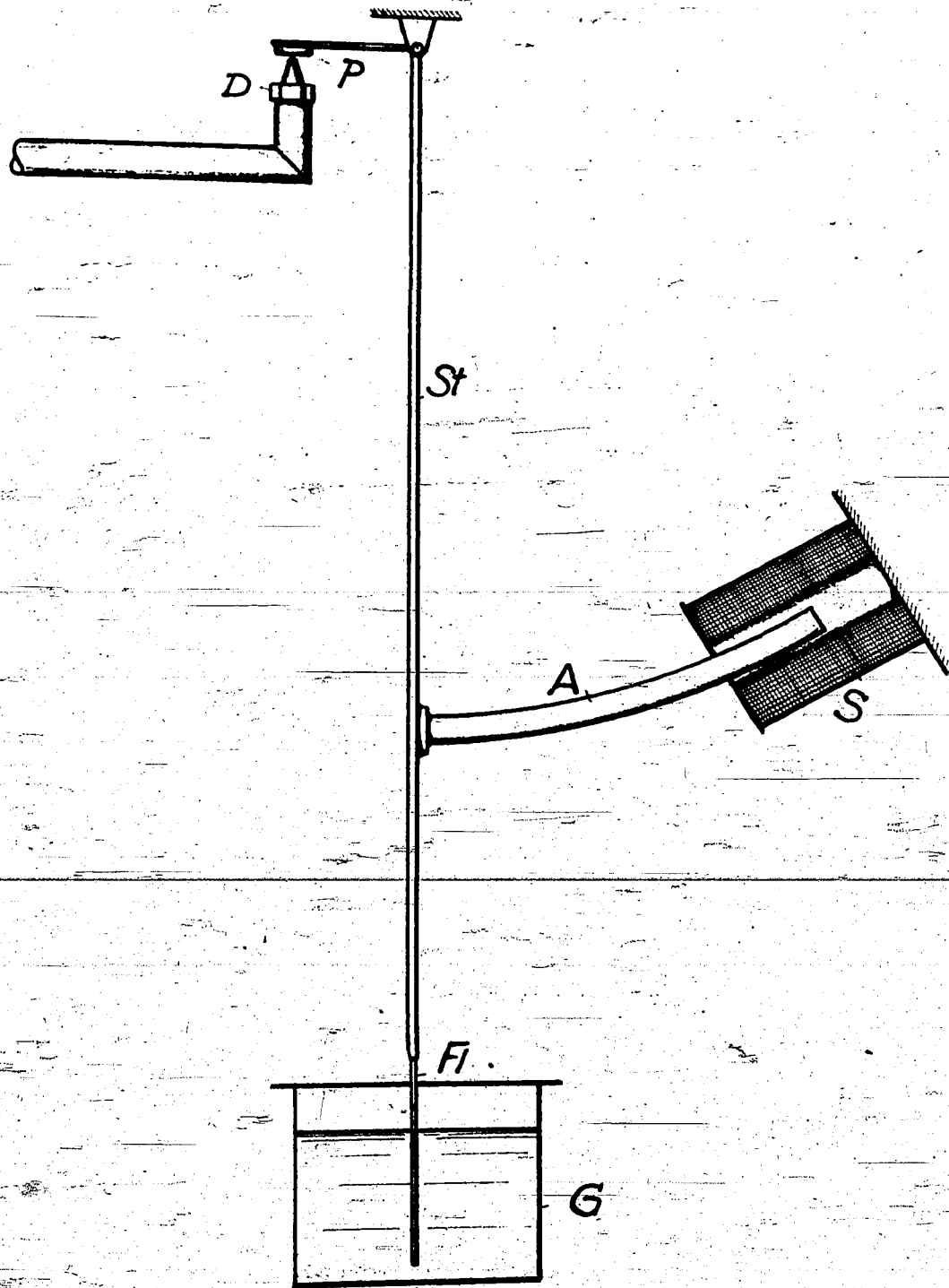


Fig. 8

W. Weis

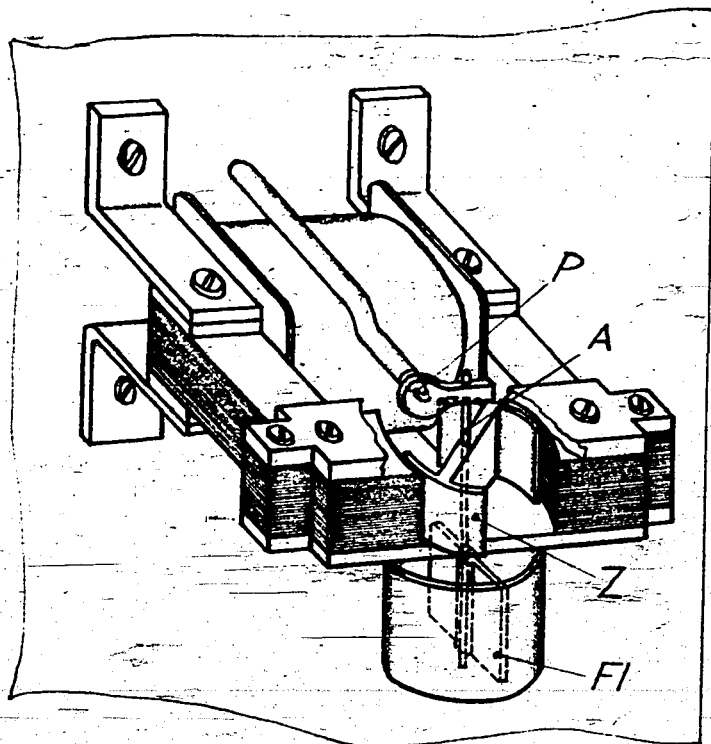
Ammoniakwerk Merseburg G. m. b. H.
Beitrag Kontr. Me 23. den 30. März 1940.

Elektrisch - Pneumatisches
Pendelrelais.

Br. SK. 201/23. 1415

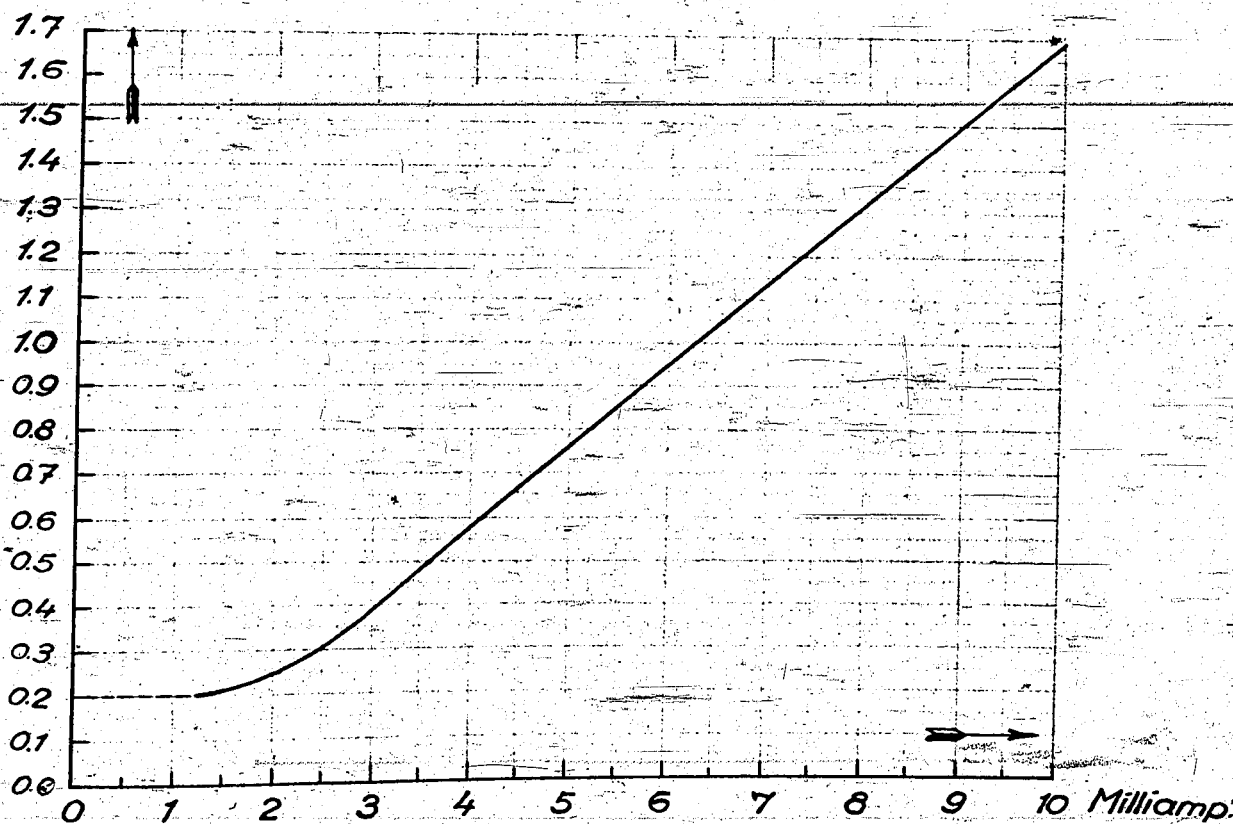
0000C9S1

Fig. 9



Steuerdruck
atü

Fig. 10



Ammoniakwerk Merseburg G. m. b. H.
Betr. Kontr. Me 23. 28. 3. 3936

Elektrisch - pneumatisches
Drehankerrelais

Br. SK. 201... 1341.

00000982

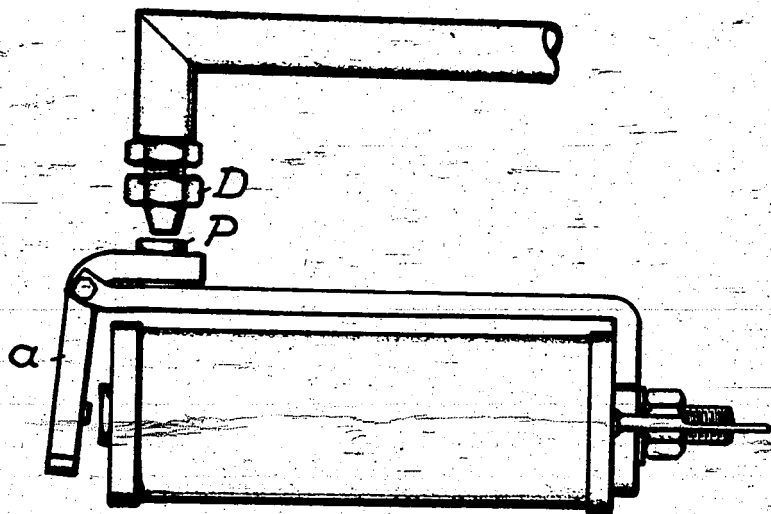


Fig. 11

Weis

00006983

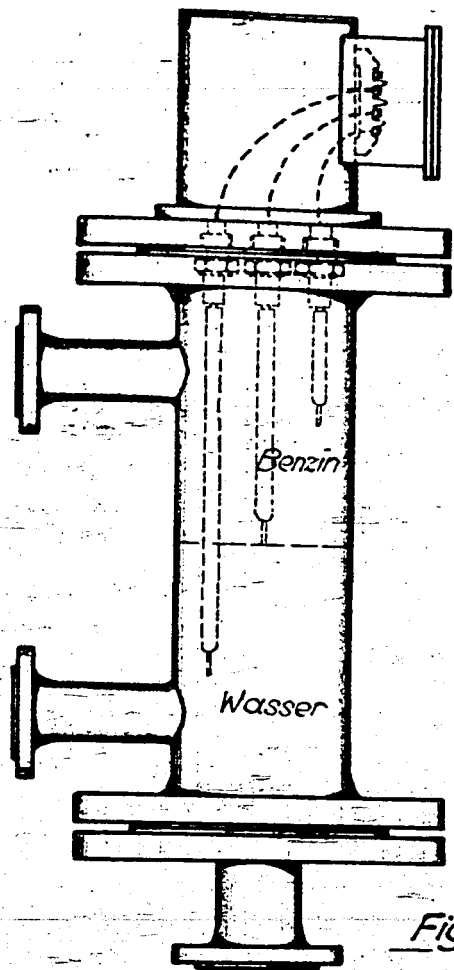


Fig. 12

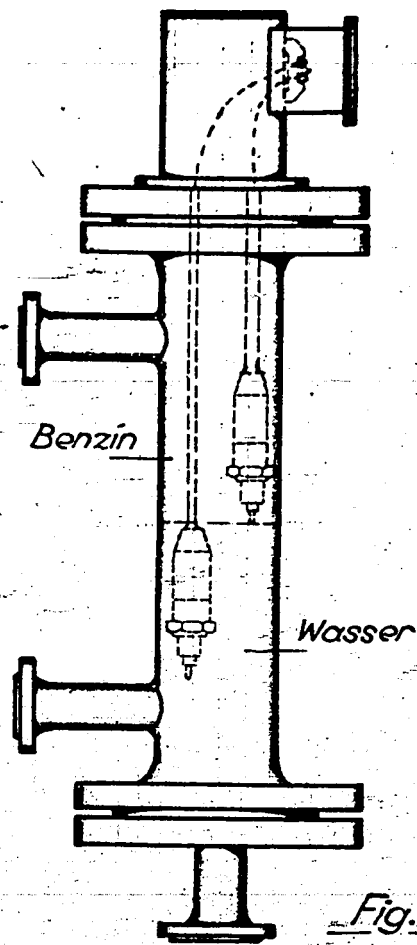


Fig. 13

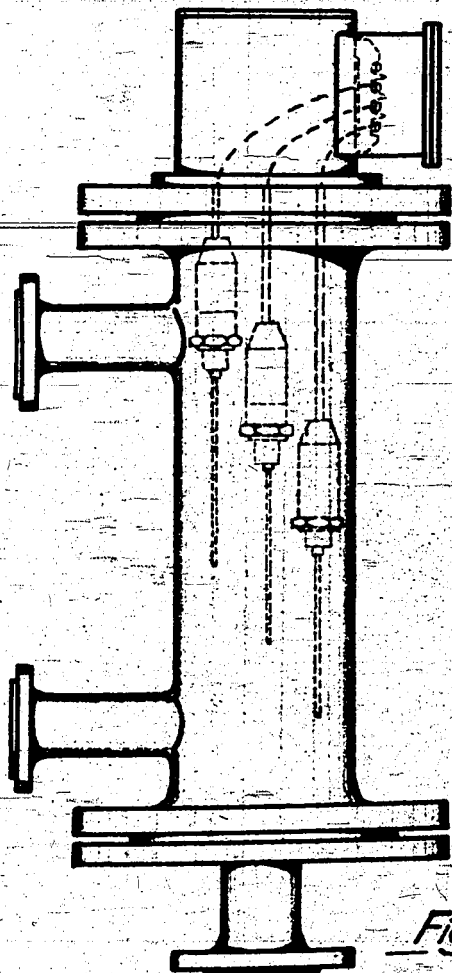


Fig. 14

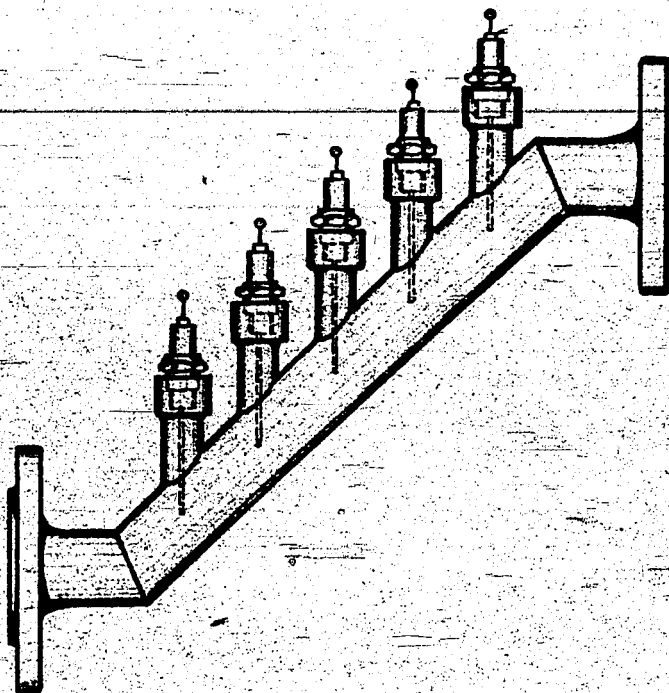


Fig. 15

Weis

0000985

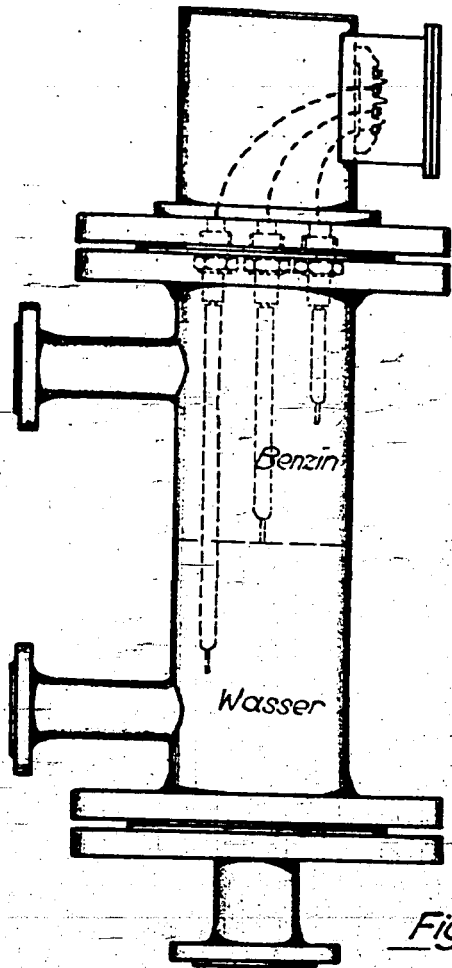


Fig. 12

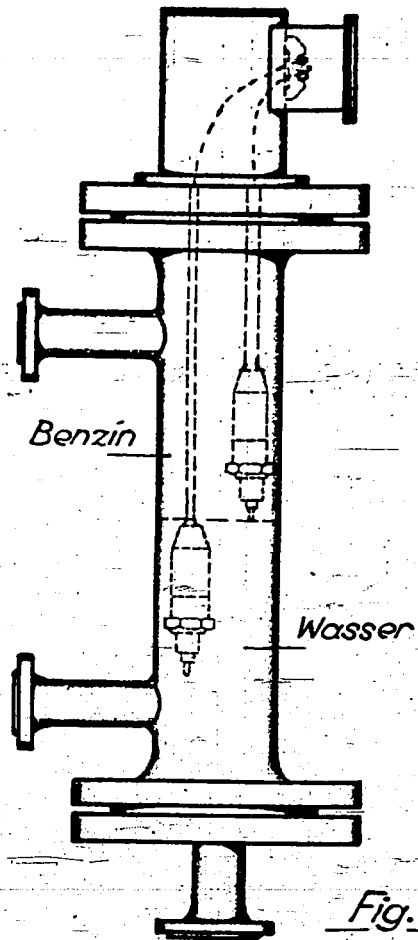


Fig. 13

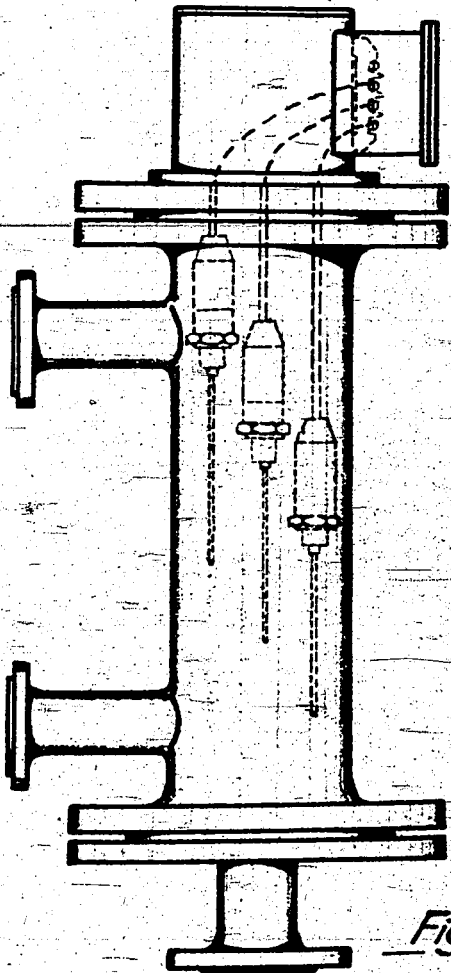


Fig. 14

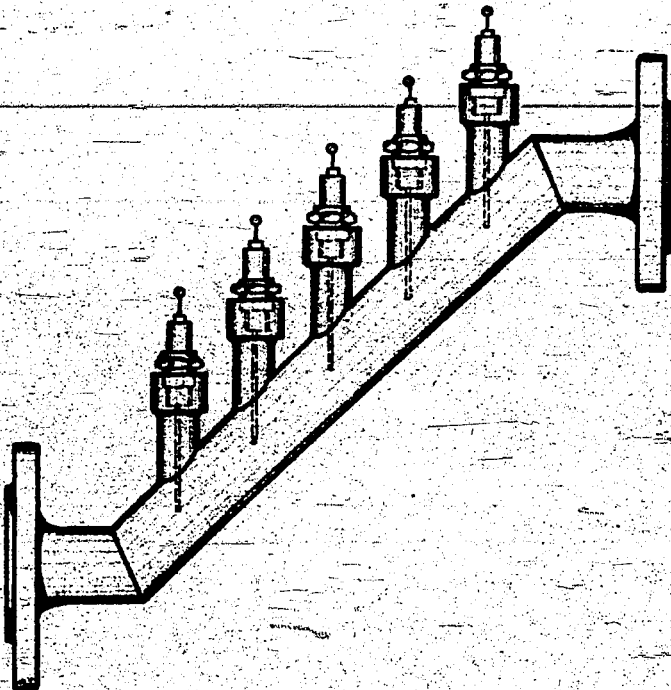


Fig. 15

Weis

00000984

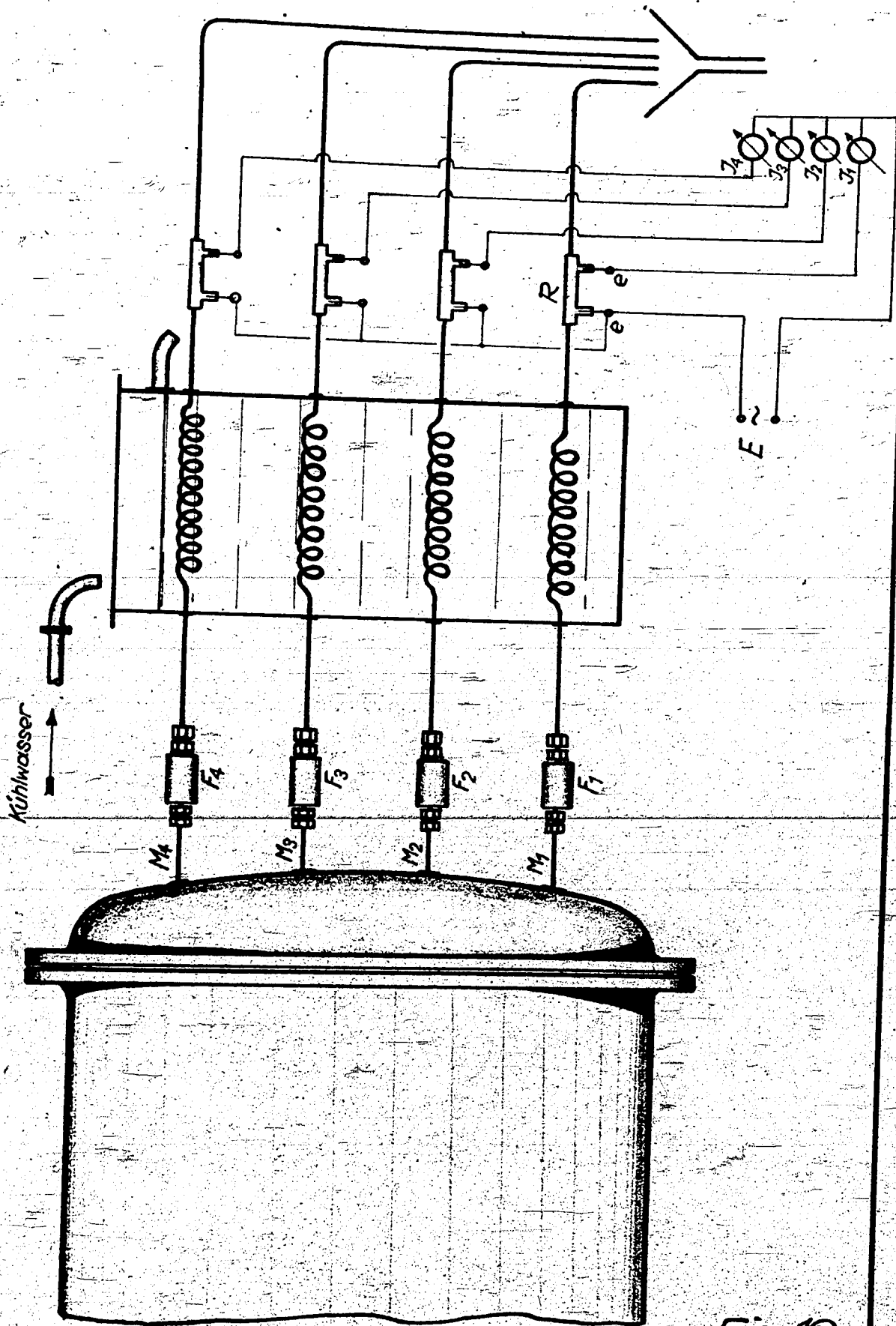


Fig. 16.

Weis

Ammoniakwerk Merseburg G. m. b. H.

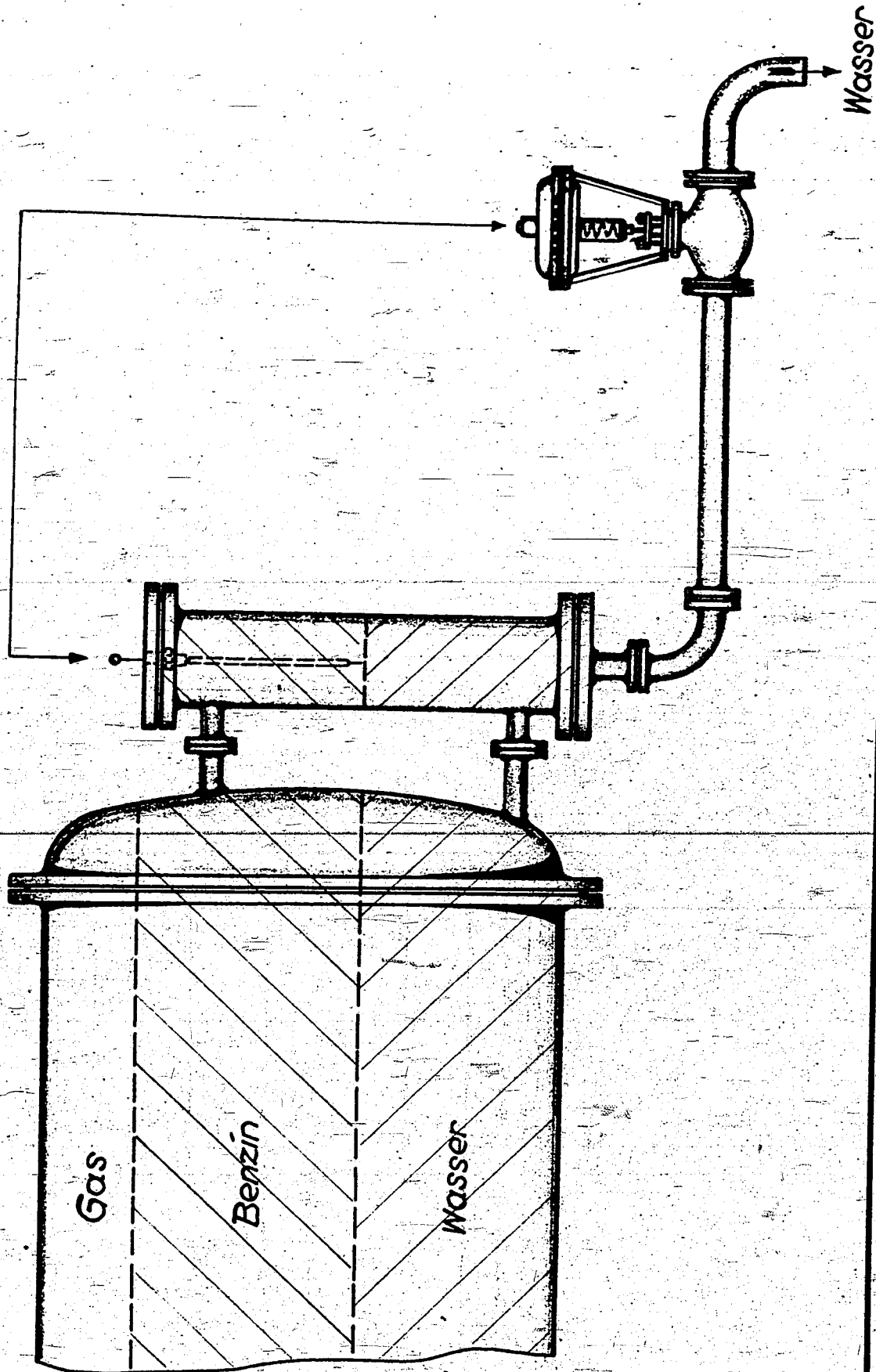
Beiz. Kontr. Me 23. d. 44.40. 12

Trennflächenmesser
mittels Probenahme.

Br. SK. 20/23. 14. 18

DN-Förmal A 4

00000935



Weis Fig. 17

Ammoniakwerk Merseburg G. m. b. H.
Reich. Pat. Nr. 23. d. 4. 4. 40

Trennflächenregler für
kleinen Wasseranfall.

Br. SK 201/23. 1419

DM-Format A

Wasser

00000986

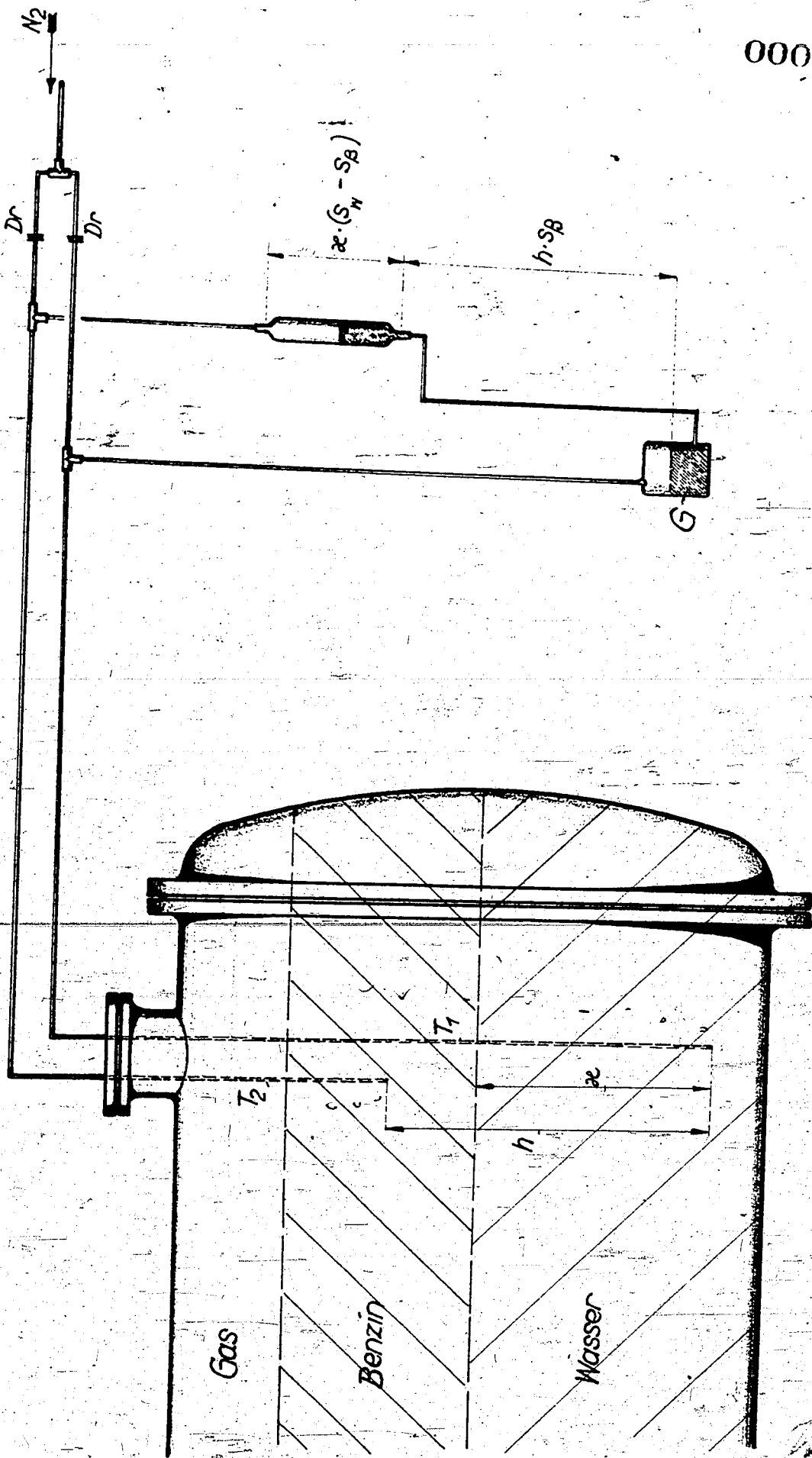


Fig. 18

Ammoniakwerk Merseburg G. m. b. H.
Betriebskontr. Me 23. dt. 16.4.40. 26

Pneumatischer Trennflächenmesser Br. SK 201/23. 1425

DIN-Format A 4

0000987

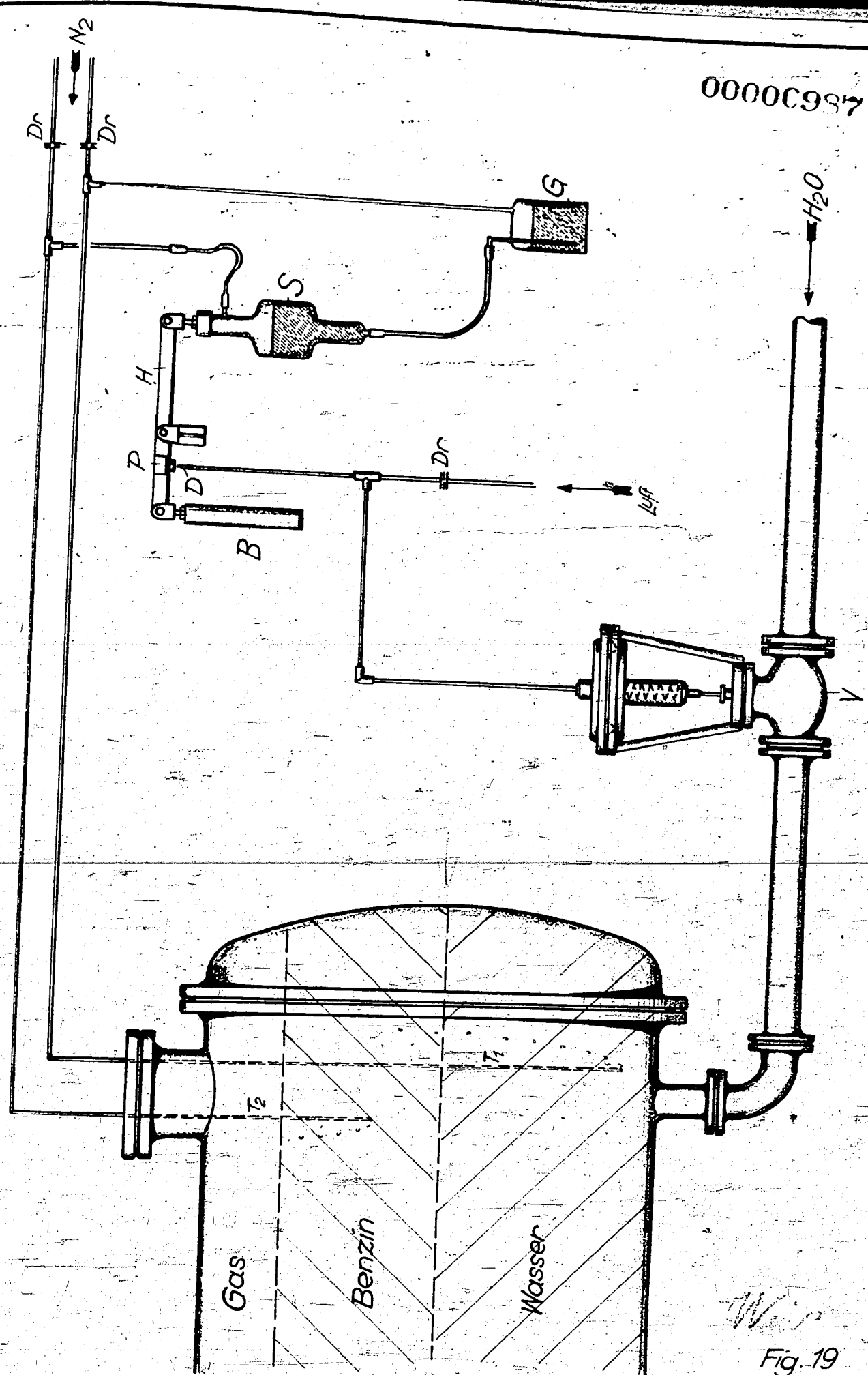


Fig. 19

0000938

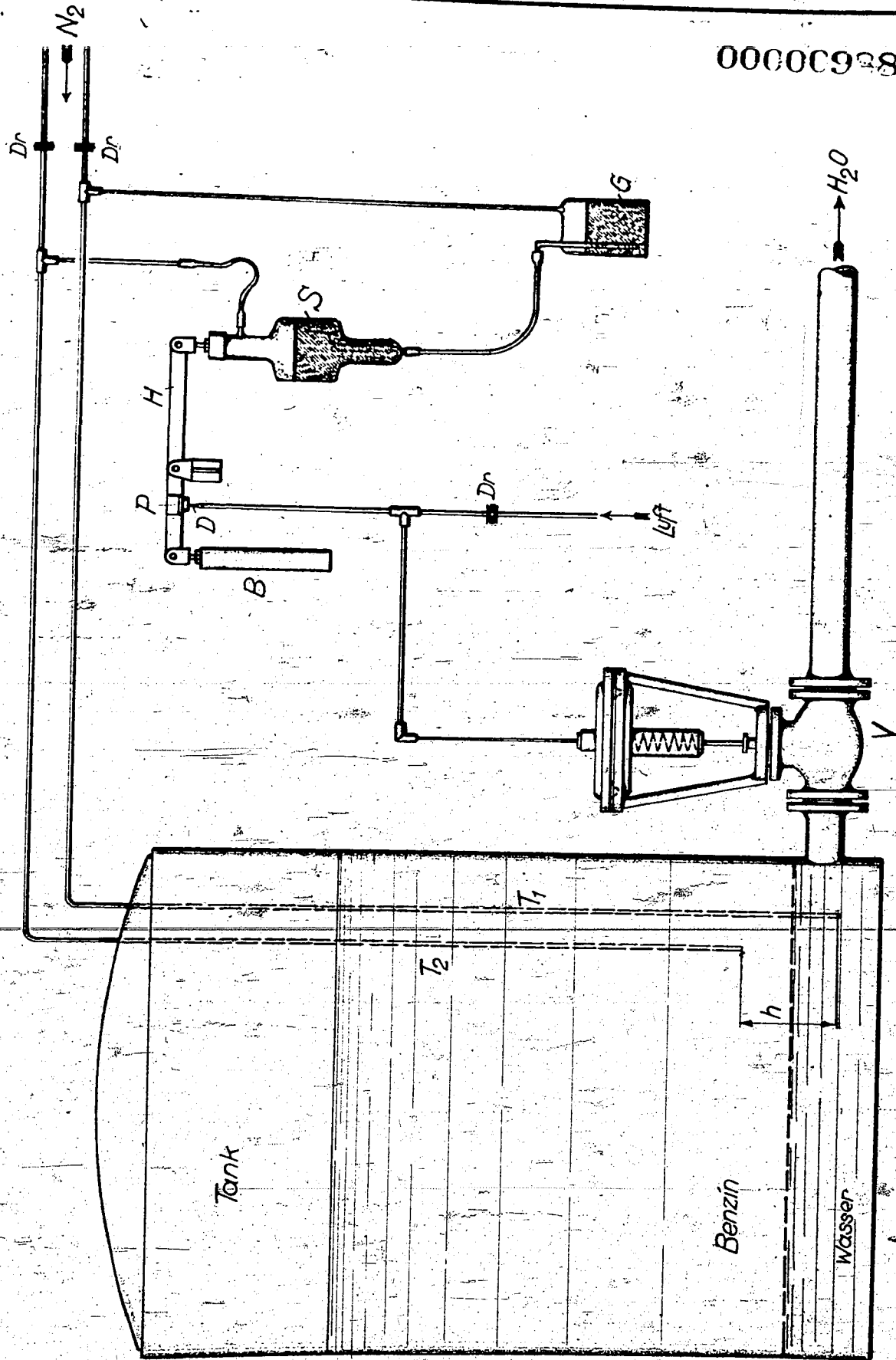


Fig. 20

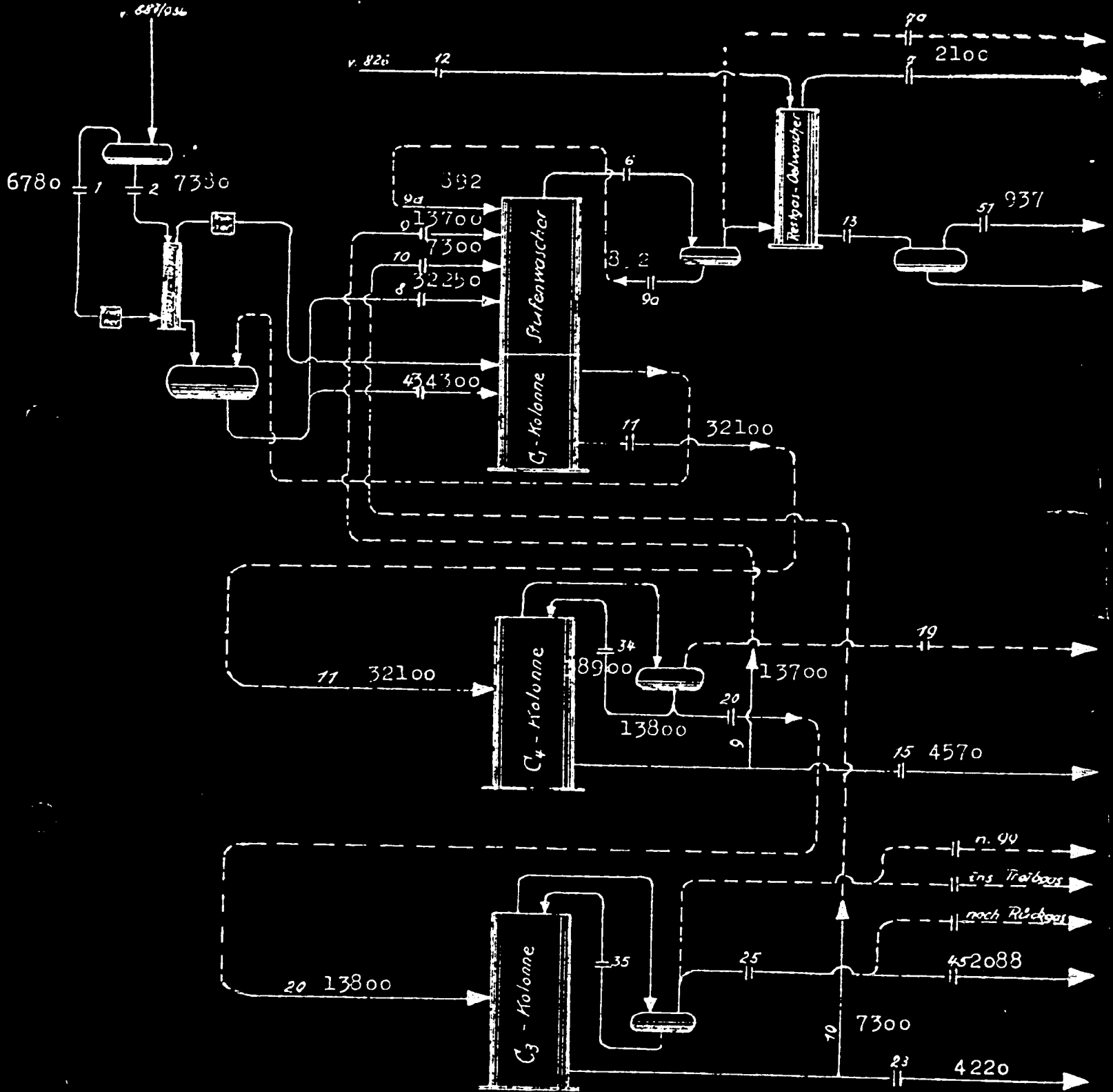
Ammoniakwerk Merseburg G. m. b. H.
Betriebskontr. Me 23 d. 5.3.40 ab

Kontinuierlicher Trennflächenregler.

Br. SK 201/23 1402^a

Me 914 Reichgaszerlegung - 20. April 1940 14⁰⁰

Eingang: in K₁/h Ausgang:



1400

00000990

HYDRO
30/4.02

37

Bag Target
3043.30/4.02

Freiburg

Richard

3

00000991

725131

00000992

1) Das Gewicht stammt von der ersten Betriebsperiode
des 2 Liter-Otens bei 600 atm Wasserstoffdruck.

00000993

... bei der ersten ...
... bei ...
... wurde als ...
... verwendet

1251

3

00000994

... 1-4+0 in ...
... methode van de ...

00000996

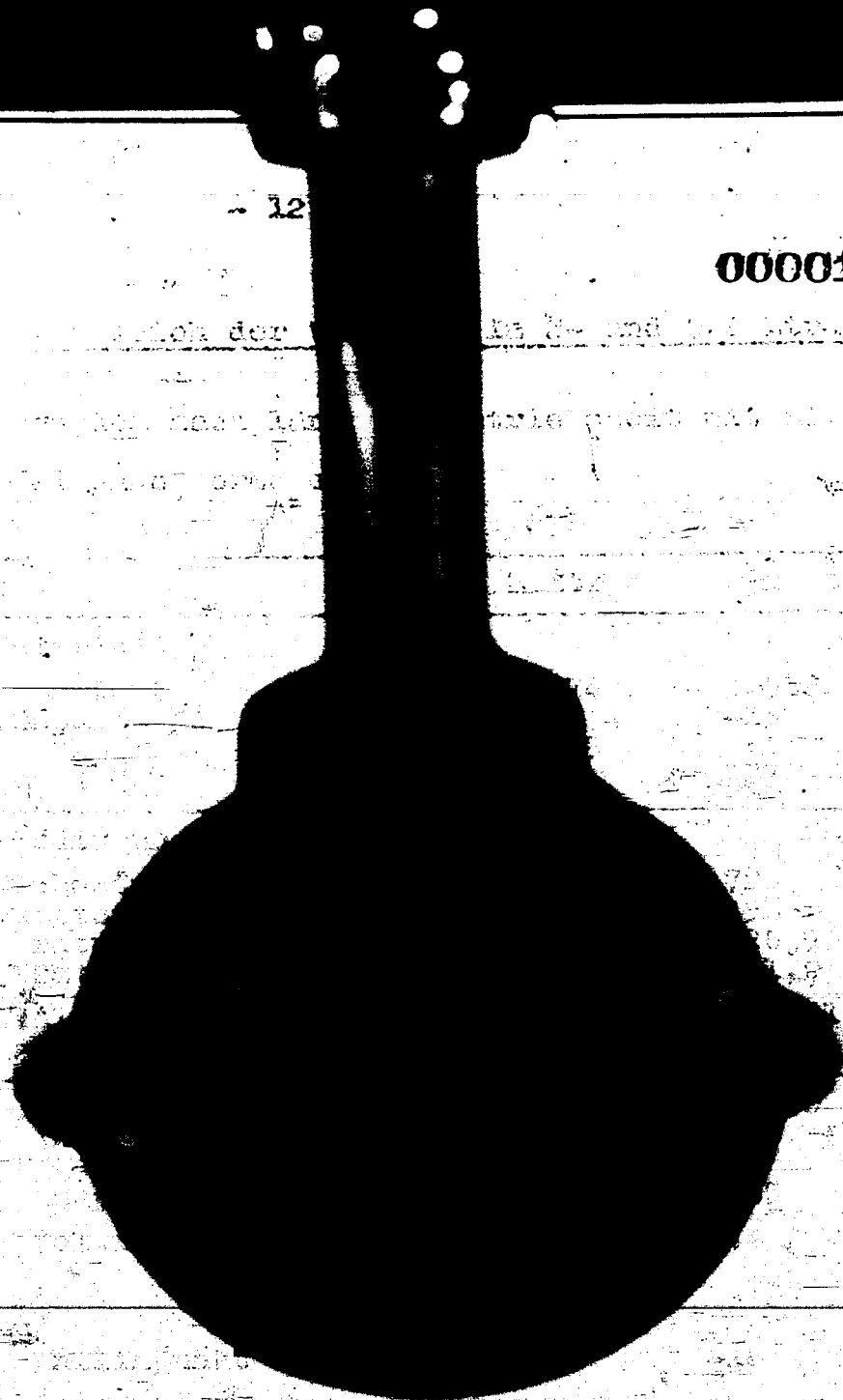
Nach 1200 Betriebsstunden wurde der Druck auf 540 atm
erhöht. Zur Zeit stellt sich der Ofen bei diesen Bedingungen ein,
es wurde zunächst bei 0,41 Leistung ein Benzin mit 40 Vol. %
Aromaten erhalten.

00006999

ERS
uch
5°C
941
1st
en

Eiaspritzprodukt		Komplettanalyse + Schmelzpunkt		Steinbock	
		Schmelzpunkt (unverfälscht)		verfälscht	
		Weißer		Gelber	
		Schmelzpunkt		Schmelzpunkt	
Spez. Gewicht	0,890	0,900	0,900	0,914	
Anilinpunkt	-11,0	-15,0	-16,0	-18	
Siedebeginn	306	320	326	325	
Endpunkt	306	320	326	325	
% Phenolgehalt	0,29	0,42	0,64	1,33	
Nettobestand:					
Kontakt:					
Druck	1500	1500	1500	1500	
Temperatur	25	25	25	25	
Durchsatz					
obere Kante	2,5	2,5	2,5	2,5	
Richtführung					
Benzinanalyse:					
Spez. Gewicht	0,775	0,780	0,780	0,780	
Anilinpunkt	115	112	112	112	
Siedebeginn	50	50	50	50	
-70°C	3	3	3	3	
-100°C	45	33	33	33	
-150°C	94	95	93	93	
-160°C	98	98	98	98	
Endpunkt	180	180	180	180	
Zusammensetzung:					
(Gew. % korr.)					
Paraffine	22	19	18,5	18,5	
Naphthene	38	39	45	38	
Aromaten	38	40	37	46	
Ungesättigte	2	2	1,5	2,5	
Korr. Vol. Aromaten + Olefine	36	38	35	44	
Ktanzahlen:					
Motormethode	78	77,5	76	76	
Motormethode + 0,12 Blei	92,0		89	89	
C-Vergasung/Benzin + Vergasung (stabilisiert)	ca. 14	16,0	20,5	18,0	
Mittelwert:					
Spez. Gewicht	0,890	0,900	0,900	0,914	
Anilinpunkt	-11,0	-15,0	-16,0	-18	
Endpunkt	306	320	326	325	
% Phenole	0,29	0,42	0,64	1,33	

00001002



... der ...
...
...
...

... der ...
...
...
...

Hoch...

00004003

Ludwigshafen a. R. den 17. April 1941/Er.

Hydro

30/4.02

AN
den Beauftragten für den Vierjahresplan
Der Generalbevollmächtigte
für Sonderfragen der chemischen Industrie
a. d. v. d. Reichsregierung

Bez. 70...

... vom 1. Dezember
... der Linkeunter-

Büro Target

3 043 - 30/4.02

3 Anlagen

16/5/1

Hochdruckversuche

17. April 1941 /.

Lu 558

Untersuchung über die Anwendung von
700 oder 300 atm in der Phase.

Die ... der ... bei ... verschiedene ...

... Anwendung ... (etc);

... durch ...

... von ...

... des ...

... bei ...

... anzuwen- den, d.h. ...

... so wurde ... von der I.G. nicht in die Praxis eingeführt,

- 1) weil die Beschaffung der 700 atm-Hochdrucköfen einen Engpass im Programm für die Herstellung der Hochdruck-hohlkörper darstellte;
- 2) weil das 700 atm-Hochdruckmaterial noch nicht genügend entwickelt war, insbesondere für die höheren Temperaturen der Gasphasenhydrierung;
- 3) weil die Kosten bei der 700 atm-Arbeitsweise, wenigstens solange diese noch in der Entwicklung war, trotz Berücksichtigung des erhöhten Durchsatzes zunächst teurer erschienen als bei 300 atm. Deshalb wählte man 700 atm nur, wo es dringend notwendig war, wie bei der Vorarbeitung von Asphalten und schwerflüchtbaren Kohlen in der Dampfphase;
- 4) weil die 300 atm-Gasphase-Hydrierung so weit entwickelt war, daß man allen Anforderungen, die in Praxis gerecht werden konnte.

Anders war die Lage da, wo außer der 700 atm-Gasphase auf eine kleine Gasphase vorhanden ist, besonders dann, wenn letztere später hinzugebaut wurde. In solchen Fällen bietet es von vornherein einen erheblichen Vorteil, unter dem Druck zu arbeiten. Von dieser Überlegung ausgehend hat man sowohl in Amerika als auch in Deutschland diese Gasphasen und 700 atm auch in der Gasphase angedacht. Hierdurch konnte man mit gemeinsamen Gaskreislauf in Dampf- und Gasphase arbeiten, Umlaufpumpen und Kompressoren einsparen und die Kreislaufgaswäsche verkleinern. In Telheim wurden Katalysatoren für die 700 atm-Gasphasenhydrierung entwickelt. Als Rohstoff wird Lech verarbeitet, das bei der Aromatisierung ein Benzol mit 50 Vol.-% Aromaten oder auch mehr liefert und das sich als aromatischer Hochleistungskraftstoff (VT 706) bewährt.

Verarbeitung von Steinbohrerfrä-

sigmaschinen

Mittel zur Ermittlung der

Werkstoffleistung

Verfahren zur Ermittlung der

Werkstoffleistung

1) u. 2) bei gleicher Bestimmungsmethode weichen die Argonengehalte nur wenig voneinander ab.

...wichtiger für die Entscheidung der Frage, ob man die Gasphasenhydrierung bei 700 oder bei 300 atm durchführt, ist es, nicht allein die Aromatisierung zu betrachten, sondern auch die sonstigen Verfahren in der Gasphase, wie die Verarbeitung schwerer Ole über Platina-komplexierten Katalysator, die Vorhydrierung und Benzolierung¹⁾ und die Kombination von Benzolierung bzw. Aromatisierung mit dem ...-Verfahren. Wie bei der Aromatisierung ergibt man auch bei Vorhydrierungen vor allem bei 700 atm etwas höhere Ausbeuten an aromatischen als bei 300 atm. Für die Verwitterung ... über ...-komplexierten Katalysator ... ist ... ist, ... kann, ... bei 700 atm ... ein technisch anwendbarer Katalysator ...

... bei 700 atm ... besteht u. a. ... bei 700 atm nicht die ...-Benzolierung ...

... über die ... Verfahren lässt sich ... die ... eingesetzt ...

In der folgenden Tabelle sind außer der Ausbeute an Fluoren bzw. aromatischen Hochleistungskraftstoffen auch die Ausbeuten an diesen Produkten einschl. Fliegerbenzin-Alkylat angegeben. Dabei ist für die Alkylatherstellung nicht nur das Butan der Gasphase, sondern auch das Butan der Sumpphase einbezogen worden. Als Rohstoff ist ein Steinkohlemittelöl mit 40 Vol.-% Sumpf-

1) spaltende Druckhydrierung bei etwa 400°

Phasebenzin, wie es etwa in Oberechledien anfallen wird, eingesetzt. Auf Grund von Versuchen, von denen die Aromatisierung in Walheim und Ludwigshafen, die übrigen in Ludwigshafen durchgeführt wurden, ergibt sich folgendes Bild:

		Ausbeuten	
		ohne Alkylat	mit Alkylat
Benzinziehung bei 300 atm	Lugbenzin Typ Oktanzahl 87	etwa 84	etwa 99
Aromatisierung bei 300 atm	C ₃ -Qualität mit 40 Vol.-% Aromaten ¹⁾	81	85
Aromatisierung bei 700 atm	C ₃ -Qualität mit etwa 35 Vol.-% Aromaten ¹⁾	82	86
Benzinziehung	Mischkomponente mit 50 Vol.-% Aromaten ¹⁾ für C ₂ -Qualität ²⁾	78	92
milde Aromatisierung bei 300 atm	erreicht beinahe die vorstehende Qualität	76	81
milde Aromatisierung bei 700 atm		78	83

Man sieht, daß die Ausbeutunterschiede bei vergleichbaren Qualitäten bei der Arbeitsweise bei 300 und 700 atm verhältnismäßig klein sind. Da die Ausbeute den wichtigste Faktor für die Beurteilung der Wirtschaftlichkeit der verschiedenen Arbeitsweisen bildet, läßt sich auf Grund der Gesteinkosten keine

- 1) Aromaten nach korrigierter Anilinpunktmethode
- 2) Dieses BHL-Benzin kann statt mit Isooktan auch mit 20 % Leichtbenzin auf C₂-Qualität gestellt werden.

eindeutige Entscheidung treffen. Die Unterschiede beim Arbeiten bei 300 und 700 atm werden keinesfalls groß sein.

Die Anlagekosten für die Aromatisierung sind nach unseren Schätzungen bei 700 atm trotz der erhöhten Leistungen anscheinend höher als bei 300 atm. Die Unterschiede sind jedoch auch hier so klein (für 15 t/die Erzeugnisprodukt rd. 2 Mill. M. bei Anlagekosten der Gasphase von etwa 12 Mill. M.), daß sie in der Größenordnung von 1% der gesamten Anlagekosten liegen.

Wir sind im Hinblick auf die Ausbaustufe von Obereschleien II, die in der Gasphase arbeiten, so mit einer Erweiterung...

Die Obereschleien II sind in der Gasphase zu arbeiten. Die Umstellung beider Obereschleien II auf die Gasphase ist eine notwendige Maßnahme. Ein Vergleich der Anlagenkosten der Obereschleien II mit den Kosten der...

2) Die Obereschleien II sind zu erweitern, u. die Möglichkeit, die Obereschleien II auf die Gasphase umzustellen. Bei Vergrößerung des Reaktorvolumens durch einen aromatisierten Katalysator bei 700 atm sind dann keine Änderungen in der Gasphase nötig. U.S. mußte aber die Gasphase erweitert werden.

3) Die 700 atm-Gasphase läßt sich in einfacher Weise, natürlich auch auf die Erzeugung von Autobenzin oder normalem 37er Flugbenzin umstellen. Hierbei ist der Ausbeuteertrag gegenüber 300 atm etwas größer als bei der Aromatisierung. Außerdem wird man mit sparmetallärmeren Katalysatoren arbeiten können als bei 300 atm.

Wir müssen jedoch darauf hinweisen, daß Obereschleien II nach Errichtung der 700 atm-Gasphase zunächst nicht in der Lage ist, einen Hochleistungskraftstoff mit 50 Vol.% Aromat...

ton abzuliefern. Es wird nach dem jetzigen Stand ein Aromaten-
treibstoff mit etwa 35 bzw. 42 Vol.-% Aromaten + Olefine¹⁾ anfallen,
der nach den bisherigen Untersuchungen vorzuziehen aus Vertheil bei
der IVB C_2 -Qualität hat. Die Verwendung von C_2 -Kraftstoff ist
demgegenüber nach dem jetzigen Stand der Aromatisierung nicht möglich.

Die Entscheidung über die Bauart der Gasphase für Oberschle-
sien II ist jetzt sehr schwierig. Wie gesagt, war sie jedoch auf
Grund der Wirtschaftlichkeit sehr schwer zu fällen, da es sich um
eine große Investitionsumme handelt. Wichtig ist die Frage,
wie sich die Aromatisierung an der beschriebenen Kraftstoffart ent-
wickeln wird.

Es ist zu bedenken, dass in der Zukunft nicht mehr als C_2 -
Kraftstoff verwendet wird. Außerdem ist das auch mit der 700 atm-
Aromatisierung verbunden. In der Zukunft ist schon C_2 -Quali-
tät verwendet, was die 700 atm-Drucke auf normale Betriebs-
drücke zurückzuführen ist. Die Gefahr ist eine beträchtliche
Erhöhung der Kosten. Um eine Erzeugung von C_2 -Kraftstoff

durch eine Austausch- oder andere Reaktion sich erwünschten lässt,
ist noch zu prüfen. Einige Punkte von technischer Art sind noch offen
sind, zum Teil zur Entscheidung über den Bau einer Anlage in
Schlesien zu geordnet werden.

Bei obigen Darlegungen wurde, was wohl zulässig ist, un-
terstellt, dass die Beschaffung geeigneten Materials für 700 atm
nicht schwieriger ist als für 300 atm.

Außerdem ergibt sich aus obigen Ableitungen, daß die
Gründe, die dazu führen, für die Gasphase Oberschlesien II zunächst
den Bau einer 700 atm-Gasphase zu empfehlen und die Entscheidung
über

1) nach korrigierter Anilinpunkt- oder nach Kattwinkel
(B.V.M.)-Methode bestimmt.

00001015

Hydro
30/4.02

Zusammenfassender Bericht über die
Hydrierung von Steinkohle - Verflüs-
sigungsl bei Temperaturen oberhalb
300-att mit Ruhröl - Montekt K 415.

(25. 1. - 4. 1941)

Bag Target
3043, 30/4.02

RUHRÖL G. m. b. H.

Hauptlaboratorium und Technikum

April 1941

80001016

Zusammenfassender Bericht über die Hydrierung von Steinkohle -
Verflüssigungsl bei Drucken oberhalb 300 atü mit Ruhröl-Kontakt
K 413. (25. 1. - 4. 4. 1941)

Inhalt:

I. Allgemeine Versuchsbedingungen:

- 1.) Apparatur
- 2.) Kontakt
- 3.) Gas
- 4.) Einspritzprodukte
- 5.) Versuchsdauer

II. Versuchsbeschreibung:

1. Versuch mit benzinhaltigen Mitteln
von yd. erw. k. Scholven
2. Versuch mit benzinfreiem Mittel
von yd. erw. k. Scholven
3. Versuch mit benzinfreiem und benzinhaltigen Mittel aus oberer Schicht

III. Analyse der flüchtigen Reaktionsprodukte:

IV. Analyse der gasförmigen Reaktionsprodukte
und Berechnung der Vergasung

V. Zusammenfassung

I. Allgemeine Versuchsbedingungen:

1. Apparatur

Der Reaktionsofen bestand aus einem H_2 -Rohr von 45-mm lichter Weite und ca 5,5 m Länge. Das Kontaktvolumen betrug 5,3 l. Der Ofen wurde auf seiner ganzen Länge durch 5 elektrische Heizkörper geheizt. Ofenfuß, Ofenkopf und Übergang vom Vorheizer zum Ofenfuß hatten je einen weiteren Heizkörper. Die Ofentemperatur des Ofens wurde an 6 Stellen gemessen. Die größte Temperaturdifferenz der 6 Messstellen betrug 0,3 mV.

Als Vorheizer diente eine Schlange aus H_2 -Rohr von 6 mm lichter Weite und ca 1 m Länge, die sich an einer Bleistad befand, das mit Gas beheizt wurde. Der Abseeder war ein 5-l-Blechdruckbehälter mit Standmessung durch Schauglas. Das Abschaltprodukt wurde kontinuierlich in einen Niederdruckbehälter entleert. Das entspannte Produktgas wurde durch Waage und Cauger gemessen und durch eine automatische Probennahmearratur eine Stabschnittsprobe über 24 Stunden gezogen. Das Produkt wurde selbstständig abgezogen, gemessen und gesammelt. Unter Sucht wurde eine Querschnittsprobe aus dem gesammelten Anteil vor 24 Stunden. Bei diesen Versuchen wurde noch das bei Atmosphärendruck im Produkt gelöste Gas bestimmt. Die Einspritzung des Mittels geschah durch Verpuffen, die während des Versuches störungsfrei liefen. Das Einspritzprodukt wurde vor der Pumpe durch ein Boschfilter gereinigt.

Die Temperaturmessung wurde mit Eisen-Konstantanelementen durchgeführt. Klemmentemperatur war $40^\circ C$.

2. Kontakt

Als Kontakt wurde der Rohrkontakt K 473 eingebaut. Er war in geriffelte 6 mm - Platten gepresst. Es wurden eingebaut:

3,130 kg = 5,3 l Kontakt.

Da der Versuch z.Zt. noch weitergeht, lassen sich Aussagen über den Ausbaubefund nicht machen.

3. Gas

Die Versuche wurden mit Frischgas folgender mittlerer Zusammensetzung gefahren:

H ₂	98,2	-	97,4 %
CO	0,1	-	0,3 %
N ₂	1,7	-	2,3 %

Der Druck betrug zu Beginn des Versuches 670 atü. Die Hauptversuche wurden mit 500 - 550 atü gefahren. Abschliessend wurde dann noch eine Versuchsreihe bei 450 atü durchgeführt. Der Gas-Durchsatz war, unabhängig von der Einspritzmenge, immer 15 m³/ Std. (Konstante Verweilzeit, wechselnder Ölpartialdruck). Gemessen wurde das entspannte Gas am Kammerausgang durch Waage und Gasuhr. Eine automatische Apparatur erlaubte die Abfassung einer Durchschnittsprobe über 24 Stunden.

4. Einspritzprodukt

Die Versuche wurden durchgeführt mit benzinhaltigem und benzinfreiem Mittelöl der Steinkohlenverflüssigung, von dem uns vom Hydrierwerk Scholven 10, bzw. 2 m³ zur Verfügung gestellt worden waren. Kurze Versuche wurden mit Mittelöl (benzinhaltig und benzinfrei) aus oberschlesischer Steinkohle gemacht, das von der I.G.-Farbenindustrie Ludwigshafen, Abtlg. Hochdruckversuche hergestellt worden war, und von dem uns je 200 l zur Verfügung standen. Eine Zusammenstellung der wichtigsten Analysendaten der A - Mittelöle zeigt Tabelle 1.

Tabelle 1

Einspritzprodukte (A - Mittelöle)

	Ruhrsteinkohle - Verflüssigungöl (Scholven)		Oberschlesische Steinkohle - Verflüssigungöl (I.G.-Ludwigshafen)	
	Benzinhaltig	Benzinfrei	Benzinhaltig	Benzinfrei
Dichte bei 15°	0,934	0,972	0,903	0,965
<u>Siedeanalyse n. Engler</u>				
S.B.	55°	160°	70°	201°
100°	7,7 Vol.%	-	7,3 Vol.%	-
170°	22,2 "	0,5 Vol.%	32,8 "	-
200°	32,2 "	8,0 "	43,3 "	-
300°	78,2 "	82,0 "	89,8 "	-
S.E.	91,5 %/345°	98 %/325°	98,5 %/328°	92 Vol.%
				99 %/319°
Kolonrendest. - 165°	25,2 %	-	34,0 %	-
<u>Anilinpunkt Gesamt</u>				
- 165 (Kolonne)	- 21,8° + 30,2°	<-25°	- 2,7° + 28,0°	<-25°
Phenol	12,2 %	13,4 %	13,8 %	19,8 %
Pyridin	2,3 %	2,6 %	1,9 %	2,0 %
<u>Elementaranalyse</u>				
C	87,5 %	86,3 %	85,1 %	85,1 %
H ₂	10,2 %	9,3 %	10,6 %	9,5 %
S	0,08 %	0,09 %	0,16 %	0,24 %
Cl	0,003 %	0,004 %	0,004 %	0,004 %

Das A - Mittelöl wurde nie allein eingespritzt, sondern immer im Gemisch mit versuchseigenem B - Produkt. Für die Anfahrperiode und die Zeit bis die Kammer sich im Gleichgewicht befand, war genügend B - Produkt vorhanden, das bei einem früheren Versuch hergestellt worden war. In dieser Zeit wurde mit einem Gemisch aus 50 Teilen A - Mittelöl und 50 Teilen B - Mittelöl gefahren. Nach Erreichung des Gleichgewichtszustandes der Kammer war das Einspritzprodukt so zusammengesetzt, dass das B - Mittelöl dem Anfall an B - Produkt im Abstreifer, das A - Mittelöl dem Anfall an Benzin im Abstreifer plus der Vergasung entsprach.

Analysen der B - Mittelöle, die naturgemäss von den jeweiligen Reaktionsbedingungen abhängig sind, finden sich in Abschnitt III.

5. Versuchsdauer

Die Gesamtdauer des Versuches bei Drucken oberhalb 300 atü betrug 70 Tage (25. 1. - 4. 4. 41.).

Der Versuch wird z.Zt. noch bei 300 atü weitergeführt. Die Versuchsbedingungen während dieser Zeit waren:

Versuchs- Tage	Einspritzprodukt	Temperatur - m.V.	Druck atü	Belastung kg/l/Std.
1	keine Einspritzg.	hochgefahren	670	0,0
2	"	24,0	"	"
3	Scholvern Bi + Mi mit eigenem B-Öl (50 : 50)	"	"	0,3
4	"	25,0	"	0,5
5	"	"	"	0,8
6	"	"	"	1,0
7	"	"	"	1,2
8 - 11	"	"	"	1,5
12 - 13	"	25,3	500	1,5
14 - 22	"	25,5	"	"
23 - 25	"	"	"	1,0
26 - 28	" (60 : 40)	26,0	535	"
29 - 35	"	"	"	1,5
36 - 45	" (60 : 35)	26,5	540	"
47 - 53	Scholvern Mi mit eigenem B - Öl (50 : 40)	"	550	1,0
59 - 60	Oberschl. Mi mit B - Öl von 56- 58 Tag (60 B 40)	"	"	"
61 - 63	Oberschl. Mi + B mit B-Öl von 59- 60 Tag (60 : 40)	"	"	1,3
64 - 70	Scholvern Mi mit eigenem B - Öl (60 : 40)	"	450	1,0

II. Versuchsbeschreibung

Die Versuchsreihe ist in der Zusammenfassung des Mittelteil

des Berichtes beschrieben worden.

Die Versuchsreihe wurde durchgeführt zur Ermittlung der

Einflussgrößen auf die Leistungsfähigkeit der Maschine bei

Die Auswertung der Versuchsreihe und die Analyse der Daten des

Tabelle II

Versuche mit benzinhaltigem Mittelöl vom Hydrierwerk Scholven.
Abhängigkeit der Leistung und der Abstreiferanalyse von den
Reaktionsbedingungen.

Temperatur: m.V.	25,5		26,0		26,5
Belastung: l/kg/Std.	1,00	1,45	1,00	1,45	1,45
Druck: atü	500	500	535	535	540
Versuchsduer: Tage	5	9	3	7	11
Leistungs- kg Bi - 165°/Std.	0,46	0,56	0,51	0,65	0,68
Dichte bei 20°	0,830	0,844	0,820	0,837	0,832
Kolonne - 165°	34	50	62	53	58
Anilinpunkt °C (ohne Rest)	6	19	16	18	15
Anilinpunkt °C > 165°	12	13	5	17	22
Aromaten im Bi - 165°: Vol. %	2	40	42	40	42
Anteile unter 100° im Bi - 165°: Vol. %	7	43	48	46	46
Phenol im Abstreifer Gew. %	0,2	0,5	0,2	0,6	0,5
Pyridin im Abstreifer Gew. %	0,02	0,05	0,01	0,07	0,06

2. Versuche mit benzinfreiem Mittel-
öl vom Hydrierwerk Schölvén.:
(47. - 58. und 63. - 69. Versuchstag)

Die Versuche wurden zuerst bei 550 atü und später, um Vergleichs-
werte zu den Versuchen der I.G.-Ludwigshafen zu haben, bei 450 atü
durchgeführt. Das Ergebnis zeigt Tabelle III.

Tabelle III

Versuche mit benzinfreiem Mittelöl vom Hydrierwerk Schölvén.
Abhängigkeit der Leistung und der Abstreifenanalyse von den
Reaktionsbedingungen.

Druck atü	550	450
Temperatur m.V.	26,5	26,5
Belastung: kg/3/Std.	1,00	1,00
Versuchsdauer: Tage	12	7
Leistung: kg Bi - 165° / Std.	0,48	0,41
Dichte bei 15°	0,826	0,842
Kolonne - 165°	60,0	52,0
Anilinpunkt °C - 165° (ohne Gasbi)	13	11
> 165°	17	19
Aromaten im Bi - 65°: Vol.%	45	47
Anteile unter 100° im Bi - 165°: Vol.%	47	45
Phenol i. Abstreifer Gew.%	0,3	0,4
Pyridin i. Abstreifer Gew.%	0,02	0,03

3. Versuche mit benzinhaltigem und benzinfreiem Mittel aus ober-schlesischer Steinkohle.

3.1 - 5. Versuchstag

Da nun von der I.G.-Ludwigshafen nur 200 l. Rohben zur Verfügung gestellt werden konnten, wurden die folgenden Versuchsprodukte nur je 2 Tag gefertigt. Das Ergebnis der Versuche ist insoweit nicht einsehbar, als in diesem Zusammenhang die Nachprüfung bei einem Mittelwert nicht möglich war. Das gesuchte Ergebnis ist in Tabelle 17 zu entnehmen.

3.1 - 5. Versuchstag

Die Versuchsprodukte sind aus dem Rohben der Steinkohle dargestellt worden. Die Versuchsbedingungen sind in der Tabelle 17 zu entnehmen.

	Zusatz	Benzinfrisches Mittel
Leopoldinum	2,5	25,5
Leopoldinum	5	55,0
Leopoldinum	1,5	1,10
Leopoldinum	2	2
ig. Bi - 165	0,52	0,52
Dichte bei 20°	0,818	0,826
Kolonne bei 165°	63	5
Anteilpunkt bei 165° (ohne Gasbl.)	18	+ 13
> 165°	10	- 17
Aromaten im Bi - 165°: Vol.-%	41	45
Anteile unter 100° im Bi - 165°: Vol.-%	46	45
Phenol i. Abstreifer - Gew.-%	0,4	0,5
Pyridin i. Abstreifer - Gew.-%	0,02	0,03

III. Analyse der flüssigen Reaktionsprodukte.

Die wichtigsten analytischen Daten der aus dem Kerosinheraus-
gestillten Benzol (S. 10) - Mittelste sind für die verschiedenen
Reaktionsbedingungen in der Tabelle VII und VIII zusammengestellt.

Die Analyse der flüssigen Reaktionsprodukte geschah in dem
Mikroanalysenlaboratorium des Physikalischen Instituts der
Universität Göttingen (D.V.L.).

Die Untersuchungen wurden im H.G. - Motor nach der totalen Methode
durchgeführt.

Die flüssigen Reaktionsprodukte, die in dem H.G. - Motor wurden aus dem Ter-
minationsprodukt des Kerosins (S. 10) und aus dem frischen Schmelz-
produkt des Kerosins (S. 10) hergestellt. Die Benzolheraus-
stellung des Kerosins geschah durch Destillation des Kerosins
geschicklich.

Das Untersuchungsresultat ist bei Abfassung dieses Berichtes noch
nicht abgeschlossen. Die Messungen sind aber teilweise beendet.

Die vorläufigen analytischen Untersuchungen der zur D.V.L. ge-
schickten Proben sind in Tabelle VIII zusammengestellt.

Tabelle V

00001027

Analysen des Benzins und B - Mittelöls aus den Versuchen mit
benzinhaltigem Mittelöl vom Hyarierwerk Scholven.

Temperatur: m.V.	25,5	26,0	26,5
Belastung: kg/l/Std.	1,45	1,45	1,45
Druck: atü	500	535	540
Probe von Versuchstag	16	31	41
Benzin - 165°			
Vol.% im Abstreifer	52	53	58
Dichte bei 15°	0,775	0,772	0,773
ASTM.-Destillation			
S.P.	42,0°	38,0°	38,0°
100° Vol.%	42,5	48,0	49,5
S.P.	57,5 %/168°	57,5 %/164°	98,5 %/166°
Anilinpunkt °C	+ 19	+ 18	+ 16
Jedzahl n. Hanus	3,5	4,4	4,1
Aromaten + Olefine Vol%	41	40	42
C	87,7 %	87,3 %	87,9 %
H ₂	12,3 %	12,7 %	12,1 %
Oktanzahl (Mot.Meth.)			
unverbleit	77,0	77,0	78,0
+ 0,05 Vol.% Tel	85,5	86,0	87,0
+ 0,12 Vol.% Tel	89,0	89,0	90,5
B - Mittelöl > 165°			
Dichte bei 15°	0,907	0,913	0,917
Anilinpunkt °C	- 14°	- 13°	- 22°
C	89,4 %	88,9 %	89,3 %
H ₂	10,3 %	10,6 %	10,2 %

Analyse des Benzins und B - Mittelöls aus den Versuchen mit benzinfreiem Mittelöl vom Hydrierwerk Scholven.

Temperatur: m.V.	26,5	26,5
Belastung: kg/l/Std.	1,0	1,0
Druck: atü	550	450
Probe von Versuchstag	56	67
Benzin > 165°		
Vol.%-im Abstreifer	39	51
Dichte bei 15°	0,775	0,777
<u>ASTM-Destillation</u>		
S.P.	36,0	36,0
100° Vol.%	49,0	42,5
S.P.	96,5	97,5
Anilinpunkt °C	- 15	- 12
Jodzahl n. Hanus	2,0	3,6
Aromaten + Olefine Vol.%	45	47
C	88,0 %	88,0 %
H ₂	12,0 %	12,0 %
<u>Oktanzahl (Mot.Meth.)</u>		
unverbleit	79,0	79,5
+ 0,05 Vol.% Tel	87,0	87,5
+ 0,12 Vol.% Tel	90,5	90,5
B - Mittelöl > 165°		
Dichte bei 15°	0,905	0,914
Anilinpunkt °C	- 17	- 19
C	89,2 %	-
H ₂	10,2 %	-

00001029

Tabelle VII

Analysen des Benzins und B - Mittelöls aus den Versuchen mit Verflüssigungsl aus oberösterreichischer Steinkohle.

	<u>Benzinhaltiges Mittelöl</u>	<u>Benzinfreies Mittelöl</u>
Temperatur: m.V.	26,5	26,5
Belastung: kg/l/Std.	1,50	1,40
Druck: atü	5,0	5,50
Probierzeit vom Versuchstag	16	60
	Druck = 16	
Vol. % im Anzeiger	50	50
Dichte bei 15°	0,898	0,903
Asph. Destillat		4,0
		5,0
		6,0
Asph. Rückstand		+ 17
Jahreszahl	1913	1913
Asph. Rückstand & Diefing. Vol.		7
C	89,3 %	87,5 %
H ₂	10,4 %	10,5 %
<u>Oktanzahl (Mot. Meth.)</u>		
unverbleit	70,5	79,5
+ 0,05 Vol. % Tel	85,5	67,5
+ 0,12 Vol. % Tel	89,5	90,5
<u>B - Mittelöl > 165°</u>		
Dichte bei 15°	0,898	0,903
Anilinpunkt °C	- 11	- 19
C	89,3 %	87,8 %
H ₂	10,4 %	10,8 %

00001030

Analysen der von der D.V.L. im Überlademotor untersuchten Benzine:

Minispritzprodukt	Scholvener-Mittelöl Benzinhaltig	Scholvener-Mittelöl Benzinfrei
Temperatur m.V.	26,5	26,5
Druck: atm	540	550
Belastung:	1,42	1,0
Vorschaltzeit:		5 - 58
Dichte bei 15°	0,717	0,733
Dampfdruck bei 38,3° atm	0,48	0,41
<u>Siedeanalyse (A. 3. 1. 2)</u>		
5 Vol.-%	41,0	43,0
15 "	63,0	64,0
25 "	71,5	73,0
35 "	85,5	86,0
45 "	92,0	92,5
55 "	98,0	101,0
65 "	105,0	107,5
75 "	113,0	115,5
85 "	123,5	126,5
95 "	136,0	141,5
100 "	150,0	162,0
Endtemperatur	175,5°	175,0°
Restöl	0,0	1,0
Verlust	0,0	1,5
10° bei 100°	71,5	72,0
100°	125,0	150,5
100° im Vak.	47,5 Vol.-%	45,0 Vol.-%
Kennwert	85,0	107,6
Anilpunkt	- 34	+ 32
Korrosionstest	negativ	negativ
Dekortest		"
Empfindlichkeit 0,12 Vol.-%		
Harz, mg/100 cm ³	8,5	9,5
Bleischwamm mg/200 cm ³	8,0	10,5
Jodzahl n. Claus	1,3	1,3
<u>Kohlenwasserstoffklassen</u>		
Aromaten + Olefine Vol.-%	42	45
Naphthene	37	35
Paraffine	21	20
<u>Elementaranalyse</u>		
C	87,88 %	88,00 %
H ₂	12,06 %	12,00 %
<u>Oktanzahl (K. t. Matr.)</u>		
unverbleit	77,5	78,0
+ 0,05 Vol.-% Tet.	86,5	87,0
+ 0,12 Vol.-% Tet.	90,0	90,0

IV. Analyse der gasförmigen Reaktionsprodukte und Berechnung der Vergasung.

Nur seltigen Verluste wurden im Ofergas und Produktgas die Zähl der vergasteten Kohlenwasserstoffe bestätigt. Darüber hinaus wurde von den wichtigsten Versuchsphasen das Ofen- und Produktgas und das bei Atmosphärendruck im Produkt gelöste Gas in der Stockapparatur untersucht, und aus diesen elementaren Analysen unter Hinzunahme der Berechnung der Vergasung gewonnen.

Wieder wurden auch die vergasteten Kohlenwasserstoffe berechnet, von denen die Masse die in den Gasen, die als zumeist im Dampfdruck des Benzins vorliegt, und die sich gelöst sein können (rund 2% des Benzins) enthalten sind. Die Gasanalysen sind in der Tabelle 10 wiedergegeben.

Die Gasanalysen sind in der Tabelle 10 wiedergegeben. Die Gasanalysen sind in der Tabelle 10 wiedergegeben. Die Gasanalysen sind in der Tabelle 10 wiedergegeben.

Die Gasanalysen sind in der Tabelle 10 wiedergegeben. Die Gasanalysen sind in der Tabelle 10 wiedergegeben. Die Gasanalysen sind in der Tabelle 10 wiedergegeben.

Die Gasanalysen sind in der Tabelle 10 wiedergegeben. Die Gasanalysen sind in der Tabelle 10 wiedergegeben. Die Gasanalysen sind in der Tabelle 10 wiedergegeben.

Die Gasanalysen sind in der Tabelle 10 wiedergegeben. Die Gasanalysen sind in der Tabelle 10 wiedergegeben. Die Gasanalysen sind in der Tabelle 10 wiedergegeben.

Versuchsbedingungen

Temperatur:	25,5 m. V.
Druck:	500 atü
Belastung:	1,45 kg/l/Std.
Versuchstag:	19ter

00001032

	Ofengas Vol.%	Produktgas Vol.%	Im Produkt ge- löstes Gas Gew.%
Gas-, bzw. Prod- dukt - Menge	325,0 m ³	9,934 m ³	167,3 kg
CO ₂	0,00	0,00	-
F ₂ S	0,00	0,13	-
O ₂	0,00	0,00	-
H ₂	95,52	63,05	-
CO	0,16	0,25	-
H ₂	2,84	2,20	-
CH ₄	0,51	2,82	0,00
C ₂ H ₆	0,75	5,42	0,02
C ₃ H ₈	0,61	10,00	0,35
i-C ₄ H ₁₀	-	5,18	0,55
n-C ₄ H ₁₀	-	5,72	1,14
C ₅ H ₁₂	-	2,51	3,50
C ₅ H ₁₂	-	2,52	-

Gesamte Vergasung des auf Einspritzung
(Einspritzung = 482,6 kg)

	Kohlenwasser- stoffe Gew.%	Kohlenstoff Gew.%
CH ₄	0,79	0,59
C ₂ H ₆	1,20	0,56
C ₃ H ₈	3,59	2,93
i-C ₄ H ₁₀	1,32	1,09
n-C ₄ H ₁₀	1,88	1,55
C ₅ H ₁₂	3,62	Sa.: 7,12

Aus 100 kg Einspritzung wurden erhalten:

a) Aus dem Abstreifer 40,33 kg Benzin (C = 87,77 %)
= 35,09 kg C

b) Aus dem Produkt aus C₂H₂ und höheren Kohlenwasserstoffen:

= 1,02 kg = 0,85 kg C

c) Von durch-Entwicklungen noch 0,80 kg = 0,66 kg C ins Benzin.

zusammen = 42,15 kg Benzin = 36,90 kg C

Als Vergaste Kohlenwasserstoffe blieben:

C ₁ H ₄	0,79	Gew. %	
C ₂ H ₆	0,20	"	
C ₃ H ₈	3,59	"	
i-C ₄ H ₁₀	1,32	"	i-C ₄ H ₁₀ im Gesamt-
n-C ₄ H ₁₀	1,03	"	n-C ₄ H ₁₀ = 55 %
Sauerstoff	1,99	Gew. %	bezogen auf Einspritzung

Vergaste Kohlenwasserstoffe bezogen auf Benzin + Vergasung

= 15,9 %

Vergaster Kohlenstoff bezogen auf den Kohlenstoff im Benzin

+ vergastem Kohlenstoff = 16,4 %

2. Versuch mit benzinhaltigem Mittelöl vom Hydrierwerk Scholven bei 26,5 m.V.

Versuchsbedingungen:

Temperatur: 26,5 m.V.
 Druck: 540 atü
 Belastung: 1,45 kg././Std.
 Versuchstag: 4ter

	Ofengas Vol. %	Produktgas Vol. %	Im Produkt gelöstes Gas Gew. %
Gas-Produktmenge	329,8 m ³	12,91 m ³	162,4 kg
CO ₂	0,00	0,00	-
H ₂ S	0,00	0,10	-
O ₂	0,00	0,00	-
H ₂	94,55	55,94	-
CO	0,21	0,25	-
N ₂	2,70	1,79	-
CH ₄	1,20	3,12	0,30
C ₂ H ₆	0,21	7,72	0,41
C ₃ H ₈	0,87	13,19	0,60
i-C ₄ H ₁₀	0,19	4,60	0,62
n-C ₄ H ₁₀		7,06	1,81
C ₅ H ₁₂	-	4,98	3,20
C ₆ H ₁₄	-	1,24	-

Gesamte - Vergasung bez. auf Einspritzung (Einspritzung: 184,1 kg)

	Kohlenwasserstoff Gew. %	Kohlenstoff Gew. %
CH ₄	1,70	1,27
C ₂ H ₆	1,58	1,34
C ₃ H ₈	5,53	4,52
i-C ₄ H ₁₀	1,78	1,47
n-C ₄ H ₁₀	3,48	2,87
C ₅ H ₁₂	4,00	Sa: 11,47

Aus 100 kg Einspritzung wurden erhalten:

- a) Aus dem Abstreifer: 47,25 kg Benzin (C = 37,47 %) = 17,51 kg C
 - b) Aus dem Produktgas an C₅H₁₂ und höheren Kohlenwasserstoffen: 1,52 kg = 1,27 kg C
 - c) Von dem n-Butan können noch 0,95 kg = 0,73 kg C ins Benzin.
- Summe: = 49,73 kg Benzin = 13,56 kg C

Als vergaste Kohlenwasserstoffe bleiben

CH ₄	1,70 %	
C ₂ H ₆	1,68 %	
C ₃ H ₈	5,53 %	
i-C ₄ H ₁₀	1,78 %	i-C ₄ H ₁₀ II Gesamt
n-C ₄ H ₁₀	2,53 %	
	13,22 %	C ₄ H ₁₀ = 41 %

bezogen auf Einspritzung

Vergaste Kohlenwasserstoffe bezogen auf Benzin + Vergasung = 21,0 %

Vergaster Kohlenstoff bezogen auf den Kohlenstoff im Benzin + vergastem Kohlenstoff = 21,1 %

3. Versuch mit benzinfreier Mittelöl
vom Hydrierwerk Scholver bei 26,5 m.V.

Versuchshedingungen

Temperatur: 26,5 m.V.
 Druck: 540 atü
 Belastung: 1,0 kg/l/Std.
 Versuchstage: 56ter

	Reingas Vol-%	Produktgas Vol-%	In Produkt gelöstes Gas Gew.-%
Gas- bzw. Pro- duktmenge	115,7 m ³	8,31 m ³	108,2 kg
CO ₂	0,0	0,00	
H ₂ O	0,00	0,00	
N ₂	95,8	56,6	
CO	0,2	0,2	
H ₂	2,0	1,60	
CH ₄	0,77	2,15	0,01
C ₂ H ₆	0,16	6,28	0,05
C ₃ H ₈	1,00	13,27	0,63
i-C ₄ H ₁₀	-	4,92	0,73
n-C ₄ H ₁₀	-	8,50	1,84
C ₅ H ₁₂	-	3,45	5,65
C ₆ H ₁₄	-	2,60	-

00001037

Gesamte Vergasung bezogen auf Einspritzung (Einspritzmenge = 125,0 kg

	Kohlenwasserstoff Gew. %	Kohlenstoff Gew. %
CH ₄	1,44	1,08
C ₂ H ₆	1,16	0,92
C ₃ H ₈	7,41	6,06
i-C ₄ H ₁₀	1,50	1,24
n-C ₄ H ₁₀	2,15	2,58
C ₅ H ₁₂	5,66	Summe 11,88

Aus 100 kg Einspritzung werden erhalten:

a) Aus dem Restgas: 48,25 kg Benzin (C = 37,96 %)
= 44,47 kg C

b) Aus dem Produktgas an C₁ und höheren Kohlenwasserstoffen:
= 1,5 kg C = 1,2 kg C

c) Von dem restlichen Kohlenstoff ins Benzin gegeben werden:
0,97 kg = 0,80 kg C

Summe: = 54,60 kg Benzin = 44,47 kg C

Als vergaste Kohlenwasserstoffe bleiben:

CH ₄	1,44 Gew. %	
C ₂ H ₆	1,16 "	
C ₃ H ₈	7,41 "	
i-C ₄ H ₁₀	1,50 "	} i-C ₄ H ₁₀ im Gesamt C ₄ H ₁₀ = 41 %
n-C ₄ H ₁₀	2,15 "	
Summe:	13,66 Gew. % bezogen auf Einspritzung	

Vergaste Kohlenwasserstoffe bezogen auf Benzin + Vergasung = 21,2 %

Vergaster Kohlenstoff bezogen auf den Kohlenstoff im Benzin + vergastem Kohlenstoff = 21,4 %

4. Versuch mit benzinfreiem Mittelöl
aus oöerschießlicheren Stationen.

Versuchsbedingungen:

Temperatur: 20,3 n.V.
 Druck: 550 mm
 Belastung: 1/1 Std.
 Versuchstag: 11.11.1911

Gasart	Prozent	Prozent	In Prozent ge- rechnet auf 100 Gas
Gasmenge	10,00	10,00	100,00
CO ₂	0,00	0,00	0,00
H ₂ O	0,00	0,00	0,00
O ₂	0,00	0,00	0,00
H ₂	95,00	54,80	57,68
CO	0,00	0,00	0,00
N ₂	2,15	1,70	17,00
CH ₄	0,79	2,55	0,00
C ₂ H ₆	0,20	7,29	0,06
C ₃ H ₈	1,03	14,15	0,65
i-C ₄ H ₁₀	-	2,86	0,75
n-C ₄ H ₁₀	-	8,63	1,81
C ₅ H ₁₂	-	3,92	4,53
C ₆ H ₁₄	-	1,91	-

Gesamte Vergasung bez. auf Einspritzung (Einspritzmenge = 144,0 kg)

	Kohlenwasserstoffe Gew.-%	Kohlenstoff Gew.-%
CH ₄	1,42	1,06
C ₂ H ₆	1,37	1,09
C ₃ H ₈	7,34	6,00
i-C ₄ H ₁₀	1,54	1,27
n-C ₄ H ₁₀	2,29	2,63
Summe	13,96	12,05

aus 100 kg Einspritzung = 144,0 kg Benzol
 = 144,0 kg Benzol + 144,0 kg Benzol = 288,0 kg Benzol
 = 288,0 kg Benzol + 144,0 kg Benzol = 432,0 kg Benzol

aus 100 kg Einspritzung = 144,0 kg Benzol
 = 144,0 kg Benzol + 144,0 kg Benzol = 288,0 kg Benzol
 = 288,0 kg Benzol + 144,0 kg Benzol = 432,0 kg Benzol

Summe = 13,96 Gew.-% Kohlenwasserstoffe

Kohlenwasserstoffe, die als Kohlenwasserstoffe blieben:

CH ₄	1,42 Gew.-%	} 5-C ₄ H ₁₀ im Gesamt C ₄ H ₁₀ = 40 % bezogen auf Einspritzg.
C ₂ H ₆	1,37 "	
C ₃ H ₈	7,34 "	
i-C ₄ H ₁₀	1,54 "	
n-C ₄ H ₁₀	2,29 "	
Summe:	13,96 Gew.-%	

Vergaste Kohlenwasserstoffe bezogen auf Benzin + Vergasung = 23,0 %.

Vergaster Kohlenstoff bezogen auf den Kohlenstoff im Benzin + vergastem Kohlenstoff = 23,2 %.

V. Zusammenfassung:

Das benzinhalige Steinkohlensverflüssigungsgas (Scholven) konnte bei 500 - 640 atü mit einer Belastung von 1,5 kg/l/Std. bei 25,4 D.V. eine Leistung von 0,50 kg/l/Std., bei 24,4 D.V. eine Leistung von 0,65 kg/l/Std. und bei 26,4 D.V. eine Leistung von 0,43 kg/l/Std. erreicht werden.

Bei 6 D.V. und 640 atü mit einer Belastung von 1,5 kg/l/Std. bei 25,4 D.V. und bei 640 atü 0,43 kg/l/Std. bei 26,4 D.V. wurde eine Leistung von 0,43 kg/l/Std. erreicht.

Bei 500 atü und 640 atü wurde eine Leistung von 0,43 kg/l/Std. bei 26,4 D.V. erreicht. Bei benzinreinem Gas wurde eine Leistung von 0,43 kg/l/Std. bei 26,4 D.V. erreicht. Bei 500 atü und 640 atü wurde eine Leistung von 0,43 kg/l/Std. bei 26,4 D.V. erreicht.

Bei 500 atü und 640 atü wurde eine Leistung von 0,43 kg/l/Std. bei 26,4 D.V. erreicht. Bei 500 atü und 640 atü wurde eine Leistung von 0,43 kg/l/Std. bei 26,4 D.V. erreicht.

Bei 500 atü und 640 atü wurde eine Leistung von 0,43 kg/l/Std. bei 26,4 D.V. erreicht. Bei 500 atü und 640 atü wurde eine Leistung von 0,43 kg/l/Std. bei 26,4 D.V. erreicht.

Bei 500 atü und 640 atü wurde eine Leistung von 0,43 kg/l/Std. bei 26,4 D.V. erreicht. Bei 500 atü und 640 atü wurde eine Leistung von 0,43 kg/l/Std. bei 26,4 D.V. erreicht.

3. Die Benzine liessen sich mühelos raffinieren und ergaben dann ein allen Testen gerechtes Fliegerbenzin.

4. Als Vergasungsverluste wurden gefunden bei benzinhaltigem Scholvenol - Mittelöl bei 25,5 m.V. = 15% (6% auf Benzin + Vergasung), bei 26,5 m.V. = 21%.

Bei benzinfreiem Mittelöl von Scholvenol die Vergasung bei 25,5 m.V. ebenfalls 15%.

Die Vergasung vom benzinfreien ober. Scholvenol verflüssigt war 20%.

Bei dem Vergleich der bei der Kleinparatur gefundenen Vergasung mit der bei der Grossparatur hat sich bisher immer ergeben, dass die Werte bei der Kleinparatur um ca. 2% zu hoch sind.

Die Gasanzahl pro Liter Öl bei allen untersuchten Antriebsparaturen betrug bei 25,5 m.V. rund 40%. Bei tieferen Temperaturen betrug sie bei 20,5 m.V. rund 55%.

HAUPTLABORATORIUM
Abt. Versuchslabor.
Ber. 444/44

00001012

Ber. Tübingen
3049 20/4.03

Dr. Weber

Zwischenbericht über den Stand der Kohleabbauversuche

Februar 1944
Ra.

Inhaltsverzeichnis

	Seite
Einleitung	1
I. Versuche mit Lignin	2
1. Versuche mit geringerem H ₂ -Druck (20 bis 45 at)	2
2. Vergleich von Wasserzusatz mit Methanolzusatz	3
3. Vergleichsversuche mit verschiedenen Kontakten	3
4. Trockenhydrierung bei 475° und 160 at H ₂ (mit NiCO ₃)	4
5. NaBhydrierung bei 450° und 80 at H ₂ (mit Fe ₂ O ₃)	4
II. Versuche mit Braunkohle	5
1. Hydrierung mittels Methanols bei 300°	5
2. Trockenhydrierung bei 400°	5
3. Hydrierung mit H ₂ O-Zusatz bei 400°	5
4. Trockenhydrierung bei 475°	6
5. Hydrierung mit H ₂ O-Zusatz bei 475°	6
III. Versuche mit Dr. Fröhlich-Öl	6
1. Versuche ohne Kalkzusatz	7
2. Versuche mit Kalkzusatz	7

Einleitung

Die Braunkohle besitzt einen hohen Gehalt an Sauerstoff, welcher letzterer bei der Druckhydrierung der Kohle größtenteils in wertloses Wasser übergeführt wird und damit nicht nur für die Gewinnung verwertbarer, sauerstoffhaltiger organischer Stoffe verloren geht, sondern überdies noch große Mengen an wertvollem H_2 für die Wasserbildung verbraucht.

Diese Tatsache gab Veranlassung zu experimentellen Studien mit dem Ziel der Ermittlung von Reaktionsbedingungen, unter denen sich wenigstens ein Teil dieses Sauerstoffs (z.B. in einer Vorstufe der Hydrierung) in brauchbare organische Verbindungen umwandeln ließe. Da der Braunkohlensauerstoff nur zum kleineren Teil im Montanwachs des Braunkohlenbitumens, zum größeren Teil jedoch in den Huminsäuren bzw. den Huminen der Kohle gebunden ist und letztere Stoffklassen konstitutionell eine weitgehende Ähnlichkeit mit dem Molekulaufbau des Lignins besitzen, war es naheliegend, zunächst Abbaustudien am Lignin als Modellsubstanz vorzunehmen. Das Lignin liefert, wie bekannt, bei den verschiedensten Arten seines Abbaues stets vor allem Stoffe von Phenolcharakter, da sein Sauerstoff zum überwiegenden Teil in Form von phenolischem Hydroxyl oder Methoxyl vorhanden ist.

Es schien uns daher am aussichtsreichsten zu sein, die Studien über den Abbau von Lignin und Braunkohle vor allem in Richtung der Gewinnung niedrigmolekularer Phenole vorzutreiben. Besonderes Augenmerk legten wir dabei auf die Gewinnung der niedrigst siedenden, einwertigen Phenole.

Als unmittelbaren Ausgangspunkt unserer Versuche wählten wir die Nachprüfung des D.R.P. 709 943 von Suida-Prey, das vorgibt, aus Lignin durch Behandlung mit Alkoholen und Kalk bei 300° 70 bis 80 % an Phenolen, Phenolcarbonsäuren und Neutralöl von Phenoläthercharakter gewinnen zu können.

Wir konnten wohl die im Patent angegebenen Neutralölausbeuten bestätigen, keineswegs jedoch auch nur annähernd die Phenolausbeuten erreichen.

Nachdem auch weder der Zusatz von Kontakten (Formiate des Ni und Zn; $NiCO_3$) noch die Beigabe elementaren H_2 (80 at) noch auch die Wahl tieferer Temperatur (260°) bessere Ergebnisse brachten, gingen wir zu höheren Reaktionstemperaturen (400 und 475°) über.

Über diesbezügliche Versuche wird im Nachstehenden berichtet.

(Vorbemerkung: Sämtliche nachstehend beschriebene Versuche - mit der einzigen Ausnahme von III 1 - wurden mit Zusatz von CaO zum Lignin bzw. zur Braunkohle (1 Teil CaO auf 2 Teile Brennstoff) ausgeführt.)

I. Versuche mit Lignin

1. Versuche mit geringerem H₂-Druck (20 bis 45 at)

Die bisher mit 80 at H₂-Anf.-Druck (bei Raumtemperatur gemessen) durchgeführte Hydrierung des Lignins hatte keine befriedigenden Ausbeuten an destillierbaren Phenolen, insbesondere nicht an deren leichtestsiedenden, d.h. < 230°/760 mm übergehenden Anteilen ergeben. Daher wurde eine Anzahl Versuche auch mit geringerem H₂-Anf.-Druck (meist 20 bis 30 at) durchgeführt. Der Übergang zu niedrigeren H₂-Drücken war durch Angaben der Lignin-Literatur, insbesondere der Freudenberg'schen Schule nahegelegt, da Lignin mit hochaktiven Kontakten wie Raney-Ni oder Ni-Tonerde nach Rupe schon bei 260°, bei 140 at H₂-Druck und 350° sogar ohne jeden Kontaktzusatz zu 20 bis 40 % in größtenteils destillierbare zyklische Alkohole übergeführt werden kann. Dabei muß aber ein beträchtlicher Anteil der primär entstehenden phenolischen Spaltstücke des Lignins unter Kernhydrierung für die Phenolausbeute verloren gehen. Da es durchaus möglich war, daß bei der in unseren Versuchen angewandten noch höheren Temperatur von 400°, zumal bei Gegenwart von Kontakten, bereits ein H₂-Anf.-Druck von 80 at genügte, um ähnliche Phenolverluste zu verursachen, schien die Vermeidung eines H₂-Überschusses durch wesentliche Herabsetzung seines Druckes eine Erhöhung der Phenolausbeute zu versprechen.

Das Ergebnis von Vergleichsversuchen mit 30 und 80 at H₂ konnte diese Vermutung jedoch nicht bestätigen. Vielmehr lieferten die Versuche mit geringerem H₂-Druck stets erheblich kleinere Phenol- ausbeuten als die mit höherem H₂-Druck (40 bis 60 % an ätherlöslichen Gesamtphenolen bzw. 45 bis 70 % an vak.-destillierbaren Phenolen). Ebenso betrugen die Ausbeuten an Neutralöl nur ca. 40 bis 45 % derjenigen mit höherem H₂-Druck. Der genannte Rückgang in den Phenolausbeuten mit Erniedrigung des H₂-Drucks trat sowohl bei der Trockenhydrierung des Lignins als auch bei der Hydrierung unter H₂O-Zusatz ein.

Eine Versuchsreihe mit stufenweiser Hydrierung des Lignins (20 at H₂-Anf.-Druck) unter jedesmaliger Erneuerung des H₂ nach 1 Stunde Reaktionszeit ergab, daß die 1. Menge H₂ bereits in einstündiger Reaktion größtenteils (zu 82 %) verbraucht wird und anstelle von 3/4 des verschwundenen H₂-Volumens CH₄ auftritt, während die Menge des letzteren in der zweiten Reaktionsstunde auf ca. 30 % und in der dritten Stunde auf 10 % des verschwundenen H₂-Volumens zurückgeht. Der H₂ wird also offensichtlich erst in dem Maße, wie die CH₄-Bildung nachläßt, zu anderen Reaktionen verbraucht, über deren Natur die Analyse der Reaktionsgase jedoch keine weiteren Schlüsse zuläßt.

Die Ausbeute an Gesamtphenolen geht durch 3 mal einstündige Hydrierung (mit je 20 at H₂) auf ung. die Hälfte derjenigen bei einstündiger Reaktion, diejenige an destillierbaren Phenolen auf ca. 60 % der bei einmaliger H₂-Behandlung zurück.

Dieses Ergebnis könnte nach Obigem so erklärt werden, daß unter den erstgenannten Bedingungen, also bei größerer H₂-Menge und längerer Reaktionsdauer, immer mehr saure Phenole in neutrale zyklische Alkohole übergeführt werden, wodurch die Phenolausbeute

sinken, die des Neutralöls allerdings und zwar ungefähr um den gleichen Betrag zunehmen müßte. Daß dies nicht der Fall ist, vielmehr die Ausbeuten an Gesamt- und an destillierbarem Neutralöl in beiden Versuchen genau dieselbe ist, beweist, daß der Rückgang der Phenolausbeute nicht mit der Bildung einer äquivalenten Menge zyklischer Alkohole, sondern nur mit einem Wiederverschwinden von Phenolen durch nachträgliche Umwandlung, wahrscheinlich Polymerisation ursprünglich ätherlöslich gewesener Phenole zu hochmolekularen, nicht mehr ätherlöslichen bzw. nicht mehr destillierbaren Produkten zu erklären ist. Solche Substanzen entstehen zum Teil noch während der Destillation durch das Erhitzen. Sie treten auch noch im Verlauf der Aufarbeitung an verschiedenen Stellen in stark wechselnden Mengen auf und erschweren die Aufarbeitung oft außerordentlich.

Aus der völligen Übereinstimmung der Phenolausbeuten zweier Versuche, von denen der eine 3 mal 1 Stunde unter jedesmaliger H₂-Erneuerung (stets 20 at), der andere 3 Stunden ohne Unterbrechung und H₂-Erneuerung gefahren wurde, beweist ferner, daß die in ersterem Falle 3 mal so große H₂-Menge (unter den übrigen gewählten Bedingungen) ohne Einfluß auf Phenolausbeute und Beschaffenheit ist. Es hat demnach den Anschein, als ob der erwähnte Rückgang der Phenolausbeute nur eine Funktion der Reaktionsdauer sei.

Jedenfalls ergab die Erniedrigung des H₂-Drucks keinerlei Vorteile hinsichtlich der Phenolausbeute und Beschaffenheit. Es wurde daher von jetzt ab wieder mit höherem Druck (meist 80 at) gearbeitet.

2. Vergleich von Wasserzusatz mit Methanolzusatz

Methanolzusatz bei der Hydrierung lieferte nur ungefähr 3/4 der Phenolausbeute, die mit Wasserzusatz erzielt wird. Dagegen stieg die Neutralölausbeute auf den doppelten Betrag des Wertes mit Wasserzusatz. Da an einer Steigerung der letzteren unter diesen Umständen kein Interesse vorlag, andererseits gegen die Verwendung von Methanol als u.U. methylierendem Lösungsmittel zur Durchführung einer in nennenswertem Umfange auf Entmethylierung beruhenden Reaktion wie der des Lignin-Abbaues gewisse prinzipielle Bedenken bestehen, wurde vorläufig von einer weiteren Verwendung des Methanols abgesehen.

3. Vergleichsversuche mit verschiedenen Kontakten

Zur Ermöglichung eines unmittelbaren Vergleichs der an Lignin und Braunkohle unter gleichen Bedingungen erzielten Ergebnisse wurde eine Anzahl Versuche mit S-festeren, auch für Braunkohle geeigneten Kontakten anstelle der bisher bei Lignin meist angewandten Ni-Kontakte durchgeführt. Zunächst fanden Fe₂O₃ ("Rotschlamm") und aktivierte Tonerde mit 10 % MoO₃ Verwendung.

Bei der Trockenhydrierung (80 at H₂-Anf. Druck; 400°; 5 Stunden) unterschieden sich beide Kontakte in keiner Weise voneinander. Sowohl die Ausbeuten an Gesamt- und destillierbaren Phenolen als auch die an Gesamt- und destillierbarem Neutralöl waren dieselben. Daher wurde zunächst nur mehr mit Fe₂O₃ weitergearbeitet. Beide Kontakte ergeben ungefähr je 60 % der mit NiCO₃ erhaltenen Gesamt-Phenol- und Gesamt-Neutralöl-Ausbeuten; an destillierbaren Phenolen wurden 80 %, an destillierbarem Neutralöl 65 % der Ni-Werte erhalten.

Bei der Hydrierung mit H₂O-Zusatz gehen durch Verwendung von Rotschlamm anstelle von Ni die Gesamt-Ausbeuten an Phenolen und Neutralöl noch stärker als bei der Trockenhydrierung zurück. Vor allem betragen die Prozentsätze an destillierbaren sauren und neutralen Ölen weniger als die Hälfte der Ni-Werte. Ob sich auch bei der NaBhydrierung Fe₂O₃ und Al₂O₃-MoO₃ gleich verhalten, wurde bisher nicht nachgeprüft.

Ein zum Vergleich mit Ni durchgeführter Versuch mit dem von Adkins angegebenen Cu-Cr-Ba-Oxydkontakt zeigte diesen Kontakt als für die Phenolgewinnung ungefähr ebenso geeignet als NiCO₃. Die Menge an leichtestsiedenden Phenolanteilen schien bei ihm sogar wesentlich höher zu sein, während die Ausbeute an Neutralöl hinter der mit NiCO₃ erzielbaren allerdings deutlich zurückblieb.

Da dieser Kontakt wegen seiner hohen S-Empfindlichkeit für eine Verwendung zur Braunkohlehydrierung nicht in Frage kommt, wurde von weiteren Versuchen in dieser Richtung zunächst Abstand genommen.

4. Trockenhydrierung bei 475° und 160-at H₂ (mit NiCO₃)

Zur Orientierung über das Verhalten des Lignins unter den im Laboratorium möglichen Höchsttemperaturen und -drücken wurde auch eine Trockenhydrierung unter den obigen Bedingungen durchgeführt. Die Gesamtausbeute an Phenolen belief sich hierbei zwar nur auf die Hälfte der bei 400° und 80 at H₂ erreichten; der destillierbare Phenolanteil betrug immerhin rund 80 % des unter milderen Bedingungen erhaltenen. Besonders bemerkenswert erscheint dabei, daß die Ausbeute an leichtestsiedenden Phenolen, die bei tieferen Temperaturen und geringeren Drücken unter 1/2 % (bezogen auf Lignin) gelegen hatte, auf 2 bis 3 % gestiegen war. Das Neutralöl wurde sowohl hinsichtlich seiner Gesamtausbeute als auch in Bezug auf seine Destillierbarkeit praktisch unverändert gefunden.

Es ist beabsichtigt, weitere Versuche bei 475°, aber mit niedrigerem H₂-Druck (80 at) und insbesondere anderen Kontakten (Fe₂O₃, MoO₃ usw.) durchzuführen.

5. NaBhydrierung bei 450° und 80 at H₂ (mit Fe₂O₃)

Bei Zusatz größerer H₂O-Mengen (ungefähr die Hälfte des Lignin-Gewichts) zum Versuchsansatz unterschieden sich weder die Ausbeuten an Gesamt-Phenolen noch die an destillierbaren Phenolanteilen von denen eines bei 400° und mit 1/4 der Lignin-Menge an H₂O durchgeführten Parallelversuchs. Der Prozentsatz an leichtestsiedenden Phenolanteilen schien auch hier etwas höher zu sein. Die entsprechenden Werte für Neutralöl lagen bei höherer Temperatur etwas tiefer.

Auch hier werden entsprechende Kontroll- bzw. Ergänzungsversuche bei Gelegenheit nachgeholt werden.

Weitere Versuche mit Lignin werden von jetzt ab nur mehr dann ausgeführt werden, wenn bestimmte, beim Braunkohlenstudium auftretende Fragen einen Vergleich mit Lignin unter denselben Verhältnissen interessant erscheinen lassen.

II. Versuche mit Braunkohle

1. Hydrierung mittels Methanols bei 300°

Versuche mit Braunkohle zum Vergleich der letzteren mit Lignin unter den früher zur Hydrierung des Lignins mittels Methanols angewandten Bedingungen (300°; 2 Stunden; 5,5-fache Menge des Brennstoffgewichts an Methanol) lieferten nur $\frac{1}{7}$ der beim Lignin erhaltenen Ausbeute an Gesamtphenolen bzw. $\frac{1}{5}$ derjenigen an destillierbaren Phenolen. An Gesamt-Neutralöl wurden zwar $\frac{4}{5}$ der aus Lignin erhältlichen Menge gewonnen; doch betrug der destillierbare Anteil nur etwa die Hälfte desjenigen von Lignin-Neutralöl.

Da der Braunkohlensaufschluß im Gebiet tieferer Reaktionstemperatur wesentlich langsamer und unvollständiger erfolgt, wurden außer diesen Ergänzungsversuchen keine weiteren bei 300° durchgeführt.

2. Trockenhydrierung bei 400°

Bei dieser Behandlung (80 at H₂-Anf.Druck; Fe₂O₃; 5 Stunden) ergab Braunkohle ca. 4 % Gesamt-Phenole, von denen etwas weniger als die Hälfte destillierbar war; 0,8 % siedeten < 230°/1 at. Die Gesamtausbeute an Neutralöl belief sich auf rund 18 %; rund 7 % waren destillierbares Neutralöl (sämtliche Zahlen auf Braunkohle bezogen). Die diesbezüglichen Werte im entsprechenden Lignin-Versuch waren 7 % Gesamt-, 4 % destillierbare Phenole, 8 % Gesamt-, 6 % destillierbares Neutralöl (alles bezogen auf Lignin).

Unter diesen Bedingungen liefert die Braunkohle demnach nicht mehr so sehr viel ungünstigere Ergebnisse hinsichtlich Phenol-ausbeute, verglichen mit Lignin, als bei der Hydrierung mit Methanol (ohne H₂) bei tieferer Temperatur.

Ein unter den nämlichen Bedingungen, aber mit 160 at H₂-Anf.-Druck durchgeführter Versuch ergab ca. $\frac{3}{4}$ der Gesamt-Phenol-ausbeute, ca. 85 % der destillierbaren Phenole, aber denselben Prozentsatz an niedrigstsiedenden Anteilen als der Versuch mit 80 at H₂. Die Gesamt-Neutralöl-Ausbeute war, im Gegensatz zu der der Phenole, von rund 18 % auf 31 %, der destillierbare Ölanteil auf das Doppelte (von 7 auf 14 %) gestiegen.

Die Erhöhung des H₂-Partialdruckes auf den doppelten Betrag wirkt sich also unter diesen Versuchs-Verhältnissen lediglich in einer Verdoppelung der Neutralölausbeute, keineswegs jedoch auch in einer Erhöhung der Phenol-ausbeute aus. Der besonders interessierende Anteil an niedrigsiedenden Phenolen blieb sogar völlig unberührt davon.

3. Hydrierung mit H₂O-Zusatz bei 400°

Der soeben erwähnte Hydrierversuch wurde auch mit H₂O-Zusatz (1,7 Mol auf je 100 g Kohle) gefahren. Ein Vergleich von Trocken- und Naßhydrierung zeigt, daß durch die Gegenwart von H₂O die Ausbeute an Gesamtphenolen auf ca. 70 %, die an destillierbaren Anteilen auf ca. 60 % und die an leichtestsiedender Fraktion auf ca. 40 % herabgesetzt wurde. Die Ausbeute an Neutralöl blieb ungefähr dieselbe.

Die eben genannte NaHydrierung wurde statt mit Fe_2O_3 auch mit Mo-Grude (Grudekoks mit 2 % MoO_3 ; sogenannte "Reinigungsmasse II 002" von Dr. Kolb, Hydrierung) als Kontakt durchgeführt. Das Ergebnis unterschied sich von dem des Fe-Versuchs hinsichtlich Gesamtausbeuten an Phenolen und Neutralöl und deren destillierbaren Anteilen praktisch nicht. Dagegen war die Menge der $<230^\circ$ siedenden Phenole merklich größer (0,8 % der Kohle) als im Fe-Versuch (0,3 %) und erreichte damit den höheren Wert der Trockenhydrierung.

4. Trockenhydrierung bei 475°

Ein einzelner orientierender Vorstoß mit Braunkohle in das erreichbare Höchsttemperaturgebiet (mit MoO_3 als Kontakt und 160 at H_2 -Anf. Druck) ergab nur je 1/3 der Gesamtmengen an Phenolen und Neutralöl sowie an destillierbaren Phenolanteilen, die bei 400° und gleichem H_2 -Druck (allerdings mit Fe_2O_3) erhalten worden waren. Die besonders interessierende niedrigst siedende Phenolfraktion lag sogar noch wesentlich tiefer ($<0,1$ % statt 0,8 %).

Die Steigerung der Reaktionstemperatur brachte hier, im Gegensatz zum entsprechenden Versuch mit Lignin (siehe I 4), auch einen beträchtlichen Rückgang im Anfall an leichtestsiedenden Phenolen mit sich. Ob dies nur im Unterschied der Kontakte begründet ist (- bei Lignin war NiCO_3 verwandt worden -), wird noch nachgeprüft werden.

5. Hydrierung mit H_2O -Zusatz bei 475°

Bei Zusatz von H_2O (1,7 Mol auf 100 g Kohle), 80 at H_2 und Fe als Kontakt ergab die Braunkohle bei 475° dasselbe ungünstige Bild hinsichtlich Phenol- und Neutralöl-Ausbeute wie bei 400° . Auch die Ges. Ausbeute an Neutralöl war hier, und zwar wesentlich, geringer. Doch ließ sich das Öl zu einem bedeutend höheren Prozentsatz destillieren, sodaß die Ausbeute an destillierbarem Öl, bezogen auf Braunkohle, sogar etwas höher wurde.

Ein Vergleich mit der Trockenhydrierung bei 475° ist zunächst nicht möglich, da der entsprechende Versuch (mit Fe und 80 at H_2) noch aussteht. Von der obigen Trockenhydrierung (mit Mo-Grude und 160 at H_2) unterschieden sich die Ergebnisse der NaHydrierung hinsichtlich Phenol- und Neutralöl-Ausbeuten in keiner Weise; die Neutralölausbeute war bei der NaHydrierung wesentlich geringer.

Außer den oben erwähnten Ergänzungsversuchen soll das Studium der Braunkohlehydrierung bei Gegenwart von Lösungsmitteln der verschiedensten Art, mit dem schon begonnen wurde, fortgeführt werden. Zunächst ist die Untersuchung des Einflusses eines Methanolzusatzes in Bearbeitung. Gleichzeitig wird die Bedeutung einer Zugabe von über $230^\circ/1$ at siedenden Phenolen als Anreibeöl geprüft werden (siehe III).

III. Versuche mit Dr. Fröhlich-Öl

Das von Herrn Dr. Fröhlich, Me 105a, zur Verfügung gestellte "MRKZ-Öl", ein Neutralisationsprodukt einer Mischung von "MZ-Öl" (d.h. von stets alkalisch reagierendem, über 230° siedendem Rückstand der Entphenolierung von "A-Mittelöl") und von "RZ-Öl" (d.h. dem von der Raffination mit H_2SO_4 her stets sauer reagierenden, ebenfalls $>230^\circ$ siedendem Rückstand der Entphenolierung des Benzins) soll versuchsweise als Anreibeöl zur Druckhydrierung von Braunkohle verwandt werden, um festzustellen, ob durch

seinen Einfluß die Ausbeute an $<230^{\circ}$ siedenden Phenolen bei der Hydrierung von Braunkohle in nennenswertem Umfang gesteigert werden kann.

1. Versuche ohne Kalkzusatz

Zunächst wurde das Verhalten des Öls unter den bisher zur Braunkohlehydrierung meist angewandten Bedingungen (80 at H_2 -Anf.Druck; 400° ; 5 Stunden), jedoch ohne den bisher stets zugesetzten Kalk geprüft. Als Kontakt wurden 10 % des Ölgewichts an Mo-Grude beigegeben.

Nach dieser Behandlung waren noch 32 % des Ausgangsprodukts als ätherlösliche Phenole vorhanden, die zu 88 % destillierbar waren (= 28 % des Ausgangsöls); rund 11 % (bezogen auf Ausgangsöl) siedeten $<230^{\circ}/1$ at. An Gesamt-Neutralöl wurden 29 % vorgefunden; davon waren 68 % destillierbar (= 20 % des Ausgangsöls). Nur zu einem kleinen Teil waren ätherunlösliche, koksähnliche Stoffe entstanden.

2. Versuche mit Kalkzusatz

Das mit der Hälfte seines Gewichtes an CaO gemischte, sonst aber unter denselben Bedingungen wie ad 1) hydrierte Ausgangsöl ergab 31 % Gesamtphenole (also dasselbe wie ohne Kalk), 25 % an destillierbaren Phenolen (d.h. 90 % des Wertes ohne Kalk) und 9 % $<230^{\circ}$ siedenden Phenolen (also 80 % des Wertes ohne Kalk). Die Neutralöl-Gesamtausbeute betrug 31 % des Ausgangsöls, war also etwas größer als ohne Kalk. Das Öl ließ sich auch in etwas größerem Umfange destillieren: 23,5 % des Ausgangsöls waren destillierbar (statt 20 % ohne Kohle).

Nach ergänzenden Hydrierversuchen des Fröhlich-Öls unter Verwendung von Fe-Kontakt werden Versuche mit diesem Produkt als Zusatz zur Braunkohle durchgeführt werden.

Herold

Kau

Verteiler:

Herrn Dr. v. Staden
" Dr. Herold
Herren Dr. Kaufmann/Dr. Weber

Vergleich-Linde-Gerlach-Anlage

Inhaltsverzeichnis

	Seite
Einleitung	1
Bilanzversuch der Lindeanlage	1
a) Mengen	1
b) Analysen	1
c) Ausbeuten	1
d) Energien	2
Bilanzversuch der Gerlachanlage	3
a) Mengen	3
b) Analysen	3
c) Ausbeuten	3
d) Energien	3
Gegenüberstellung der Linde- und Gerlachanlage	4
a) Mengen	4
b) Analysen	5
c) Ausbeuten	5
Produktionsausfälle bzw. Ausnutzungsgrad in beiden Anlagen	5
Bedienungspersonal der Linde- und Gerlachanlage	6
Zusammenfassung	6
Anlagen	
Fließschema der Lindeanlage	7
Analysen zu Bilanzversuch der Lindeanlage	8
Bilanzaufstellung über die einzelnen Fraktionen in der Lindeanlage	9
Bilanzaufstellung über die einzelnen Fraktionen mit Olefinen in der Lindeanlage	10
Fließschema der Gerlachanlage	11
Analysen zu dem Bilanzversuch in der Gerlachanlage	12
Bilanzaufstellung über die einzelnen Fraktionen in der Gerlachanlage	13
Bilanzaufstellung über die einzelnen Fraktionen mit Olefinen in der Gerlachanlage	14

V e r g l e i c h

Linde- und Gerlach-AnlageEinleitung.

Um zu einer Entscheidung zu gelangen, welches Trennverfahren für Gas-mischungen, aus denen C₂-, C₃- und C₄-Kohlenwasserstoffe nebeneinander gewonnen werden können, am wirtschaftlichsten arbeitet, wurden die in Leuna in Betrieb angewendeten Verfahren nach Linde und Gerlach auf Grund von Bilanzversuchen der Anlagen einander gegenübergestellt. Ausser der Stoff- und Energiebilanz sind zur Beurteilung der Wirtschaftlichkeit noch die Zahl der zur Bedienung notwendigen Bedienungsleute und die anfallenden Reparaturkosten zu berücksichtigen. Die Trennkosten werden in einer besonderen Kalkulation miteinander verglichen.

1. Bilanzversuch in der Linde-Anlage

Der Leistungsversuch der Linde-Anlage wurde am 26.10.40 in einer der beiden gleichgrossen Anlagen gefahren. Die Mengen wurden innerhalb einer Stunde abgelesen und die Analysenproben während dieser Zeit abgenommen. Die Mengennmessungen hat Herr Dr. Herold vorgenommen, während die Analysen vom analytischen Labor (Dr. Wetzel) und von unserem Betriebslabor Me 819 ausgeführt worden sind.

a) Mengen

Im Fließschema (Schema I S.7) sind die Mengennmessungen eingetragen. Die Gesamtbilanz ist in kg/h angegeben.

Die Gegenüberstellung der Mengen von Ein- und Ausgang ergibt eine gute Übereinstimmung, wie zu ersehen ist:

<u>Eingang:</u> Rohgas	2953 kg/h	<u>Ausgang:</u> C ₄ -Fraktion	805 kg/h
Kreislauf	112 "	C ₃ -"	705 "
		C ₂ -"	564 "
		Restgas	814 "
		Kreislauf	112 "
<u>Ges.Eing.:</u>	<u>3065 kg/h</u>	<u>Ges.Ausg.:</u>	<u>3000 kg/h</u>

Demnach beträgt die Bilanzdifferenz 65 kg, entspr. 2,16 %.

Im Hinblick auf die Schwierigkeiten, die bei der Messung der häufig am Taupunkt oder am Siedepunkt sich befindenden Kohlenwasserstoffe auftreten, ist die Übereinstimmung gut.

b) Analysen

Die den einzelnen Fraktionen entsprechenden Analysen sind in Tabelle II S.8 enthalten. Sie sind als Mittel der sowohl im analyt. Labor als auch bei uns doppelt ausgeführten Analysen entstanden.

c) Ausbeuten

Aus den Mengen und Analysen werden die Gase in die darin enthaltenen Einzelbestandteile aufgeteilt und zwar einmal ohne Berücksichtigung und zweitens unter Berücksichtigung der Olefine. Da es sich bei den Olefinen um relativ kleine Mengen handelt, sind die durch die Analysenfehler bedingten Unterschiede auch entsprechend groß und man kann den vorliegenden Bilanzversuch nicht als Grundlage für z.B. Propylen-Gewinnungsanlagen verwenden. Die rot umrandeten Zahlen sind die über 100% hinausgehenden Werte, die sich aus der Berechnung (Tabelle III S.9 und Tabelle IV S. 10) ergeben.

Die Ausbeuten nach der Tabelle III sind:

für <u>Äthan</u> in der Äthanfraktion	79,14 %
" " " Propanfraktion	4,05 %
<u>Ges.-Äthan</u> auf den Eingang bezogen:	<u>83,19 %</u>
in der Anlage werden nicht gewonnen:	16,81 %

für Propan sind sie:

in der Propanfraktion	84,99 %
" " Äthanfraktion	9,69 %
" " Butanfraktion	4,30 %
<u>Ges.-Propan</u> auf den Eingang bezogen:	<u>98,98 %</u>
in der Anlage werden nicht gewonnen	1,02 %

für Butan betragen sie:

in der Butanfraktion	95,76 %
" " Propanfraktion	4,24 %
<u>Ges.-Butan</u> auf den Eingang bezogen:	<u>100,00 %</u>

d) Energien

Die für die Gewinnung von

805 kg/h techn. Butan
705 " " Propan
564 " " Äthan

aufgewendeten Energien betragen:

an Hochdruckdampf

für den Ammoniak-Kompressor	2600 kg/h
" " Äthan - Kompressor	900 "
" die Heizung	340 "
<u>Ges.</u>	<u>3840 kg/h</u>

an Niederdruckdampf

für die Butan-Kolonne	610 kg/h
" " Propan-Kolonne	180 "
" " Heizung	100 "
<u>Ges.</u>	<u>890 kg/h</u>

an Wasser

335 cbm/h

an elektr. Energie

Kraft	1,7 kWh
Licht	1,4 "

Der spez. Verbrauch für die Gewinnung von 1,0 kg C₂, C₃, C₄-Gemisch beträgt demnach an

Dampf für Heizung, Heizleitung
Gebäude usw.

einbezogen: herausgenommen:

Hochdruckdampf 1,85 kg 1,69 kg

Niederdruckdampf 0,43 " 0,38 "

Wasser (Kühlung des C₂-Kompr. einbezogen) 0,163 cbm

elektr. Energie (Licht für C₂-Gew. einbezogen) 0,0015 kWh/std.

2. Bilanzversuch in der Gerlachanlage

Der Leistungsversuch der Gerlachanlage ist am 26.4.40 gefahren worden. Die Abnahme erfolgte in derselben Weise wie bei dem Leistungsversuch der Linde-Anlage.

a) Mengen

In dem Fließschema (Schema V 9.11) sind die gemessenen Mengen in kg/h und die Meßstellen eingetragen. Aus der Gegenüberstellung der Mengen von Ein- und Ausgang ersieht man die Bilanzdifferenz:

<u>Eingang:</u>	gasförmig	6780	kg/h	<u>Ausgang:</u>	C ₁ -Fraktion	4570	kg/h
	flüssig	6443	"		C ₂ -"	4220	"
	Kreislauf	937	"		C ₃ -"	2088	"
					Restgas	2100	"
					<u>Kreislauf</u>	<u>937</u>	"
					Ges.-Ausg.:	13915	kg/h
					Ges.-Eing.	14160	kg/h

Demnach beträgt die Bilanzdifferenz 245 kg/h; entspr. 1,7 %.

b) Analysen

Die für den Leistungsversuch notwendigen Analysen sind als Mittel aus 4 Analysen (2 Stockanalysen im analyt. Labor Me 24 und 2 Analysen im Betriebslabor Me 819) errechnet worden. Die Zusammenstellung ergibt die Tabelle VI S. 12.

c) Ausbeuten

Die Gesamtbilanz der einzelnen Kohlenwasserstoffe ist aus den Tabellen VII S. 13 und VIII S. 14 zu ersehen. Auch hier ist wieder zu berücksichtigen, dass infolge des geringen Olefingehaltes der einzelnen Kohlenwasserstoffe die Fehler bei den Olefinen recht beträchtlich sind.

Die Ausbeuten nach Tabelle VII S.13 sind:

für <u>Athan</u> in der Athanfraktion	88,72 %
" " in der Propanfraktion	3,50 %
<u>Gesamt Athan</u> auf den Eingang bezogen	92,22 %
in der Anlage werden nicht gewonnen	7,78 %
für <u>Propan</u> in der Propanfraktion	88,58 %
" " in der Athanfraktion	3,50 %
" " in der Butanfraktion	5,95 %
<u>Gesamt Propan</u> auf den Eingang bezogen	98,03 %
in der Anlage werden nicht gewonnen	1,97 %
für <u>Butan</u> in der Butanfraktion	90,74 %
" " in der Propanfraktion	9,26 %
<u>Gesamt Butan</u> auf den Eingang bezogen	100,00 %

d) Energien

Die zu den gewonnenen Mengen von

4570 kg/h	techn. Butan
4220 "	" Propan
2088 "	" Athan

aufgewendeten Energien betragen:

	<u>nach Projektierung: effektiv:</u>	
an Hochdruckdampf		
für Butankolonne	6490 kg/h	4640 kg/h
" Stufenwäscher	1970 "	1677 "
" Heizung	-	1963 "
		Ges. 8280 kg/h
an Niederdruckdampf		
für Butanaufheizer	-	1800 kg/h
" C ₂ -Kolonne	1600 kg/h	1520 "
Verlust, Meßfehler, Undichtigkeiten usw.		80 "
		Ges. 3400 kg/h
an elektr. Energie für Antrieb der NH₃-Kompr.		
<u>Hochspannung</u> (Verluste durch NH ₃ -Umgang, keine Leistungsregler)	830 kWh	954 kWh
<u>Niederspannung</u>		
für Antrieb der Pumpen usw.	92 kWh	198 kWh
für Licht	-	2 "
		Ges. 1154 kWh
an Wasser		
für NH ₃ -Kondensator	266 cbm/h	298 cbm/h
" Butankondensator	269 "	145 "
" Butankühler	20 "	24 "
" Propankühler	13 "	32 "
		Ges. 490 cbm/h

Für die Gewinnung von 1,0 kg Butan-Propan-Athan-Gemisch sind die spez. Energien aus folgender Aufstellung ersichtlich:

<u>Hochdruckdampf</u> mit Heizung	0,77 kg
ohne "	0,585 "
<u>Niederdruckdampf</u>	0,315 "
<u>Hochspannung</u>	0,088 kWh
<u>Niederspannung</u>	0,018 "
<u>Kühlwasser</u>	0,045 cbm

**3. Gegenüberstellung der Mengen, Analysen,
Ausbeuten und Energien in den beiden Anlagen.**

a) Mengen

	<u>Linde</u>	<u>Berlach</u>
Butan	805 kg/h	4570 kg/h
Propan	705 "	4220 "
Athan	564 "	2088 "
Restgas	814 "	2100 "
Kreislauf	112 "	937 "

Ges. 3000 kg/h 13915 kg/h

b) Analysen

	<u>Linde</u>	<u>Gerlach</u>
Butan in Butanfraktion	95,94 %	94,56 %
Propen in Propenfraktion	91,68 %	87,75 %
Athan in Athanfraktion	84,7 %	92,23 %

c) Ausbeuten

Butan	100,00 %	100,00 %
Propen	98,98 %	98,03 %
Athan	83,19 %	92,22 %

spez. Energien je kg C₂, C₃, C₄-Gemisch

<u>Hochdruckdampf</u>		
mit Heizung	1,85 kg/kg	0,77 kg/kg
ohne Heizung	1,69 "	0,585 "
<u>Niederdruckdampf</u>		
mit Heizung	0,43 "	0,315 "
ohne Heizung	0,38 "	0,30 "
<u>Wasser</u>	0,16 cbm	0,045 cbm
<u>elektr. Strom</u>		
Licht	0,0015 kWh	
Kraft		0,11 kWh

Da bei dem Vergleichsversuch die Anlagen mit Rohgas verschiedener Zusammensetzung beliefert wurden, da ferner die Kühlenanlagen verschiedene Energieantriebe haben, sind diese Energien nicht ohne weiteres vergleichbar.

Rechnet man auf vergleichbare Verhältnisse um, so erhält man für den Energieverbrauch folgende Werte je to C₂, C₃, C₄-Gemisch bezogen auf gleichen Kohlenwasserstoffgehalt im Rohgas:

<u>Hochdruckdampf</u>	0,164 t/t	0,761 t/t
<u>Niederdruckdampf</u>	0,546 "	0,313 "
<u>Kondensat (Gutschrift)</u>	0,324 "	0,491 "
<u>Hochspannung</u>	180 kWh/t	88 kWh/t
<u>Niederspannung</u>	1,5 "	18 "
<u>Kühlwasser</u>	58 cbm/t	45 cbm/t

4. Produktionsausfälle durch Betriebsabstellungen infolge Störungen um zusätzliche Sicherheitseinrichtungen in beiden Anlagen.

Zur Frage der Wirtschaftlichkeit der beiden Anlagen sind die durch Störungen im Betrieb auftretenden Produktionsausfälle zu berücksichtigen. Es ist natürlich nicht immer einfach festzustellen, welche Produktionsausfälle sich durch bessere Bedienung oder durch besseres Material (Stopfbüchsen) hätten von vornherein vermeiden lassen. In der folgenden Aufstellung ist davon ausgegangen worden, nur die Produktionsausfälle der beiden Anlagen zu berücksichtigen, die durch die verschiedenen Verfahren bedingt sind (sehr tiefe Temperaturen in der Lindeanlage und daher grössere Einfriergefahr.)

Lindeanlage

Es soll ein Betriebsjahr zugrunde gelegt werden. Durchsätze in den beiden Anlagen sind ca. 2500 cbm/h Gas. Eine Propan- und eine Butan-Kolor sowie ein Athanapparat gehören als ein Aggregat zusammen. - 6 -

In der Lindeanlage ist die eine

40 Tage entspr. 2 400 000 cbm Gas

und die andere

35 Tage entspr. 2 100 000 cbm Gas

ausgefallen.

Die Ausfallzeiten sind entstanden:

- an 45 Tagen durch Spülen der Propankolonne mit Methanol (eingefroren)
- an 17 Tagen durch Ausbau der Butankolonne (Widerstand)
- an 12 Tagen durch Ausbau der Propankolonne (Widerstand)
- an 1 Tag durch Undichtigkeiten,

Der Ausnutzungsgrad betrug also

$$\frac{2 \cdot 365 - 75}{2 \cdot 365} \cdot 100 = 90 \%$$

Zur Zeit ist etwa ein Ausnutzungsgrad von 95 % erreicht, dies entspricht etwa 30 ausgefallenen Tagen. Dieser Wert ist in die Vergleichskalkulation eingesetzt. Einer der später in Betrieb genommenen Athan-Apparate in der Lindeanlage war in einem Jahr ca. 40 Tage ausser Betrieb. Entsprechendes gilt auch für den anderen Apparat.

Die meisten Störungen waren in der Anlage durch Bildung von Ölverstopfungen im Athankreislauf hervorgerufen, sie wurden durch Spülen mit Benzin und Methanol beseitigt.

Gerlach - Anlage

Die Gerlachanlage ist in einem Jahr nur 17 Stunden ausgefallen; entspr. 170 000 cbm Gas. Ausnutzungsgrad

$$\frac{8760 - 17}{8760} \cdot 100 = 99,8 \%$$

Mit Rücksicht auf die alle 5 Jahre wiederkehrende Revision wurde mit 4 ausgefallenen Tagen gerechnet, entspr. einem Ausnutzungsgrad von 99%

Die Feuergefährlichkeit bei beiden Anlagen ist wie bei allen Flüssiggasanlagen recht gross. Insbesondere waren bei der Gerlachanlage grössere Sicherheitseinrichtungen notwendig, um bei Brandausbruch die grossen Flüssigkeitsmengen schnellstens aus der Anlage zu entfernen. Dadurch wurden die Anlagekosten erhöht.

5. Bedienungspersonal der Linde- und Gerlachanlage.

Das benötigte Personal beträgt

- für 2 Lindeanlagen = 7 Mann pro Schicht
 - für 1 Gerlachanlage = 5 Mann pro Schicht
- ohne Pumpenstube und Tanklager.

Zusammenfassung.

Es wird eine Bilanz über Mengen und Energien der Gaszerlegung nach Linde und Gerlach (Waschverfahren) aufgestellt. Aus dieser Bilanz ist zu ersehen, dass die Ausbeuten an Athan bei der Lindeanlage niedriger sind als bei der Gerlachanlage. Eine Kalkulation, die die vorhandenen Zahlen benutzt, hat ergeben, dass das Gastrennverfahren nach Gerlach um rund 20 % billiger ist als das nach Linde.

gez. Kähler

- 8 -

Analysen zu Bilanz-Versuch der Linde-Anlage vom 26. Oktober 1940.

	Rohgas +Krslf.	C ₄	C ₃	C ₂	Restgas	Krslf.
	Ks/N	805	705	564	814	112
CO ₂	-	-	-	-	-	-
H ₂ S	-	-	-	-	-	-
O ₂	-	-	-	-	-	-
H ₂	1,15	-	-	-	4,03	-
CO	1,92	-	-	0,01	7,00	-
N ₂	4,72	-	-	0,12	14,70	-
CH ₄	16,88	-	-	2,10	60,85	-
C ₂ H ₆	20,15	-	3,17	82,80	10,95	-
C ₂ H ₄	0,85	-	0,30	1,90	1,52	-
C ₃ H ₈	25,80	3,80	88,50	9,17	0,95	-
C ₃ H ₆	2,70	0,26	3,18	3,90	-	-
1-C ₄ H ₁₀	13,00	45,96	4,74	-	-	-
1-C ₄ H ₈	0,15	0,48	-	-	-	-
n-C ₄ H ₁₀	11,90	46,40	-	-	-	-
n-C ₄ H ₈	0,78	3,10	0,11	-	-	-
Gew. %	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	-

00001061

- 9 -

13.1.41

Bilanz für Leistungsversuch der Linde-Anlage vom 26. Oktober 1940. 11⁰⁰

	Gesamt	H ₂	N ₂	CO	O ₁	C ₂	C ₃	C ₄
Rohgas kg/h	2 953	35,25	144,66	58,85	517,37	598,84	806,33	791,70
Kraflf. "	112	-	-	-	-	44,80	67,20	-
Ges. Eing.	3 065	35,25	144,66	58,85	517,37	643,64	873,53	791,70
C ₄ -Frkt. "	805	-	-	-	-	-	32,68	772,32
C ₃ -" "	705	-	-	-	-	24,47	646,34	34,19
C ₂ -" "	564	-	0,68	0,06	11,84	477,71	73,71	-
Restgas "	814	32,80	119,66	56,98	495,32	101,51	7,73	-
Kraflf. "	112	-	-	-	-	44,80	67,20	-
Bil. Diff.	65	2,45	24,32	1,81	10,21	4,85	45,87	14,81
Ges. Ausg.	3 065	35,25	144,66	58,85	517,37	643,64	873,53	791,70

Rohgas %	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
C ₄ -Frkt. %	27,26	-	-	-	-	-	4,05	97,55
C ₃ -" "	23,87	-	-	-	-	4,09	80,16	4,32
C ₂ -" "	19,10	-	0,47	0,10	2,29	79,77	9,14	-
Restgas "	27,57	93,09	82,72	96,82	95,74	16,95	0,96	-
Kraflf. "	3,79	-	-	-	-	7,48	8,33	-
Bil. Diff.	2,20	6,95	16,81	3,08	1,97	0,81	5,69	1,87

Rohgas kg/h	2 888	32,80	120,34	57,04	507,16	603,69	760,46	806,51
" %	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
C ₄ -Frkt. %	27,87	-	-	-	-	-	4,30	95,76
C ₃ -" "	24,41	-	-	-	-	4,05	84,99	4,24
C ₂ -" "	19,53	-	0,57	0,11	2,33	79,14	9,69	-
Restgas "	28,19	100,00	99,43	99,89	97,67	16,81	1,02	-

00001062

- 10 -

		Anlage von 26. Oktober 1940.										11. 1. 41			
Bilanz für Leistungsverbrauch der Lände		kg/h	kg/h	kg/h	kg/h	kg/h	kg/h	kg/h	kg/h	kg/h	kg/h	kg/h	kg/h	kg/h	kg/h
		Gesamt	H ₂	W ₂	CO	CO ₂	C ₂ H ₆	C ₂ H ₄	C ₂ H ₂	C ₃ H ₈	C ₃ H ₆	1-mC ₄ H ₁₀	1-C ₄ H ₈	n-C ₄ H ₁₀	n-C ₄ H ₈
Robgas	2 953	35,25	144,66	58,85	517,37	578,26	20,58	743,73	62,60	398,45	4,60	346,74	23,91		
Kreislauf	112	-	-	-	-	39,33	5,47	47,04	20,16	-	-	-	-	-	-
Ges. Eing.	3065	35,25	144,66	58,85	517,37	617,59	26,05	790,77	82,76	398,45	4,60	346,74	23,91		
C ₄ -Frakt.	805	-	-	-	-	-	-	30,59	2,09	369,98	3,86	373,52	24,96		
C ₃ -Frakt.	705	-	-	-	-	22,35	2,12	623,92	22,42	33,42	-	-	0,77		
C ₂ -Frakt.	564	-	0,68	0,06	11,84	466,99	10,72	51,71	22,00	-	-	-	-		
Restgas	814	32,80	119,66	56,98	495,32	89,14	12,37	7,73	-	-	-	-	-		
Kreislauf	112	-	-	-	-	39,33	5,47	47,04	20,16	-	-	-	-		
Bil. Diff.	65	2,45	24,32	1,81	10,21	0,22	4,63	29,78	16,09	4,95	0,74	8,78	1,82		
Ges. Ausg.	3 065	35,25	144,66	58,85	517,37	617,59	26,05	790,77	82,76	398,45	4,60	346,74	23,91		
Robgas %	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00		
C ₄ -Frakt. %	27,26	-	-	-	-	3,87	10,30	4,11	3,34	92,85	83,91	102,41	104,39		
C ₃ -Frakt. %	23,87	-	-	-	-	80,76	52,09	83,89	35,81	8,39	-	-	3,22		
C ₂ -Frakt. %	19,10	-	0,47	0,10	2,29	15,42	60,11	6,95	35,14	-	-	-	-		
Restgas %	27,57	93,05	82,72	96,82	95,74	6,80	26,58	1,04	-	-	-	-	-		
Bil. Diff. %	2,79	6,95	16,81	3,08	1,97	0,05	23,50	6,32	32,20	1,24	16,09	2,41	7,61		
Robgas kg/h	2 888	32,80	120,34	57,04	507,16	578,48	25,21	713,95	46,51	403,80	3,86	373,52	25,75		
%	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00		
C ₄ -Frakt. %	27,87	-	-	-	-	3,86	8,41	4,28	4,50	91,72	100,00	100,00	97,01		
C ₃ -Frakt. %	24,41	-	-	-	-	80,73	42,52	87,39	48,20	8,28	-	-	2,99		
C ₂ -Frakt. %	19,53	-	0,57	0,11	2,33	15,41	49,07	7,25	47,30	-	-	-	-		
Restgas %	28,19	100,00	99,43	99,89	97,67	15,41	49,07	1,68	-	-	-	-	-		
	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00		

00001063

- 12 -

Stockanalysen zu dem Bilanz-Versuch der Gerlach-Anlage von 25. April 1940, 14.09.24.1.41.

kg/h	Rohgas		Flüss.		C ₁ -Kol.		C ₂ -Kol.		C ₃	C ₄	C ₂	Restgas	Abgas
	Bing.	Wing.	Bing.	Wing.	Bing.	Wing.	Bing.	Wing.					
	6 780	7 380					4 220	2 088		2 100		2 100	Me 826 937
H ₂	1,26	0,05	-	-	-	-	-	-	-	-	-	3,79	0,04
O ₂	1,88	0,04	-	-	-	-	-	-	-	-	-	6,27	0,14
N ₂	5,46	0,01	-	-	-	-	-	0,28	-	-	0,28	14,93	0,74
CH ₄	21,05	0,65	1,40					0,48			0,48	63,04	5,56
C ₂ H ₆	25,08	4,50	5,92				1,46	88,65			88,65	7,14	4,39
C ₂ H ₄	1,08	0,52	0,52				0,34	3,58			3,58	0,90	0,41
C ₃ H ₈	24,33	32,40	31,71				81,25	4,46			4,46	3,63	19,65
C ₃ H ₆	1,64	1,22	2,00				6,50	2,55			2,55	0,30	0,64
1-C ₄ H ₁₀	13,20	32,00	30,80				10,45	-			-	-	49,67
1-C ₄ H ₈	0,25	0,70	0,00				-	-			-	-	0,57
n-C ₄ H ₁₀	4,16	25,95	27,50				-	-			-	-	17,62
n-C ₄ H ₈	0,38	1,09	0,00				1,80	-			-	-	0,57
C ₅	0,23	0,87	0,15				-	-			-	-	-
	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00

~~14/02~~
30/4.02

0001063B

- 13 -

Bilanz für Leistungsverband der Gerlach-Anlage vom 26. April 1940. 14.00 24.1.41

	Gesamt	H ₂	N ₂	CO	C ₁	C ₂	C ₃	C ₄	C ₅
Eingang Gasförmig	6 780	85,43	370,19	127,46	1427,19	1773,65	1753,99	1219,72	22,37
" + Kalf.Fl.	7 380	3,69	0,74	2,95	47,97	370,47	2481,16	4408,81	64,21
Rohgas	13 225	88,75	364,00	129,10	1423,06	2099,14	4045,03	5002,05	71,87
Kreislauf	937	0,37	6,93	1,31	52,10	44,98	190,12	626,48	14,71
Gesamt-Eingangs	14 160	89,12	370,93	130,41	1475,16	2144,12	4235,15	5628,53	86,58
C ₄ -Fraktion	4 570	-	-	-	-	75,96	248,61	4321,39	-
C ₃ "	4 220	-	-	-	-	1925,76	3703,05	440,99	-
C ₂ "	2 088	-	5,85	-	10,02	146,37	146,37	-	-
Restgas	2 100	79,59	313,53	131,67	1323,84	168,84	82,53	-	-
Kreislauf	937	0,37	6,93	1,31	52,10	44,98	190,12	626,48	14,71
Bilanz-Diff.	245	9,16	44,62	2,57	89,20	71,42	135,53	239,67	71,87
Gesamt-Ausg.	14 160	89,12	370,93	130,41	1475,16	2144,12	4235,15	5628,53	86,58
Rohgas	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
C ₄ -Fraktion	34,56	-	-	-	-	3,62	6,15	86,39	-
C ₃ "	36,42	-	-	-	-	91,74	91,55	8,82	-
C ₂ "	15,79	-	1,61	-	0,70	9,04	3,62	-	-
Restgas	15,88	89,68	86,13	101,99	93,03	9,04	2,04	-	-
Kreislauf	7,69	0,42	1,90	1,01	3,66	3,14	4,70	12,58	20,47
Bilanz-Diff.	0,76	10,32	12,26	1,99	6,27	3,40	3,36	4,79	100,00
Rohgas	12 978,00	79,59	319,38	131,67	1333,86	2170,56	4180,56	4762,38	-
"	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	-
C ₄ -Fraktion	36,68	-	-	-	-	-	5,95	90,74	-
C ₃ "	32,58	-	-	-	-	3,50	88,58	9,26	-
C ₂ "	16,04	-	-	-	0,75	80,72	3,50	-	-
Restgas	15,96	100,00	98,17	100,00	99,25	7,78	1,97	-	-

00001064

14

Bilanz für Leistungsverbrauch der Gerichte-Anlage vom 25. April 1940. 14.00. 25.1.41

	Gesamt	L2	B2	CO	01A	02HG	03A	03HG	04H10	104H8	104H10	104H8	104H10	05
Eing. Gasf.	6 780	85,43	370,19	127,40	1427,19	11700,43	73,22	164280	11,19	89496	16,95	282,05	25,76	22,37
" fl. + Kraftf.	7 380	3,69	0,74	2,95	47,97	332,10	33,27	239112	20,04	2351,60	51,66	1015,11	80,44	64,21
Rohgas kg/h	13 223	88,75	364,00	129,10	142306	199140	107,74	3849,80	195,23	2791,15	63,27	2046,77	100,86	71,87
Kreislauf "	937	0,37	6,93	1,31	52,10	41,13	3,85	184,12	6,00	465,41	5,34	150,39	5,34	14,71
Ges. Sings. kg/h	14 160	89,12	370,93	130,41	1475,16	202252	111,59	4033,92	201,23	3256,56	68,61	2197,16	106,20	86,58
C4-Fraktion "	4 570	-	-	-	-	-	-	240,38	8,23	23525	51,64	1974,24	82,26	-
C3 "	4 220	-	-	-	-	-	-	3428,75	27,50	40,99	-	-	-	-
C2 "	2 088	-	-	-	-	-	-	93,12	5,25	-	-	-	-	-
Restgas	2 100	79,59	5,85	131,67	10,02	185101	74,76	75,23	6,30	-	-	-	-	-
Kreislauf "	937	0,37	6,93	1,31	52,10	41,13	3,85	184,12	6,00	465,41	5,34	150,39	5,34	14,71
Bilanz-Diff.	245	9,16	44,62	2,57	89,80	71,17	6,26	11,32	16,83	16,91	11,63	72,53	18,60	71,87
Ges. Ausg.	14 160	89,12	370,93	130,41	1475,16	202252	111,59	4033,92	201,23	3256,56	68,61	2197,16	106,20	86,58
Rohgas	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
C4-Fraktion	34,56	-	-	-	-	-	-	6,24	4,22	79,30	81,62	96,46	81,56	-
C3 "	31,92	-	-	-	-	-	-	89,06	40,50	15,80	-	-	-	-
C2 "	15,79	-	-	-	-	-	-	2,42	27,28	-	-	-	-	-
Restgas	15,80	89,68	1,61	101,99	93,03	17,54	3,23	1,98	3,23	-	-	-	-	-
Kreislauf	7,09	9,42	1,56	1,61	2,66	3,56	3,07	4,76	3,07	16,67	8,44	7,23	5,29	20,11
Bil. Diff.	1,85	10,32	12,26	1,59	6,27	0,23	0,30	0,30	175,23	4,90	16,38	3,54	18,44	100,00
Rohgas	12 978	79,59	319,38	131,67	133,86	202,54	108,00	383,48	342,09	2654,24	51,64	1974,24	82,26	-
"	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
C4-Fraktion	35,21	-	-	-	-	-	-	6,26	2,41	83,39	100,00	100,00	100,00	-
C3 "	32,52	-	-	-	-	-	-	89,33	80,19	16,61	-	-	-	-
C2 "	16,09	-	-	-	-	-	-	2,42	15,57	-	-	-	-	-
Restgas	16,18	100,00	98,17	100,00	99,25	17,50	1,99	1,99	1,83	-	-	-	-	-

Mai 1944

00001065

Erweiterung der Brückstammanforderung für einen
Stücktag von 320 m^3 Kesselri mit Kipfen von $350 \text{ m}^3/\text{h}$

Wofür: 26 Kesselri
52 Kesselri

Leistung: $260/270 \text{ m}^3$ Kesselri/h Kipfen $300 \text{ m}^3/\text{h}$

Gesamt: 2 Kesselri

Leistung: 13.5 to Brückstamm mit 42% Fett = $8 \text{ to } 60$

= 12.5 to Aufschmelzung I $36-38\%$ Fett

= 9.5 m^3 Aufschmelzung

= 35 m^3 Kesselri

Gesamtleistung: $295/305 \text{ m}^3/\text{h}$ Kipfen $325-335 \text{ m}^3/\text{h}$

Für eine Leistung von $325 \text{ m}^3/\text{h}$ mit Kipfen bis $350 \text{ m}^3/\text{h}$ sind
erforderlich:

1) 2 Kesselri

2) 1 Aufschmelzungsgl. 100 d

3) Erweiterung der Vorladung, Kipfen

Kipfen

Bag Target

3043. 30/4.02

00001066

Leuna - Werke, den 20. Februar 1939. DI.K/St.

Reisebericht .

Betr.: Besuch in Scholven am 3. Januar 1939.

Zweck des Besuchs: In einer Vorbesprechung soll die Frage der Rückstandsschmelerei von Wesseling in Verbindung mit einer Besichtigung der Kugelöfen in Scholven geklärt werden.

Anwesend: von Scholven: Dir. Dr. Joost,
" " Notteboom,
" " Urban,
Dr. Junge,
Dr. Heide,
von Wesseling: Dr. Müller von Blumencron,
Dr. Nedelmann,
Dr. Peukert,
Dipl. Ing. Moll,
von Oppau: Dr. Simon,
Dr. Gieg.
von Gelsenkirchen: Dr. Bross,
Dipl. Ing. von Deimling,
von Leuna: Dipl. Ing. Fußhüller,
" " Karl.

I. Die Entwicklung der Kugelöfen.

a) Dr. Urban:

Herr Dr. Urban macht über die Entwicklung der Kugelöfen zuerst längere Ausführungen. Als Mahlkörper in den Kugelöfen wurden anfangs volle Vierkantkörper von 25 kg Gewicht, da diese aber zu schwer waren, vierkantige Hohlkörper, dann nach Vorschlag Krupp, der der Ansicht war, dass bei der Schmelung das Produkt auf möglichst viele Körper verspritzt werden müsse, leichte Hohlkugeln benutzt. Da auch diese Hohlkugeln nicht befriedigten, wurden später Doppelkante aus Rohrstücken, neuerdings Stahlguß - Kreuzkörper von 1,5 kg Gewicht bei 100 mm Kantenlänge verwandt. Die Füllung eines Ofens beträgt 9 - 10 to, also annähernd 5000 Stück Mahlkörper. Leider reibt sich die Ofenwandung relativ schnell ab, und zwar nach den letzten Versuchen in 100 Tagen 7 mm. Daher hat auch die Lebensdauer der Rohrmäntel in den Kugelöfen bis jetzt nicht befriedigt, da sie zu schnell durch die Mahlkörper abgenutzt werden. Erst kürzlich sind aber zwei Öfen mit neuen Rohren und einer Zwischenwand aus Stahlguß statt Schmiedeeisen in Betrieb gekommen, die eine längere Laufzeit infolge der verwandten neuen Mahlkörper versprechen.

Die chemischen und technischen Daten der Rückstandsaufarbeitung von Scholven sind in einer Anlage zusammengestellt. In einer zweiten Anlage ist versucht, die einzelnen Arten der Rückstandsaufarbeitung zu vergleichen.

b) Dr. Junge:

Meist sind jetzt 5 Öfen in Betrieb. 3 Ofenmäntel mußten seit der Inbetriebnahme August 1936 bis jetzt ausgewechselt werden, kürzlich sind zwei Öfen mit neuen Mänteln angefahren, deren Kondensation nach neuesten Gesichtspunkten ausgeführt ist. Die Ofenmäntel sind gerissen, weil wassergasgeschmiedete Rohre, und verbault, weil zu schwere Mahlkörper verwandt wurden. In der ersten Zeit trat Verkokung in den Öfen und Staubverstopfung alle 3 bis 5 Tage auf. Eine zusammenhängende Laufzeit von 120 Tagen ist einmal erzielt worden. Die Wandstärke eines Ofens beträgt 35 mm. In 120 Tagen war diese Wand um 8 mm auf 27 mm abgenutzt. Von Zeit zu Zeit wird der Austrag sehr stark ölig. Es sieht so aus, als ob dann eine Kokswand im Ofen zusammenbricht, hinter der dann das Produkt hervorschießt. Von der chemischen Seite her werden ziemlich erhebliche Anforderungen an den Kugelofen gestellt. Die Steinkohle-Entschlammung hat hohen Asphalt im Öl bei geringem Feststoffgehalt. Außerdem sind gegenüber den Schneckenöfen die Kugelöfen viel viel mehr mit Staub gefüllt; dieser hat Zeit, viel mehr Öl zu absorbieren.

Eine Laufzeit als Jahresmittel und ebenso die mittleren Reparaturkosten je to Entschlammung werden auf unsere direkte Frage trotz 2¹/₂ jähriger Betriebserfahrung nicht angegeben. Nach Meinung von Scholven ist das Wesentlichste, dass der Betrieb überhaupt jederzeit aufrecht erhalten werden konnte.

Bei der Ausbeute begnügt man sich mit 70 - 75 % bezogen auf das Soll-Öl, weil die Öfen nach Möglichkeit geschont werden sollen. Aus diesem Grunde hat man auch den Durchsatz der Öfen in letzter Zeit herabgesetzt.

Um Kokswände schon frühzeitig in ihrer Entstehung zu zertrümmern, wird der Ofen in Abständen von ungefähr 5 Minuten schnell und langsam gefahren.

c) Dr. Müller von Blumencron:

Wir haben uns mit Ludwigshafen, Leuna und Scholven seinerzeit ausgesprochen. Zuerst waren für Wesseling Kugelöfen bestellt. Diese Kugelöfen sind nach Stettin abgegeben und 6 Schneckenöfen dafür bestellt worden. Eigentlich werden aber 8 Einheiten benötigt und bei der bevorstehenden Erweiterung noch weitere 6 Öfen. Dr. Pier ist der Ansicht, dass man bei den Verhältnissen, die man noch garnicht kennt, sehr vorsichtig sein soll. Infolgedessen ist er der Ansicht, dass man halb und halb wählen soll. Natürlich ist für den Betrieb diese Lage sehr unerwünscht. Es entsteht nun die Frage: soll man für die bevorstehende Vergrößerung von 6 Einheiten nun nicht doch lieber Kugelöfen nehmen? Die Konzentration der Asphalte soll bei der Hydrierung rheinischer Braunkohle bedeutend größer sein wie in Leuna. Nach Dr. Krüsig ist mit 13,6 % Asphalt im Öl der Schleudermischung zu rechnen, das entspräche ungefähr einem Entschlammungs - Asphalt von 21,2%. Zudem sollen auch die Asphalte bei 700 atm noch nicht zum Verschwinden gebracht werden können. Nach der allgemeinen Ansicht ist der Kugelofen noch für größere Mengen Asphalt geeignet wie der Schneckenofen.

d) Dr. Nedelmann:

Dr. Nedelmann hat früher Versuche durchgeführt über die Zähigkeit von Kohleschmelzen in der Kokerei. Vielleicht kann man ähnliche Versuche durchführen, um den Charakter der Entschlammung zu ergründen, durch Vergleich von Leunaer-, Scholvener - und Rheinbraun - Versuchs-Entschlammung.

e) Dr. Bross:

Dr. Engel hat größere Studien über den Asphalt gemacht, aber die Kenntnisse über die Verarbeitung des Asphaltes sind eigentlich nicht erweitert worden. Braunkohle-Entschlammung kann man mit Schneckenöfen verarbeiten, dies hat Leuna bewiesen. Bei Steinkohle-Entschlammung ist in Lu der Kugelofen entwickelt worden, und auch da blieben im Anfang die Kugeln im Produkt stecken. Der Steinkohlen-Asphalt ist eben ganz anders geartet. Die Steinkohleentschlammung kann der Kugelofen verarbeiten, dies zeigt Scholven, wenn auch noch dabei große mechanische Schwierigkeiten zu überwinden sind. Es fragt sich nun, ob

die endgültige Rheinbraun - Kohleentschlammung mehr nach der Braunkohlenseite hin oder nach der Steinkohlenseite hin liegt. Nach seiner Ansicht ist der Schneckenofen für die Verarbeitung von Steinkohle-Entschlammung nicht geeignet, er fährt nach kurzer Zeit fest, wohl aber der Kugelofen, er läuft wenigstens, wenn er auch z.Zt. noch große Mängel hat. Falls es sich also herausstellt, dass die Rheinbraun-Entschlammung mehr nach der Steinkohlenseite hin liegt, so kann man bei Verwendung des Kugelofens, der ja schon bewiesen hat, dass er für schwere Produkte geeigneter ist wie der Schneckenofen, die Bedingungen gegenüber der Steinkohle ermäßigen. Er wird also besser laufen.

II. Andere Methoden der Entschlammungs-Verarbeitung.

Dr. Urban :

In der Verarbeitung der Entschlammung müssen noch Fortschritte erreicht werden. Die thermische Behandlung von Entschlammung ist nicht die richtige Methode. Auch mit der Schleuderei ist man in Scholven durchaus nicht zufrieden; es bleibt viel zu viel Festes im Öl und der Rückstand fällt nicht konzentriert genug an. Scholven versucht auf andere Weise zum Ziele zu kommen und zwar

- a) durch Abänderung der Schleudung,
- b) durch Filtration.

a) Schleudung:

Lu. hat nach Mitteilung von Herrn Dr. Gieg Versuche mit einer Heine-Schleuder, die aber einen kontinuierlichen festen Austrag haben soll, wieder aufgenommen. Die Kennziffer dieser Schleuder beträgt 1 250. Auch Herr Dr. Junge hat mit einer kleinen Rheineveld-Schleuder von 10 kg Durchsatz Versuche angestellt. Der Schleuderrückstand der Laval-Schleuder wurde durch Verdünnungsöl verdünnt und in dieser Versuchsschleuder geschleudert. Es wurde also das Laval-Prinzip und das Heine-Prinzip kombiniert. Das Feste im Schleuderöl bzw. Anreibeöl stört Scholven nicht, da dieses Feste aschearm ist.

In der folgenden Tabelle sind sowohl die Werte des ersten, wie auch des zweiten Schleuderns zusammengestellt. Man kann aus der Zusammenstellung entnehmen, daß beim 2maligen Schleudern ungefähr 67% des Gesamtfesten in das Schleuderöl kommen, daß der zum Schwelen gelangende Rückstand hoch konzentriert, in geringer Menge und in sehr niedriger Asphaltkonzentration anfällt.

Bei dem hochkonzentrierten Festen tritt aber sofort die Schwierigkeit der Förderung auf. Wie kann man ein Produkt mit über 60% Festem in den Schwelofen hineinbekommen? Eine Regeneration scheidet von vornherein aus. Dr. Junge schlägt eine Strangpresse vor. Eine Simplexpumpe hat ein Produkt von 60% Festem, allerdings ohne Asphalt, drücken können. Durch möglichst hohe Konzentration des Festen wird die von den Schwelöfen zu verarbeitende Menge außerordentlich klein und asphaltarm, so daß nur wenige Ofeneinheiten notwendig sind und diese außerdem noch mit größerer Schonung betrieben werden können. Es wird dabei erwogen, das Öl überhaupt ohne Schwelung in Verlust zu geben, da der Anteil unter 10% des Entschlammungsöles liegt.

Blatt 6

	I. Laval Durchsatz	Festes %	fl kg	Verdünnung kg	Insgesamt kg	Asphalt %	kg
Entschlammung	1 000	30	300	700	-	18	126
Mischung	1 660	18	300	700	1 360	9,3	126
Rückstand I	430	35	150	280	-	9,3	26
Schleuderöl	230	12,2	150	420	1 080	9,3	100
			570				

50% des gesamten Festen befinden sich im Schleuderöl

26,3% Festes enthält das Entschlammungs-Schleuderöl

II. Heine

Rückstand I	430	35	150	280	-	9,3	26
Mischung	750	20	150	280	600	4,4	26
Rückstand II	167	60	100	67	-	4,4	3
Schleuderöl	583	8,6	50	213	533	4,4	23
			263				

33,3% des eingebrachten Festen befinden sich im Schleuderöl

19,0% Festes enthält das Entschlammungs-Schleuderöl

Bei 2maligem Schleudern sind von 300 kg Festem ^{im} 200 kg/Schleuderöl nachgewiesen = 67%

Das Verhältnis von Asphalt : Festem ändert sich wie folgt:

In der Entschlammung auf	2,3 kg Festes	1 kg Asphalt	= 43%
Im Rückstand I	5,8 "	1 "	= 18%
Im Rückstand II	33,3 "	1 "	= 3%

b) Filtern bei hoher Temperatur:

Schulven beabsichtigt, Schleuderrückstände bei hohen Temperaturen zu filtrieren. Bei Temperaturen von 200-300° können Filtertücher aus Köpergewebe oder keramische Massen nicht mehr benutzt werden, sondern nur noch gepresste Tressengewebe z. B. von der Metalltuchfabrik Kufferath/Düren. Proben dieses Metalltuches bekommen wir mit. Bei der hohen Temperatur ist Rücksicht zu nehmen auf die Verdampfbarkeit der Öle. Bei dieser hohen Temperatur wird man wegen dieser Verdampfbarkeit der Öle kein Vakuum mehr anwenden können, sondern muß Druck nehmen. Bei Anwendung eines Vakuums von 50 mm Hg beträgt der Durchsatz 300 kg/m²/h. Das Filtrat enthielt 10% Festes, aschearm. Zeitweise geht ohne ersichtlichen Grund die Leistung des Filters stark zurück. Als Verdünnungsöl wird ein Mittelöl benutzt mit einem Anilinpunkt von 22°. Als Versuchsfiler dient ein Drehfilter von Schüchtermann + Krämer mit 1 m² Filterfläche. Das Bestreben ist auf einen stark konzentrierten Kuchen gerichtet, für den sich bei über 60% Festem ein Schwelen erübrigt.

III. Entspannung von Entschlammung (Druckdestillation):

Im Verlaufe der Diskussion wurde auch die Druckdestillation erwähnt. Herr Dr. Urban führt Versuche an, bei denen auf 18 mV vorgeheizter Schleuderrückstand, bevor er in den Schneckenofen gelangt, mit überhitztem Wasserdampf zusammen entspannt wird. Bei einem Wasserdampfzusatz von 100 kg/t konnte die Konzentration von 35 auf 41% gesteigert werden. Die Asphaltmenge hatte sich dabei verändert und zwar war sie gestiegen. Aus dem Restöl war wahrscheinlich durch die Einwirkung des O₂-Gehaltes des Dampfes Asphalt entstanden.

IV. Filtration von Mittelöl:

Beim Rundgang wurde auch das Filtern von Mittelöl durch Kerzen gezeigt. Die Kerzen bestehen aus keramischer Masse und sind außerdem noch mit Filz umwickelt. Ihr Durchmesser beträgt schätzungsweise 300 mm und ihre Länge 800 mm. Sie sind mit einer Menge von 14 stuto belastet und müssen alle 2 - 4 Tage ausgewechselt werden, da dann ihr Widerstand durch Verunreinigungen mit teerartigen Resten und Arsensulfid steigt. Nach Angaben von Herrn Dr. Urban gelingt es aber, den K - Wert der Regeneratoren auf gleichmäßiger Höhe zu halten.

Nach dieser Besprechung in kleinerem Kreise hier in Scholven soll an anderer Stelle die endgültige Besprechung folgen.

Bei der Besichtigung machte die Rückstands - Schwelerei durchaus noch nicht einen sauberen Eindruck. Die Verladung von Rückständen war infolge der Kälte stark zurückgeblieben. Die neu angefahrenen Öfen machen einen guten Eindruck. Vor allem besticht die jetzt außerordentlich einfache Kondensation, die nur noch aus einem Turm besteht.

2 Anlagen

Urban

Chemische und technische Daten der Rückstands - Aufarbeitung.

- 1) Kammerabschlamm: 30 % Festes (Benzolunlösliches),
36 % Asche im Festen,
70 % Öl,
18 % Asphalt im Öl

wird verdünnt mit ca. 60 % Abstreiferschweröl
auf ca. 18 - 20 % Festes.

- 2) Schleuderei: (Laval) bei 2,3 - 2,4 t/Std. je Stunde und 160° Cels.

	a) Schleuderöl	b) Schleuderrückstand
	ca. 75 % Anfall	ca. 25 % Anfall der Mischg.
% Festes	12,5 %	35 %
% Asche im Festen	27,5 %	46 %
% Asphalt im Öl	11 %	11 %

- 3) Schwelung:

Technische Daten: ϕ 2,20 m 11 m Lg.-Heizfläche ca. 75 m²
Vol. = 68 m³, Füllkörper ca. 5 000 Stück
= 9 - 10 to Füllung mit Kreuzkörpern,
Drehzahl 9,5/19
Temperatur ca. 28⁵ - 30 mV

Belastung: 2,5 to Schleuderrückstand/ Std., aufgeheizt
auf 18 mV + 30 kg Dampf, 0,2 to Zusatz-
spüldampf.

Kraftgas f. Schweltrommel 160 m³/h zu 5000WE
" f. Prod. Aufheizg. 60 " " " 5000WE
Antriebsmotor ca. 100 Kw.

Effekt: Ölausbeute ca. 70 - 75 % auf asphalthaltiges Öl

Schwelrückstand ca. 28 - 33 % Asche,
3 - 4 % Asphalt.

Verkokung: selten.

Verschleiß: z.Zt. 2 mm je Monat mit den harten,
scharfkantigen Körpern.

00001075

Vergleichsdaten der Schweißtrommeln.

	Schneckenofen Lu	Kugelofen Lu	Kugelofen Scholven	Schneckenofen Me
Ø	1 m	1,5 m	2,20 m	0,9 m
Länge	16 m	8 m	11 m	2 x 16 m
Heizfläche	50 m ²	38 m ²	75 m ²	90 m ²
Ofenvolumen	12 m ³	14 m ³	68 m ³	20 m ³
Drehzahlen	1 Umdrehung/Min.	14 / 26	9,5 / 19	1 Umdrehung/Min.
Füllung	Bandschnecke m. Stäben	5 to Kugeln +Kantkörper	9 - 10 to Kreuzkörper	Bandschnecke mit schweren Stangen
Belastungen:				
<u>Schleuderrückstand</u> kg/Std.	500 - 600	600 - 800	2 500	2 700
kg Festes	200 - 240 (40%)	240 - 320 (40%)	870 (35%)	1 100 (40%)
kg Öl	300 - 360	360 - 480	1 630	1 600
kg Asphalt	39 - 47	47 - 63	180	130
Dampf kg/Std.	300	350	230	1 200
je m ² Heizfläche				
kg Festes	4 - 5 kg/Std.	7 - 9 kg/Std.	11,5 kg/Std.	12,2 kg/Std.
kg Öl	6 - 7	9 - 12	21,5	17,8
kg Asphalt	0,8 - 0,9	1,2 - 1,6	2,4	1,45
Laufzeiten	3 - 4 Wochen	länger wie 4 Wochen ohne Störung	2 - 4 Monate	100 Tage
<u>Ölausbeuten</u>	<u>Schneckenver-</u> <u>schleiß</u>	bis 85 %	<u>Verschleiß</u> <u>d. Wandung</u>	70 - 82 %
	83 - 87 %		70 - 75 %	

Herrn M. Baumgarten / M. Kerschke

Leuna *Kerschke* den 2.3.1944 /R

Besprechungsbericht.

00001076

Tag der Besprechung: 1.3.1944

Ort der Besprechung: Brabag - Zeitz

Teilnehmer: Dir. Dr. Wille } von der Brabag
Dipl. Ing. Steffen }
Dipl. Ing. Thyrock } von Leuna

Gegenstand der Besprechung: Kugelofen

Die Brabag ist grundsätzlich bereit, eine Schweltrommel mit allem Zubehör an uns leihweise abzugeben. Für die Zubehörtteile gilt das soweit sie die Brabag einerseits abgeben kann und soweit sie in Le verwendbar sind. Herr Dr. Wille hat mit Herrn Dr. Kochschwender bereits gesprochen und sein Einverständnis bereits erhalten. Unserseits ist nur noch ein offizielles Schreiben an die Brabag zu richten in dem um leihweise Überlassung einer Schweltrommel gebeten wird. Für die Abwicklung des geschäftlichen Teiles wurde vorgeschlagen, dass jeder der Partner ~~es~~ seine Lieferanten das bezahlt, was er bestellt hat, weil es die Gefahr am geringsten ist, daß es ein Durcheinander bei den Lieferfirmen gibt. Der Ausgleich erfolgt dann einfach durch Rückgabe der Apparate. Sollte die Brabag dann den Ausgleich des Zinsverlustes verlangen, was wahrscheinlich ist, so müssen wir diesen tragen, weil ja die Brabag die Apparate sehr viel früher bezahlen muß, als sie darüber verfügen kann. Für Gegenstände, die wir nach Eingang der von uns bestellten Teile abbauen und zurückgeben, wird eine Leihgebühr festgesetzt werden müssen (Getriebe und Vorwähler). Ein Zinsverlust ist in diesen Fälle nicht auszugleichen. Von der Brabag können folgende Teile übernommen werden:

- 1.) Eine Schweltrommel (Linksläufer, wie von uns gewünscht). Die Schweltrommel kommt in 14 Tagen zur Auslieferung. Die Brabag wird vernachlässigt, daß die Trommel direkt an uns ausgeliefert wird. Versandadresse wurde angegeben.
- 2.) Das zugehörige Getriebe wird im Juli ausgeliefert. Es wird ebenfalls direkt an uns gesandt.
- 3.) Das Cyclo-Getriebe für den Hilfsantrieb können wir nicht übernehmen, weil der Motor für eine Spannung von 500 Volt gewickelt wird. Wir helfen uns selbst.
- 4.) Der Antriebsmotor (polumschaltbarer, 6000 Volt). Der Auslieferungstermin steht noch offen. Herr Steffen greift in eigener Sache seine Motore sind auch noch nicht ausgeliefert - nehmen wir den Termin.
- 5.) Polumschalter liegt in Zeitz und wird gelegentlich im Lastwagen nach Leuna gebracht.
- 6.) Ringabelfeld, wie oben.

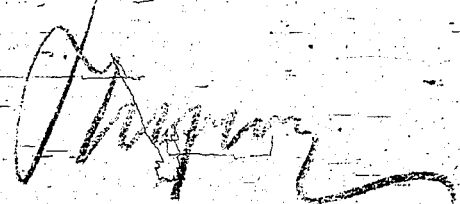
- 7.) Anstragvorrichtung ohne Motor (500 Volt), wie oben.
Einen passenden Motor treiben wir auf.
- 8.) Vorwärler. Der Auslieferungstermin ist noch offen. Siehe Punkt 4.
- 9.) Wascherkopf, wie oben.
- 10.) Wälzgasgebläse ohne Motor (500 Volt!) liegt in Zeitz und wird gelegentlich mitgebracht. Den Motor müssen wir auftreiben (gegebenen Falls Keilriemenantrieb!)
- 11.) Luftgebläse, wie oben.
- 12.) Füllkörper für die Schweltrommel werden gelegentlich mitgebracht.
- 13.) Ein Omeco kann von Zeitz geliehen werden, ist aber nicht unbedingt erforderlich.
- 14.) Wio-Brenner, vom Tonwerk Bieberich (Unterlieferant unbekannt) sind vorhanden, und können, falls erforderlich, zur Verfügung gestellt werden. Es erfolgt Absprache mit Herrn Hemmann.
- 15.) Die Zeitzer Kugelöfen sind nicht mit hängenden Haarnadeln, sondern mit liegenden Schlangen ausgerüstet! Wenn wir uns entschließen, diese Bauart zu wählen, dann kann der Vorheizer und der Dampfüberhitzer von Zeitz zur Verfügung gestellt werden.
- 16.) Die Ofenbindung und Ausmauerung können wir leider nicht erhalten, da ja der dritte Ofen in Zeitz betriebsbereit in Reserve stehen muß. Auch das Mauerwerk für den halben Ofenblock steht nicht zur Verfügung, da aus Festigkeitsgründen die Ausmauerung des ganzen Ofenblockes in einem Zuge durchgeführt werden muß. Die Ofenbindung müssen wir also selbst beschaffen.

Zu Punkt 15 und 16 ist zu sagen, daß es wahrscheinlich möglich sein wird, die Ofenbindung innerhalb von 6 Monaten zu beschaffen. (Vorläufige Erkundigung des Herrn Hemmann bei Kamprath.) Die endgültigen Termine werden am Montag, den 6. März, zwischen uns und Herrn Kamprath und einem Herrn vom Tonwerk Bieberich festgelegt. Nach einer Auskunft des Herrn Richter müßte es in der gleichen Zeit unbedingt möglich sein auch die Haarnadeln beizustellen. Herr Richter fertigt die Haarnadeln innerhalb von 8 Wochen nach Eingang des Materials. Demnach könnten wir die uns angenehmere Bauart wählen und auf den Vorheizer und Dampfüberhitzer von Zeitz verzichten.
- 17.) Der Nachkühler kann von Zeitz nicht zur Verfügung gestellt werden, da nur einmal vorhanden. Wir müssen und können uns da selbst helfen.
- 18.) Die Beschaffung aller übrigen Teile (Einheitskühler, Leunapf usw.) im gegebenen Zeitraum macht uns keine Schwierigkeiten. Von Zeitz ist nichts zu erhalten.

So weit sich die Lage bis jetzt übersehen läßt, ist anzunehmen, daß der erste Kugelofen Anfang Dezember dieses Jahres in Betrieb genommen werden kann. Das bedeutet aber, daß die Bauabteilung Anfang Mai mit

ten beginnen muß. Es sind zunächst 2 Abfüllstationen für Teer neu zu errichten und die alten dann abzubrechen. Das Nächste ist die Verlängerung der Kranbahn nach Süden und die Verlegung des Wagens für den Schneckenausziehkran. Am 15. Juni 44 muß mit dem Ofenfundament begonnen werden, wenn es bei Anlieferung der Ofenbindung fertig sein soll. Gelingt es, diese Termine einzuhalten, dann dürfte auch der oben genannte Anfahrtermin gesichert sein.

Ø: Dir. Dr. Schunck/Dr. Becker
Obering. Cron
Obering. Hemmann
Dr. Bemann/Dr. Schrader
D.I. Thyrock/D.I. Spichal
Akten



00001079

25. II. 44

Kondensation Kugelofen

Kessel mit Wasser-Grundlagen:

Leinwandring: 4,5 to mit 60% H₂O

○ H₂ in " : 2,7 to

H₂ und Wasser 80% = 2,2 to

Werkstoff 2 to

Stoffverbrauch 1,2 to

Umsatz 370°

Umsatz 130°

Summe Stoff. Ma 747.

W/Gr.

Besuchs - Bericht.

00001080

Zeit: 7. bis 13.10.1943.

Anwesende Wesseling: Dr. Peukert
O. I. Faldhoif
D. I. Kasselepe
Dr. Mehner

Gelsenberg: O. I. v. Dainding
Ing. Jipp
Dr. Kircher
Dr. Mehner

Scholven: Dir. Dr. Urban
Dr. Schmidt
Ing. Kuschner
Dr. Mehner

Betr.: Erfahrungen mit Kugelöfen.

Trommel:

Material in Gelsenberg TH 31 R (Festigkeit 55-55 kg/mm², C = 0,25, Mn = 0,6-0,7, Cu = 0,8, Mo = 0,2, Ni = 0,5) zum Teil Izett 4 (normales durch Aluminium beruhigtes Alterungsbeständiges Kesselblech), sonst M1.

Panzerung der Trommel ist unbedingt nötig. Panzerung bestehend aus zwei Lagen SH gelb oder schwarz (ersatzweise Ennac), zwei Lagen Guronit (28% Cr!) in Rippen 230 x 40 x 15 in Längsrichtung versetzt mit 35 mm Abstand. Die Panzerung erstreckt sich 3 m von der Trennwand aus. Teilweise hat sich eine nachträgliche Panzerung am Trommelingang als nötig erwiesen. Gelsenberg panziert außerdem die Trommewand mit einzelnen Rippen um die Durchtrittsöffnungen. Scholven legt 1/2 m von der Trennwand Streifen von 150 x 15 mm Querschnitt in Kreisumfangsrichtung unmittelbar aneinanderschließend auf, davor die übliche Panzerung neuerdings nur mit einer Lage SH-schwarz und einer Lage Guronit. Die Lebensdauer einer Panzerung beträgt etwa 6000-7000 Stunden. Hiernach ist eine Reparaturzeit von 6 Wochen bei Schichtbetrieb erforderlich, die aber auf 4 Wochen herabgesetzt werden soll.

Die Scheidewand ist mit verschiedenen großen Durchtrittsöffnungen versehen. In Gelsenberg haben sich besonders große, langgestreckte Durchtrittsöffnungen am Umfang besonders bewährt.

Die Füllung der Trommel erfolgt in Wesseling und Scholven mit den von Krupp vorgeschlagenen Füllkörpern (Platten aus Hartguß, Brinell-Härte 420, 92x92 mm² mit beiderseitig diagonal aufgesetzten gegeneinander versetzten Rippen, geliefert von der Firma Otto Radtke, Hagen-Haspe). Gelsenberg verwendet Mahlkörper, die aus 3 zu einander senkrecht stehenden, kugelförmig begrenzten Flächen bestehen (geliefert von der Bergischen Stahlindustrie, Remscheid.) Wesseling verwendet außerdem 12-15 Mahlkörper in der Austragkammer, die aus an beiden Enden gekreuzt zusammengepreßtem 150 Ø-Siederrohr bestehen.

Trommelantrieb:

Die Polumschaltung der Antriebsmotore ist in Gelsenberg und Scholven außer Betrieb gesetzt, da die Fahrweise mit 19 U/min ein Vielfaches

an Staubanfall und Trommelverschleiß ergeben hat. Für eine Neu-
stellung schlagen diese beiden Werke vor, einen schnell laufenden
Kurzschlußläufer als Antriebsmotor zu verwenden. Als Notantrieb
dient überall ein Cyclo-Getriebe mit angeflanschten Motor ($n =$
 $3/\text{min}$). Am Cyclo-Getriebe ist außerdem ein Handantrieb vorgesehen.

Austragvorrichtung.

Die Austragsschnecke sollte stabiler sein, als sie von Krupp gelie-
fert wurde. Die Austragschurre soll nach Möglichkeit senkrecht ste-
hen und nach unten erweitert sein. Die Schurren sollten Stocher-
möglichkeit zum Stochern nach oben und unten erhalten. Eine Umschal-
tung der alten-Austrag-Schurre hat sich nicht bewährt und ist überall
wieder entfernt worden. Desgleichen haben sich die Basenschurren am
Anfang nicht bewährt. Im Gelsenberg wird eine drehbare,
schräge Austragtülle, die nach dem Band wagschwenken kann, empfohlen.
Eine solche Konstruktion ist aber noch nicht ausgeführt. Die Kratzer
wurden von Eugen Hölcher in Gelsenberg geliefert. ($0,6 \text{ t/h} -$
 $7,7 \text{ m}^3$). Der Kratzertrög dürfte mehr Wasser enthalten.

Abtransport des Rückstandes:

Wesseling gibt in jede Austragswanne $3 - 10 \text{ m}^3/\text{h}$ Wasser. Der Kratzer-
trög ist mit einem Rost von 10 mm Spaltweite versehen, durch den alle
feinen Teile mit dem Spülwasser abgehen. Zusätzliches Wasser bespült
die Kratzer und die Fallrohre. Das gesamte Wasser geht über eine
Schlamm-pumpe auf ein Kiesfilter. Das Wasser läuft geklärt in den
Rhein. Der Schlamm wird mittels Greifer-Bagger auf Wagen verladen.
gefordert

In Gelsenberg wird der Rückstand mit Bändern, was ein auf die Dauer
nicht haltbarer Zustand ist, da der sehr flüssige Rückstand und die
mitunter anfallenden größeren eiförmigen Brocken nicht auf dem Band
bleiben. Die Wanne wird mit $2 \text{ m}^3/\text{h}$ Wasser beschickt. Das überschies-
sende Wasser läuft mit einem Teil des Staubes in eine für 3 Öfen ge-
meinsame Kratzerwanne, wo es über mehrere Wehre läuft und schließlich
klar in die Emscher abfließt.

Scholven transportiert den gesamten Rückstand mittels Hauerschnecken
von $500 \text{ mm } \phi$. Der Rückstand wird über einen Reicher und eine Reine-
velde-Schleuder geschickt und auf 8% Wassergehalt getrocknet. Der ge-
trocknete Rückstand wird im Kesselhaus verbrannt. Scholven gibt
außerdem einen Teil seines Rückstandes halb ausgeschwelt als Briket-
tierpech ab.

Kran:

Übereinstimmend mit allen 3 Werken wird ein Kran für unbedingt nötig
befunden. Der Kran soll so ausgelegt werden, daß mit Flaschenzügen
an genau bezeichneten Stellen des Gerüsts die Trommeln angehoben
werden können. Die Katze soll 6 t heben können.

Kondensation:

Der Wascherkopf am Gasausgang des Ofens ist in Wesseling zum Teil ab-
geblindet. Er soll allerdings wieder in Betrieb genommen werden. In
Scholven wird er durch ein schräg abwärts führendes Rohr ersetzt.
Anscheinend werden aber hier Verstopfungen nicht mit Sicherheit ver-
mieden.

In allen 3 Werken werden Vorkühler und Nachkühler mit direkter Kühlung
durch Vorkühleröl und Phenolwasser betrieben. Ein Nachkühler dient
für eine Gruppe von Öfen. In Scholven ist überhaupt nur ein einziger
Nachkühler vorhanden. Der Vorkühler wird von einem gemeinsamen Kreis-
lauf gekühlt. Der Kreislauf wird in Wesseling durch einen $60 \text{ m}^3/\text{h}$

heitskühler, in den anderen Werken durch einfache Schlangenkühler gekühlt. Das aus dem Sumpf der Nachkühlerkolonne abgezogene Kreislaufwasser wird in einem Imperial-Spiralkühler gekühlt. Nur die überschüssige Ölwassermischung wird in die Scheideflasche geleitet.

Trommel-Beheizung:

Als Beheizung für die Trommel haben sich Vistra-Brenner am besten bewährt. In allen 3 Werken sind jeweils 12 Vistra-Brenner auf die Länge des Trommelmantels verteilt. Das Gas strömt immer aus dem Netz, teilweise nur unter Gasometerdruck, den Vistra-Brennern zu. Für die Verbrennungsluft ist überall für jeden Ofen ein Luftgebläse vorgesehen.

Vorheizung:

Die Öfen sind in allen 3 Werken größtenteils mit waagrecht liegende Nadelrippenrohren 60 ϕ als Produkt-Vorheizern ausgerüstet. Wesseling hat den Produkt-Vorwärmer vollständig ausgeschaltet, da bei plötzlichem Abstellen die Röhre sich öfters verstopft haben. Gelsenberg klagt ebenso wie Scholven über Schwierigkeiten, die langgestreckten Vorheizerröhre mit den 12 Zusatz-Brennern gleichzeitig zu erhitzen. Örtliche Überhitzungen sind nicht mit Sicherheit zu vermeiden.

In Scholven sind die neuesten Öfen mit Produktvorheizern aus senkrecht hängenden Nadelrippenrohren hergestellt. Anstelle der 12 Einzelbrenner ist ein gemeinsamer großer Vistra-Brenner getreten. Diese Anordnung hat sich in Scholven durchaus bewährt.

Dampf-Überhitzer:

Die Siedermalrohre des Dampf-Überhitzers sind in Wesseling durch eine Schlange von 50 ϕ -Siederohr ersetzt worden, was bislang zu keinen Anständen Anlaß gegeben hat.

Temperaturen:

Eine möglichst tiefe Trommelwandtemperatur ist aus Gründen der Lebensdauer der Öfen, insbesondere der Panzerung, dringend zu empfehlen. Die Trommel- und Scheidewand-Temperaturen sind auf 29-31 mV maximal (544-576°C) festgesetzt, wobei man nach Möglichkeit die untere Grenze einhalten sollte. Die Thermoelemente an der Trommel sind in einem längs der Trommel angeschweißten Hochdruckrohr verlegt. Die Stromabnahme erfolgt durch 5 Schleifringe, mit denen 4 Elemente hintereinander abgestochen werden können. Zum Stechen der übrigen 4 Elemente ist ein handbedienter, an der Trommelaußenwand umlaufender Schalter vorgesehen. Mit diesen Schaltern sollen keine Schwierigkeiten aufgetreten sein.

~~Ø: Dir. Dr. Schünck~~
~~O. I. Cron~~
~~Dr. Bemann~~
~~Dr. Schrader~~
~~D. I. Thyrock~~
~~Dr. Mehner~~
~~Z. d. Akten~~

Leuna Werke, den 8. Oktober 1943
Dr. Schr./Gü.

Besprechung betr. K u g e l ö f e n Leuna.

00001083

Ort: Me 747
Teilnehmer: Dipl. Ing. Thyrock
Dr. Mehner
Dr. Schrader

- 1) Die Kranbahn soll soweit verlängert werden, daß nach dem Neubau ausreichend Platz zum Ablegen der ausgebauten Schnecken bleibt. Zur Zeit ist dieser Platz nicht ausreichend.
- 2) Bei der Beförderung des anfallenden Rückstandes sind infolge der Feinheit des Rückstandes Schwierigkeiten zu erwarten. In Wesseling wird der Rückstand mit Wasser fortgedrückt.
- 3) Mit Rücksicht auf die vorgesehene Regeneration ist ein Umgang um die Vorheizerschlange vorzusehen.
- 4) Die Kondensation in Wesseling ist insbesondere im Hinblick auf ihre kleineren Einheiten auf ihre Eignung für Leuna zu prüfen. Der Vorkühler in Kolonnenform hat gegenüber dem Röhrenkühler den Vorteil größerer Sicherheit.
- 5) Der Bedienungsstand soll splittersicher und durchgehend gebaut werden. Die Regulierung der Eckardt-Messer soll in den zu ebener Erde liegenden Bedienungsstand verlegt werden. Die E.-M. sollen mit Mittelwertscheibern versehen werden.

Vert. Dipl. Ing. Thyrock
Dr. Mehner
Dr. Schrader
Dr. Bemann



00001084


Dr. Pi./Lo.

Leunawerke, den 26. Mai 1943

Aktennotiz.

Betr.: Schätzung des Energieverbrauchs der Rückstandsschweberei.

Für die im Schreiben Dipl.-Ing. Thyrock vom 26.5.43 an die Energieabteilung genannten Zahlen wurde der Verbrauch vom Dez. 42 zugrunde gelegt. Die erwähnten Jahreszahlen entsprechen also dem 12-fachen Bedarf vom Dezember 1942 mit Ausnahme vom Hochdruckwasser und Lichtstrom, für den der Durchschnittsbetrag 1942 eingesetzt wurde.



gez. Dr. Schunck

♠ Herrn Dipl.-Ing. Thyrock
" Dr. Schrader.

f. Dr. Munter
D. D. Pyroch

00001085

Leunawerke, den 12. März 1943

Jacob Dr. H. H. H.
3. v. Altkam

Aktennotiz.

Betr. Kugelofen.

Nachdem sich der Kugelofen in verschiedenen Werken bewährt hat, sollen auch in Leuna nach Genehmigung durch den Gebechem 2 Kugelöfen zur Verschmelzung von ungeschleuderter Entschlammung eingesetzt werden.

Neuerdings wird daran gedacht, einen weiteren Kugelofen zur Verschmelzung von Filterrückstand des Entsandungsproduktes einzusetzen. Der Standpunkt für diesen 3. Ofen soll in der Nähe der Entsandung sein.

Nach Dr. Schrader wird in Wesseling jetzt auch die Entsandung betrieben. Der Entsandungsrückstand wird aber flüssig (mit 25 % Festem) abgezogen und verschwelt.

Die gleiche Möglichkeit besteht auch für Leuna und den Kugelofen, derart, daß zwar wie bisher entsandet wird, nach der Entsandung aber auf etwa 40 % zum Einsatz in den Kugelofen mit unverdünnter Entschlammung verdünnt wird. Die den Entsandungsrückstand enthaltende Entschlammung wird dann weiter genau so behandelt, wie die direkt in die Öfen gehende Entschlammung. Damit fällt die Notwendigkeit, einen Kugelofen an besonderer Stelle zur Schmelzung des Filterrückstandes der Entsandung zu erstellen, weg. Der entsprechend der Menge des Entsandungsfestes zusätzlich benötigte Kugelofen kann, wenn Platz vorhanden ist, im Rahmen von Me 883 erstellt werden. Die Menge Entsandungsfestes je Monat beträgt etwa 1500 t = 2,05 t/h. Diese Menge ergibt als 37 %iges Produkt 5,5 t = 3,9 m³/h und entspricht etwa dem Durchsatz durch einen Kugelofen, ohne Reserve gerechnet. Die Verdünnung des Rückstandes geschieht nur soweit, daß er pumpbar wird. Die Sandbelastung der (voraussichtlich 3) Kugelöfen wird dabei geringer werden, als sie gewesen wäre, wenn der ganze Entsandungsrückstand, wie geplant, durch 1 Ofen gegeben würde.

Unter der Voraussetzung, daß 3 Kugelöfen genehmigt werden, ergibt sich folgendes Schema für den Gang der Entschlammung:

00001086

