

BAG NO. 3896

HANNOVER

9. LOW TEMPERATURE  
CARBONIZATION

Reichsinstitut für Erdölforschung  
der Technischen Hochschule Hannover

Hannover, den 27. Juli 1944

BAG T a i c h t

3896 HANNOVER

K u r z b e r i c h t

zum Forschungsauftrag: "Verfahrenstechnische Verbesserung der Aufarbeitung von Schwelgasen zur Erhöhung der Ausbeute an Fertigprodukten"

Kennwort: "Schwelgase"

Wehrmarchtsauftrags-Nr. SS 4891-0378(1955/14)IV/43

Tagebuch-Nr.: Rf 1167/43g vom 4.12.43

Es wurde die in den vorigen Berichten eingehend beschriebene kleintechnische Schwelapparatur bei der Riebeck-Montan A.-G. in Nachterstedt in einer großtechnischen Anlage aufgebaut. Nach den ersten Versuchen mußten einige Umbauten vorgenommen werden (Beheizung, Reinigungsvorrichtungen). Aus betriebstechnischen Gründen wurden die Versuche unterbrochen und werden am 3. August 1944 fortgesetzt.

Die vielversprechenden Untersuchungen haben bei der gegebenen militärischen Lage besondere Bedeutung, da bei einer großtechnischen Verwirklichung unseres Vorschlages die große Zahl der deutschen Schwelereien auf einfachem Wege die in Teer enthaltenen Benzine, Dieselöle direkt gewinnen könnte.

*Heinrich*

## Z u s a m m e n f a s s u n g

Über den Bericht zum Forschungsauftrag:

"Verfahrenstechnische Verbesserung der Aufarbeitung von Schwelgasen zur Erhöhung der Ausbeute an Fertigprodukten".

Z.Zt. werden in der Praxis die Schwelgase fraktioniert, kondensiert und in 3 - 4 verschiedene Fraktionen aufgefangen. Die hierbei erzielte Trennung der einzelnen Komponenten ist ausserordentlich schlecht. Die Fraktionen müssen entweder gesondert noch einmal aufgearbeitet werden oder sie werden gesammelt der Hydrierung zugeführt. Im Rahmen des vorliegenden Forschungsauftrages werden kleintechnische Versuche unternommen, um die im praktischen Betrieb anfallenden Schwelgase direkt destillativ aufzuarbeiten und als Fraktionen Benzin, Petroleum, Dieselöl und Heizöl zu gewinnen, die in Bezug auf die Siedegrenzen bereits den Lieferbedingungen ansprechen. Der vorgeschlagene Arbeitsgang bezweckt eine wesentliche Einsparung an Wärmeenergien unter gleichzeitiger Verringerung des apparativen Aufwandes. Es wäre zu überlegen, ob nicht unter den gegebenen Umständen zwecks Entlastung der Hydrierwerke eine großtechnische Verwirklichung in der vorgeschlagenen Form durchgeführt werden sollte.

B e r i c h t

zum Forschungsauftrag: "Verfahrenstechnische Verbesserung der  
Aufarbeitung von Schwelgasen zur Erhöhung  
der Ausbeute an Fertigprodukten"

Kennwort: "Schwelgase"

Wehrmachtsauftrags-Nr. SS 4891-0378 (1955/14) IV/43

Tagebuch-Nr.: Rf 1167/43g vom 4.12.43

2. Bericht über den Stand der Arbeiten.

Im ersten Bericht wurde dargelegt, daß die Durchführung der Arbeit in zwei Abschnitten geschieht, erstens durch Laborversuche, zweitens durch halbtechnische Versuche in einer Schwelanlage.

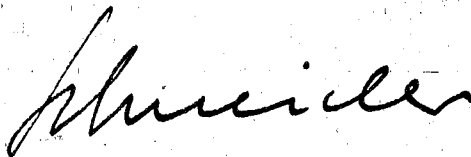
Der erste Abschnitt der Arbeit umfaßt zehn qualitative Laborversuche, in deren Verlauf nur die gesammelten Erfahrungen zur Ergänzung der Apparatur und zur Verbesserung der Versuchsführung benutzt wurden. Die Versuchsführung und die qualitativen Ergebnisse des zehnten Laborversuches waren folgende:

Zur Schwelung gelangten 20 kg vorgetrocknete Braunkohle in der Schweltrommel nach Fischer und Glud. Die Schwelgase wurden in einen Dickteerabscheider geführt, der gleichzeitig der Staubabscheidung diente, und gelangten von dort in die Fraktionierkolonne. Beide Geräte waren vorher durch Heißdampf auf 100°C erwärmt, um eine vorzeitige Abkühlung des etwa nur eine Stunde fließenden Schwelgasstromes zu verhüten. Der Kolonne war ein Absorptionsgefäß mit Gasabsorptionskohle nachgeschaltet, um auch mit Sicherheit alle KW-Dämpfe zu erfassen. Die Hauptmenge des Teeres kondensierte im Dickteerabscheider, eine erhebliche Menge wurde im Sumpf der Kolonne gewonnen, die mit einem für diese Versuche erträglichen Rückflußverhältnis gefahren wurde. Über Kopf der Kolonne wurde ein gelb gefärbtes Benzol gewonnen mit Siedegrenzen zwischen 70 - 150°C. Der erste Seitenstrom lieferte ein orange gefärbtes Produkt mit den Siedegrenzen 150 - 200°C. Die mit Wasserdampf ausgeblasene Gasabsorptionskohle ergab ein wasserhelles Benzol mit den Siedegrenzen 40 - 100°C.

Diese sehr qualitativen Laberversuche führten zu bereits erwähnten Verbesserungen der Apparatur und der Versuchsführung und scheinen, die Richtigkeit des Grundgedankens der Arbeit und damit ihre Fortsetzung in einer großtechnischen Schwelanlage zu rechtfertigen.

Nach der Überwindung einiger organisatorischer Schwierigkeiten begann der zweite Abschnitt der Arbeit bei der Riebeck-Montan A-G. im Werk II in Nachterstedt. Das Werk arbeitet nach dem Lurgi-Spülgas-Schwelverfahren. Schwierigkeiten machte zunächst die Frage nach dem günstigsten Anschluß der Versuchsvorrichtung, da betriebliche Belange und Erfordernisse der Versuchsführung in Einklang zu bringen waren. Nach den ersten Versuchen in der großtechnischen Anlage haben sich folgende Änderungen als notwendig erwiesen:

- 1.) Vereinfachte Leitungsführung für die Zuleitung zum Dichteabscheider.
- 2.) Einwandfreie Beheizung aller Leitungen zu Vermeidung von Kondensation.
- 3.) Einbau von Reinigungsvorrichtungen.



Sachbearbeiter:

Dr. Heinz F a r n o w.

Hannover, den 25. November 1944

BAG Tairt

3. Bericht 3896 HANNOVER

**Forschungsauftrag:** Verfahrenstechnische Verbesserung der Aufarbeitung von Schwelgasen zur Erhöhung der Ausbeute an Fertigprodukten.

**Kennwort:** Schwelgase

**Wehrmachauftrags-Nr.:** SS 4891-0378 (1955/14)IV/43

**Tagebuch-Nr.:** Rf 1167/43g vom 4.12.1943.

Die bereits am Schluß des zweiten Berichtes erwähnte dritte Montage der Versuchsanlage bei der Riebeck-Montan A.-G. im Werk II in Nachterstedt führte, wie erwartet, nach der Überwindung einer Reihe von Schwierigkeiten zum Beginn der Versuche. Im ersten Bericht wurde bei der Schilderung der beabsichtigten Durchführung der Arbeit dargelegt, daß als Voraussetzung für einwandfreies Arbeiten der Kolonnen gleiche Zusammensetzung des Einsatzproduktes bei konstantem Druck, konstanter Temperatur und Menge verwirklicht werden muß.

Die gleichbleibende Zusammensetzung des Einsatzproduktes für die Versuchsanlage war durch Entnahme aus der großtechnischen Schwelanlage von vornherein gegeben. Schwierigkeiten bereitete das Abziehen der Schwelgase, das durch Ausnutzung der Betriebsaugung in der Schwelgasleitung bewirkt werden sollte. Die Versuchsanlage wurde in Nebenschluß zwischen einem Entnahmestutzen wenige Meter hinter dem Schwelgasaustritt (Unterdruck von 10 mm WS) und dem Schwelgasgebläse-eintritt (Unterdruck im Mittel 350 mm WS) geschaltet. Die Unterdruckdifferenz genügte jedoch nicht, um das Schwelgas im rechten Winkel aus der großen Industrieleitung in die zweizöllige Versuchsleitung zu saugen. Auch der Einbau einer in die Industrieleitung ragenden Sonde mit stark abgeschrägter Öffnung änderte daran nichts, sondern führte zu sofortiger Verstopfung der Sondeneröffnung mit öligen Kohlenstaub. Das Entnahmeproblem wurde dadurch gelöst, daß man auf die Betriebsaugung verzichtete und der Apparatur einen Dampfstrahlinjektor

tor nachschaltete, für eine mühelose Entnahme der gewünschten Menge Schwelgas von 6 cbm/h bei einer Saugung von 800 mm WS gestattet. Die Verschmutzungsgefahr wurde auf ein Minimum herabgesetzt, indem man die Sondenöffnung dem Schwelgasstrom abkehrte.

Die Konstanthaltung des Druckes gelang mit dem Dampfstrahlinjektor nur bedingt, denn der zeitweise schwankende Betriebsdampfdruck bewirkte stoßweises Arbeiten der Saugung. Infolge der damit verbundenen Schwankung der Chargenmenge konnte ein Gleichgewichtszustand in der Kolonne über längere Zeit nicht eingehalten werden. Der Einbau eines geeigneten Gebläses, bei dessen Betrieb diese Schwierigkeiten vermieden wären, konnte nicht erfolgen, da eine schnelle Beschaffung nicht gelang.

Trotz sorgfältiger Isolierung der möglichst kurz gehaltenen Zuleitung gelang es nicht, die Temperatur der Schwelgase auf  $260^{\circ}$  zu halten, mit der sie den Schweler verlassen. Diesem Mangel wurde abgeholfen durch Umwicklung der Rohre mit einer elektrischen Heizung, die es durch sorgfältige Regelung gestattete, die Forderung nach konstanter Temperatur der Schwelgase zu erfüllen.

Da das Einsatzprodukt Wasserdampf enthielt, (die Menge war wesentlich größer als die des Gesamtteeres) der innerhalb der Kolonne kondensierte, war es notwendig, eine geeignete Wasserabscheidung zu ersinnen, die in einfacher Weise das Wasser so vollständig wie möglich aus der Kolonne zu entfernen gestattete. Bei Vorhandensein von Kondensatwasser in der Kolonne treten infolge der verschiedenen Verdampfungswärme von Wasser (540 Kcal/kg) und Öl-Inhaltsstoffen ( $\sim 90$  Kcal/kg) durch den hierdurch bedingten unterschiedlichen Rückfluß für die Fraktionierung untragbare Schwankungen auf. Die Wasserentfernung wurde durch eine Schwimmereinrichtung in den Seitenströmen erreicht. Der Schwimmer wurde so austariert, daß er beim Zufluß von Wasser in das Schwimmergehäuse öffnete, während er beim Zufluß von Öl schloß. Das Wasser wurde in den Seitenströmen also kontinuierlich abgeschieden, während ein weiterer Wasseranteil im Kopf-Destillat-Kühler niedergeschlagen und aus dem Kondensatsammelbehälter diskontinuierlich entnommen wurde.

Eine anfängliche Verstopfungsgefahr verschiedener Teile

der Apparatur durch Paraffinausscheidungen wurde dadurch beseitigt, daß die Temperaturen im Falle des Kopfproduktes durch Regelung der Kühlung, im Falle der Seitenströme und der Sumpfprodukte durch elektrische Heizung oberhalb des Stockpunktes gehalten wurden.

Bei der angewendeten Versuchsführung konnte nur mit einem Anfall von etwa 30 ccm Leichtöl als Destillat in der Stunde gerechnet werden. Um von Anfang an den für eine Fraktionierung erforderlichen Rückfluß in der Kolonne zu erhalten, wurde jeder Versuch mit einer konstanten Menge Gasbenzin als Fremdrückfluß begonnen.

#### Beschreibung der Versuchsanlage.

Die benutzte Versuchsanlage bestand aus einer Fraktionierkolonne 6 mit Kühler 7, Sammel- oder Rücklaufgefäß 8 und einem vorgeschalteten Dickteerabscheider 3. Die Schwelgaszuführung vom Entnahmeventil 1 zum Dickteerabscheider 3 geschah durch eine 2 m lange Rohrleitung 2. Die Verbindungsleitung 4 zwischen Dickteerabscheider 3 und Fraktionierkolonne 6 enthielt eine Normblende 5 zur Messung der strömenden Gasmenge. Vom Rücklaufgefäß 8 führte eine Saugleitung 9 zum Dampfstrahlinjektor.

Der Dickteerabscheider 3 bestand aus einem 1,30 m langen Rohr von 10 cm lichter Weite, in dessen mittlerem Teil sechs unter  $45^{\circ}$  geneigte Prallbleche angebracht waren und an dessen Boden ein Entnahmeventil 10 vorgesehen war.

Das Kolonnenrohr 6 war 1,90 m lang mit einer lichten Weite von 6 cm. Entnahmemöglichkeit 10 für Substanz war am Boden, an drei Seitenströmen und über Kopf am Rücklaufgefäß 8 vorhanden. Die Kolonne war als Füllkörperkolonne ausgebildet und mit Raschigringen 10 x 10 mm aus Keramik gefüllt (kleinere Raschigringe waren nicht lieferbar). An den Seitenströmen waren im Innern kleine Tauchtassen als Sammelbehälter angebracht, aussen an den beiden oberen Seitenströmen die bereits oben erwähnten Schwimmereinrichtungen zur Wasserabscheidung.

Als Kühler 7 diente zunächst ein Metallkühler mit Kupferschlange, später fünf gläserne Kugelhühler, um eine Einsichtnahme zu ermöglichen.



- 4 -

Elektrische Beheizung war vorgesehen für die Schwelgaszuleitung, Dickteerabscheiderboden, Kolonnenboden und die Schwimmergehäuse. Verwendet wurden für die Beheizung Schott-Rohrheizkörper.

Die Temperaturmessung erfolgte durch Quecksilberthermometer und zwar am Schwelgaseintritt des Dickteerabscheiders, am Dickteerabscheiderkopf, an den Seitenströmen und am Kolonnenkopf. Die gesamte Apparatur mit allen Leitungen war durch Schlackenwolle stark isoliert. ( $\approx 20$  cm).

#### Gang der Versuchsführung.

Vor Beginn der Versuche wurde jeweils das Rücklaufgefäß mit Gasbenzin gefüllt und 300 ccm Gasbenzin als Fremdrückfluß in die Kolonne gegeben. Dann wurde das Ventil am Schwelgaseintritt geöffnet und gleichzeitig der Dampfstrahlinjektor in Tätigkeit gesetzt, so daß 6 ccm Gas die Apparatur in der Stunde passierten. Die Regelung der Beheizung geschah für die Schwelgaszuleitung so, daß die Schweleraustrittstemperatur der Gase von  $260^{\circ}$  bis zum Eintritt in den Dickteerabscheider gehalten wurde. Die Temperatur am Dickteerabscheiderkopf stieg im Laufe von 5 Std. auf maximal  $180^{\circ}$ . In 8 Std. herrschte dann am Kolonnenkopf eine konstante Temperatur von  $90^{\circ}$ . Die Beheizung des Dickteerabscheider- und Kolonnenbodens sowie der Seitenströme wurde so gehalten, daß die Temperaturen der entsprechenden Produkte oberhalb des Stockpunktes blieben. Die Kolonne wurde zunächst mit unendlichem Rückfluß gefahren, bis nach 8 Std. der Gleichgewichtszustand in der Kolonne nahezu erreicht war. Dann wurde der Rückfluß gedrosselt und mit der Abnahme kleinster Mengen Produkt über Kopf, aus den Seitenströmen und dem Kolonnenumpf begonnen. Nach erneuter Gleichgewichtseinstellung sollten Fertigprodukte für die Untersuchung entnommen werden.

#### Mängel der Versuchsanordnung.

Wie bereits oben erwähnt, arbeitete der Dampfstrahlinjektor infolge des zeitweise schwankenden Betriebsdampfdruckes ungleichmäßig. Demzufolge schwankte die Saugung und auch die Chargenmenge. Es konnten also die Forderungen nach gleichbleibender Zusammensetzung und gleichbleibender Tempe-

ratur des Einsatzproduktes erfüllt werden, die Forderung nach Mengenkonstanz für längere Zeitdauer dagegen nicht. Die Kriegsverhältnisse verhinderten die schnelle Beschaffung eines geeigneten Gebläses, das den Betrieb der Kolonne von den Betriebschwankungen unabhängig gemacht hätte.

Es gelang ferner nicht, geeignete Feinstregulierventile zu beschaffen. Durch den Einbau von nur grob einstellbaren Ventilen und Hähnen mußte auf die gewünschte feine Regelung von Rückfluß und Ausfluß der Substanzen verzichtet werden.

#### Ergebnis der Arbeit.

Es gelang der Beweis, daß in einem einfachen Arbeitsgang Schwelgase in einer Fraktionierkolonne aufgearbeitet werden können. Infolge der oben geschärderten Mängel der Versuchsanordnung konnte die Fraktionierwirkung der Kolonne nicht so weit gesteigert werden, daß Fertigprodukte gewünschter Siedegrenzen anfielen, die eine weitere Aufarbeitung vermeidbar machen, wie sie bei der fraktionierten Kondensation notwendig ist. Da unter den gegebenen Bedingungen quantitative Versuche sinnlos gewesen wären, mußte auch auf die Aufstellung einer Energiebilanz verzichtet werden.

#### Ausblick.

Um den Beweis der restlosen Erreichbarkeit des im ersten Bericht gesteckten Zieles zu erbringen, müßte eine neue Versuchsreihe mit einer gemäß den gemachten Erfahrungen verbesserten Apparatur durchgeführt werden.

Die Fraktionierkolonne müßte eine Vergrößerung erfahren, da die Erstausführung ursprünglich nicht für den Anschluß an einen Schwelofen mit Spülgasschwelung, sondern an einen Schwelofen mit indirekter Schwelung vorgesehen war.

Um die Konstanthaltung der Chargenmenge zu gewährleisten, ist zwischen Schwelgasentnahme-Ventil und der Apparatur ein geeignetes Gebläse zu schalten, wodurch noch der Vorteil entsteht, daß das Einsatzprodukt nicht durch die Apparatur gesogen, sondern unter leichtem Druck der Apparatur zugeführt wird.

Bei der fraktionierten Destillation eines Gemisches von Schwelgas und Spülgas muß der Partialdruckerniedrigung der Kohlenwasserstoffe durch die Inertgase Rechnung getragen werden. Um daher eine restlose Gewinnung aller leichtsiedenden Bestandteile zu bewirken, ist bei gegebener Kühlwassertemperatur eine sehr große Kühlfläche des Kühlers erforderlich. Es wäre zweckmäßig, dem Kühler noch einen Adsorptionsturm oder einen Gaswäscher nachzuschalten.

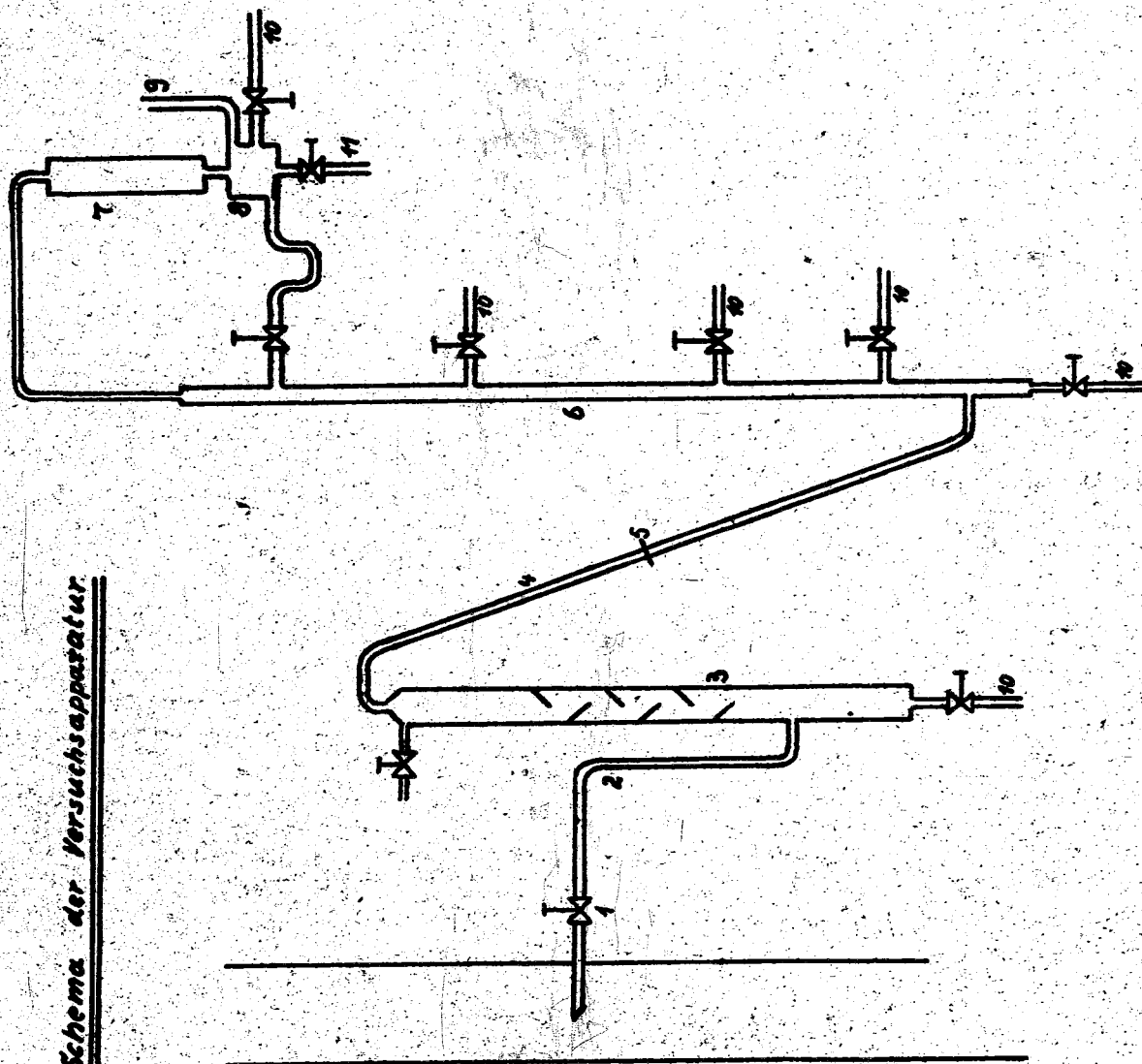
Zwecks Vermeidung von Verstopfungen durch Paraffin- oder Asphaltausscheidungen müssen sämtliche Geräte und Leitungen der Versuchsanlage beheizt werden. An den Kühlwasserleitungen muß eine Vorrichtung vorgesehen werden, die ein Einleiten von Wasserdampf gestattet (Schmetter-schlange). Hierdurch kann jede gewünschte Kühlwassertemperatur eingestellt und ausserdem eine Paraffinabscheidung durch vorübergehende Dampfbeheizung schnell behoben werden.

*Muecke*

Sachbearbeiter:

Dr. Heinz F a r n e w.

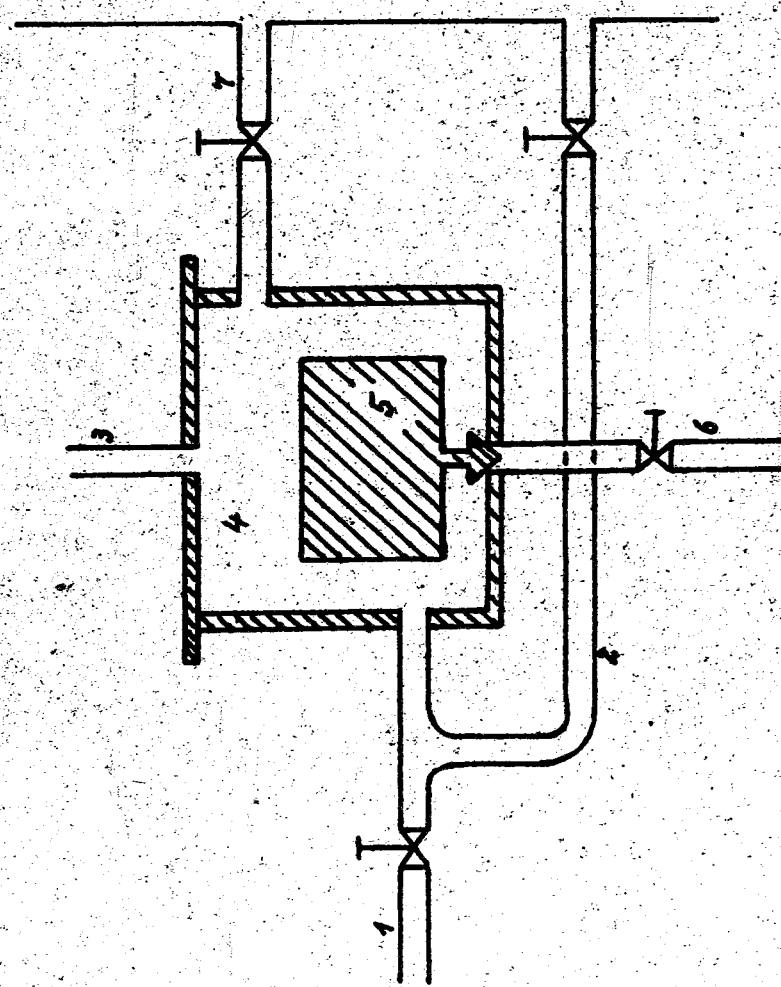
Schema der Versuchsanordnung



- 1. Entnahmevertil
- 2. Schwelgaszuführung
- 3. Dichtverabscheider
- 4. Verbindungsleitung
- 5. Normblende
- 6. Fraktionierkolonne
- 7. Kühler

- 8. Sammel- oder Rücklaufgefäß
- 9. Saugleitung
- 10. Entnahmeverrichtung für Substanz
- 11. Wasserablaß

Skizze der Schwimmereinrichtung



- 1. Diennahmeführung
- 2. Ölrückfuhrleitung
- 3. Saugleitung
- 4. Schwimmereinrichtung

- 5. Schwimmer mit Nadelventil
- 6. Wasserablaß
- 7. Zulaufleitung
- 8. Fraktionierkolonne